



HAL
open science

Fatigue thermomécanique de multicouches polymères/composites

Maxime Bertin

► **To cite this version:**

Maxime Bertin. Fatigue thermomécanique de multicouches polymères/composites. Sciences de l'ingénieur [physics]. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2011. Français. NNT: . tel-00561184

HAL Id: tel-00561184

<https://theses.hal.science/tel-00561184>

Submitted on 31 Jan 2011

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THESE

pour l'obtention du Grade de

Docteur de l'Université de Poitiers

Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique

&

Faculté des Sciences Fondamentales et Appliquées

(Diplôme National – Arrêté du 7 août 2006)

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

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

Présentée par :

Maxime BERTIN

FATIGUE THERMOMECHANIQUE DE MULTICOUCHES POLYMERE/COMPOSITE

Directrice de thèse : Marie-Christine Lafarie-Frenot

Co-directrice de thèse : Fabienne Touchard

Soutenue le 10 janvier 2011

-JURY-

M. D. PERREUX	Professeur, Université Franche-Comté, Besançon	Président et rapporteur
M. P. VIOT	Professeur, ENSAM, Bordeaux	Rapporteur
Mme. M.C. LAFARIE-FRENOT	Professeur, Université de Poitiers	Examineur
M. F. NONY	Ingénieur chercheur, CEA Le Ripault, Monts	Examineur
M. J. RENARD	Professeur, MINES ParisTech, Evry	Examineur
Mme. F. TOUCHARD	Chargée de recherche (HDR), ENSMA, Poitiers	Examineur

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire de Mécanique et de Physique des Matériaux devenu par la suite le département Physique et Mécanique des Matériaux de l'Institut P' dont je remercie les directeurs successifs, José Mendez, Marie-Christine Lafarie-Frenot et Jean-Claude Grandidier, pour m'y avoir accueilli.

Je remercie également le Centre National de la Recherche Scientifique et la région Poitou-Charentes pour le financement de cette thèse, les partenaires du Projet HYBOU, ainsi que l'Agence Nationale de la Recherche (réseau PAN'H) pour son soutien financier.

J'exprime ma sincère gratitude à Monsieur Dominique Perreux, Professeur à l'Université de Franche-Comté, qui m'a fait l'honneur à la fois de présider le jury de thèse et également d'être rapporteur, à Monsieur Philippe Viot, Professeur à l'Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers à Bordeaux, d'avoir accepté la charge de rapporteur et à Messieurs Fabien Nony, Ingénieur chercheur au Commissariat à l'Energie Atomique Le Ripault, et Jacques Renard, Professeur à l'école des Mines ParisTech, d'avoir accepté d'examiner ce travail.

Je remercie évidemment bien chaleureusement Marie-Christine Lafarie-Frenot et Fabienne Touchard, qui ont co-encadrées ce travail, pour m'avoir accueilli, pour leur disponibilité et pour leur aide et leur conseil au cours de cette thèse.

Je remercie également tout le personnel du laboratoire pour leur accueil et, plus particulièrement l'équipe technique dont Guillaume, David, Anne Laure, Denis, Gérald, Damien ainsi que quelques anciens, Céline, Fabien, Mustapha pour l'aide qu'ils m'ont apportée. Je remercie également tous les doctorants et plus particulièrement le bureau 39, Nam et Sophie pour les anciens et Julien et Quy pour les locataires actuels. Et enfin je remercie Marie pour son soutien et son aide au cours de ces trois ans et demi.

SOMMAIRE

INTRODUCTION	1
CHAPITRE I : ETAT DE L'ART	7
1.1 Sollicitation du réservoir	8
1.2 Comportement thermomécanique	9
1.2.1 Définition d'un composite	10
1.2.2 Comportement thermique	10
1.2.3 Comportement mécanique	13
1.3 Endommagements des composites	15
1.3.1 Mécanismes d'endommagement	15
1.3.2 Méthodes directes de caractérisation	16
1.3.2.1 Microscopie optique	17
1.3.2.2 Radiographie X	17
1.3.3 Méthodes indirectes de caractérisation	18
1.3.3.1 Emission acoustique	18
1.3.3.1.1 Généralités	18
1.3.3.1.2 Analyse des données d'émission acoustique	21
1.3.3.2 Corrélation d'images	24
CHAPITRE II : DEVELOPPEMENT D'UN BANC DE FATIGUE THERMOMECHANIQUE INSTRUMENTE	27
2.1 Conception	28
2.2 Instrumentation du banc	29
2.2.1 Observations microscopiques	30
2.2.2 Radiographie X	31
2.2.3 Emission acoustique	32
2.2.4 Caméra infrarouge	33
2.2.5 Mesure de champ de déplacement par corrélation d'images	33
2.3 Validation	35
2.3.1 Validation thermique sur plaques carrées	35
2.3.1.1 Mesure d'une zone d'homogénéité du champ de température	36
2.3.1.2 Mesures de température à différentes profondeurs	39
2.3.1.3 Stabilité des niveaux de température atteints en cyclage	43
2.3.2 Validation thermique sur éprouvettes	45
2.3.3 Test du couplage thermomécanique du banc d'essai	51
2.4 Conclusion	52

CHAPITRE III : MATERIAUX DE L'ETUDE	53
3.1 Mise en œuvre	54
3.2 Géométrie des éprouvettes	55
3.3 Comportement mécanique des matériaux constitutifs	55
3.3.1 Description des essais	56
3.3.2 Comportement mécanique du liner PU	58
3.3.3 Comportement mécanique de la résine époxy	59
3.3.4 Comportement mécanique de la fibre de carbone seule	61
3.4 Comportement mécanique du pli UD	63
3.4.1 Comportement mécanique des éprouvettes UD0	65
3.4.2 Comportement mécanique des éprouvettes UD90	68
3.4.3 Comportement mécanique des éprouvettes UD45	70
3.5 Caractérisation microstructurale	73
3.5.1 Observations microscopiques	73
3.5.2 DSC – DMA	74
3.6 Conclusion	79
CHAPITRE IV : INFLUENCE DE LA SEQUENCE D'EMPILEMENT SOUS SOLLICITATION THERMOMECHANIQUE	81
4.1 Influence de l'alternance des plis	82
4.1.1 Drapages étudiés	82
4.1.2 Comportement en traction quasistatique	83
4.1.3 Comportement en fatigue thermomécanique	87
4.1.4 Bilan sur l'influence de la séquence d'empilement	95
4.2 Mise au point d'une éprouvette technologique	96
4.2.1 Influence du type de chargement (uniaxial/biaxial)	96
4.2.2 Détermination d'un drapage "représentatif"	100
4.2.3 Influence du collage du liner polymère	105
4.3 Essais sur éprouvettes "représentatives"	107
4.3.1 Comportement en traction quasistatique	107
4.3.2 Comportement en fatigue thermomécanique	115
4.3.2.1 Endommagement	116
4.3.2.2 Durée de vie	123
4.3.2.3 Bilan des essais de fatigue thermomécanique sur le drapage représentatif	123
4.4 Conclusion	123
CHAPITRE V : COMPREHENSION DES MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT EN FATIGUE THERMOMECHANIQUE : COMPARAISON A LA FATIGUE MECANIQUE	127
5.1 Cas des drapages "influence de l'alternance des plis"	130
5.1.1 Durée de vie	131
5.1.2 Cinétiques d'endommagement	132
5.1.2.1 Suivi par émission acoustique	132
5.1.2.2 Observations microscopiques de l'endommagement	134

SOMMAIRE

5.2 Cas du drapage ‘représentatif’ du réservoir _____	140
5.2.1 Durée de vie _____	140
5.2.2 Suivi des mécanismes d’endommagement _____	141
5.2.2.1 Suivi par radiographie X _____	141
5.2.2.2 Suivi par observations microscopiques _____	145
5.2.3 Evolution des niveaux de déformation _____	147
5.2.3.1 Méthode de mesure par corrélation d’images _____	147
5.2.3.2 Mesures au cours du deuxième cycle de fatigue thermomécanique _____	150
5.2.3.3 Comparaison avec le calcul numérique _____	153
5.2.3.4 Mesure des déformations au cours du cyclage _____	155
5.3 Conclusion _____	170
CONCLUSION _____	173
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES _____	177
ANNEXE A : RECAPITULATIF DES ESSAIS EFFECTUES _____	185

INTRODUCTION

L'usage des matériaux composites fibres longues / matrice polymère est de plus en plus important car il concilie de très bonnes propriétés mécaniques pour de faibles masses volumiques. Les matériaux composites ont en effet pris leur essor avec le développement de l'industrie aéronautique et aérospatiale.

Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre du projet ANR HYBOU réseau PAN'H. Le projet HYBOU vise à développer, étudier et valider de nouveaux matériaux et procédés d'élaboration pour les réservoirs haute pression d'hydrogène (700 bars) pour des véhicules à piles à combustibles. Le but est d'augmenter leurs performances et de diminuer leur coût.

L'hydrogène est une bonne alternative au pétrole afin de réduire les émissions à effets de serre. Différentes conditions de stockage sont possibles pour stocker l'hydrogène : le stockage sous forme liquide cryogénique à 20K ([IFJ06], [WIL80], [ZEL01]), le stockage à l'état solide sous forme d'hydrure ([LEV00], [MEL08]), le stockage dans des mousses polymère et composite ([BAN07]) et le stockage gazeux ([VIL09], [TAK03]).

Le stockage hyperbare de l'hydrogène gazeux est aujourd'hui la voie la plus mature. Les réservoirs hyperbares peuvent être classés en quatre catégories :

- Type I : réservoirs entièrement métalliques
- Type II : réservoirs métalliques avec un fretage sur leur partie cylindrique de fibres avec une matrice thermodurcissable
- Type III : réservoirs coque composite avec liner métallique
- Type IV : réservoirs coque composite avec liner polymère.

Les réservoirs haute pression doivent répondre à de nombreux critères, notamment de sécurité : perméabilité à l'hydrogène, tenue à la pression interne, durée de vie... L'utilisation de multi-matériaux est nécessaire pour répondre à ces critères [KRO02]. Les réservoirs envisagés dans le projet HYBOU sont des réservoirs de type IV. La partie liner est en polyuréthane et est réalisée par rotomoulage. Le rôle du liner est l'imperméabilité à l'hydrogène. La coque composite est en fibres de carbone T700 / résine époxy et est réalisée par enroulement filamentaire sur le liner. Le rôle de la coque composite est d'assurer l'intégrité de la structure. L'optimisation des angles de bobinage de la coque composite est essentielle pour augmenter les durées de vie des réservoirs à hydrogène [COM09]. Une photo et un schéma de coupe d'un réservoir de type IV sont présentés sur la figure 1.

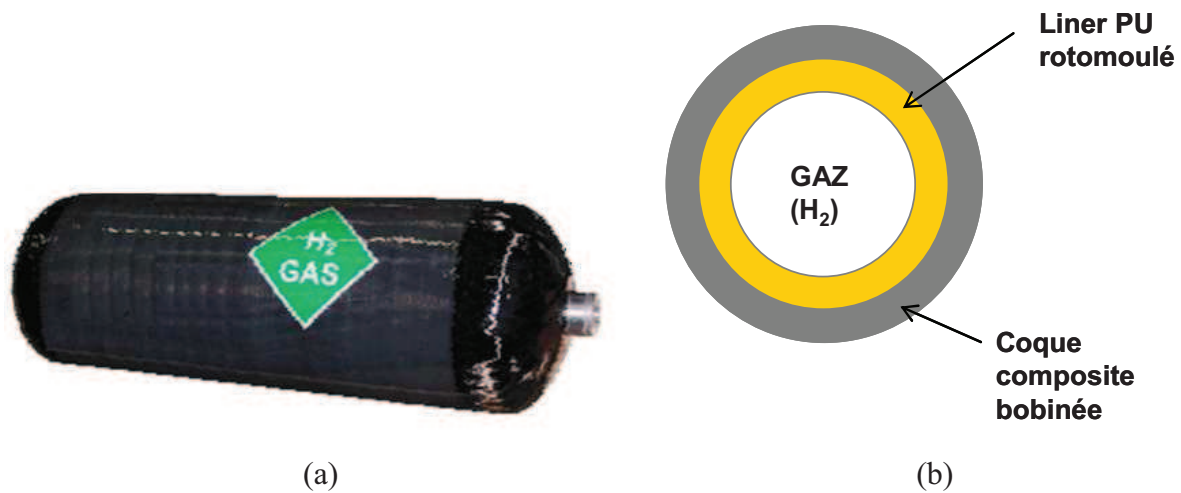


Figure 1 : (a) Photo [VIL09] et (b) schéma de coupe d'un réservoir de type IV.

Cette étude se focalise particulièrement sur la phase de remplissage rapide du réservoir. En effet, au cours de cette phase, deux phénomènes se déroulent simultanément. Il y a tout d'abord une augmentation des contraintes mécaniques due à l'augmentation de la pression interne en hydrogène. Il y a également, simultanément, une augmentation de la température du gaz due à différents phénomènes thermodynamiques. Au cours de sa durée de vie, c'est-à-dire suite aux différents remplissages successifs, le réservoir de stockage d'hydrogène gazeux subit ainsi une sollicitation de fatigue thermomécanique. Ce travail porte donc sur la caractérisation du comportement mécanique et du développement de l'endommagement de multicouche polymère/composite, matériaux constitutifs des réservoirs à hydrogène, sous sollicitations de fatigue thermomécanique. Les essais ont été effectués sur des plaques ou des éprouvettes simples définies par rapport à la partie courante du réservoir et non sur des structures réservoirs entières ce qui soulèvera certaines questions qui seront discutées dans ce mémoire. Les échantillons seront composés du PU développé spécifiquement par RAIGI dans le cadre du projet HYBOU et d'un composite fibres de carbone / résine époxy dont chaque pli a été bobiné avec un grand rayon de courbure puis remis à plat afin de réaliser un stratifié. Ce mémoire est divisé en cinq parties :

- La première partie sera une revue bibliographique d'études sur le remplissage rapide de réservoir sous pression et d'études sur l'endommagement des composites. Elle traitera particulièrement des différentes méthodes, directes ou indirectes, de suivi du développement de l'endommagement de stratifiés composites.

- La deuxième partie traitera du banc de fatigue thermomécanique instrumenté qui a été développé au sein du laboratoire pour simuler, sur échantillons, les conditions de remplissage rapide d'un réservoir sous pression. Une validation thermique de ce banc sera notamment présentée dans cette partie et permettra de mesurer les niveaux de températures atteints dans le multicouche polymère/composite.
- La troisième partie permettra d'effectuer la caractérisation mécanique et microstructurale des matériaux constitutifs du multicouche polymère/composite. Une étude des endommagements par émission acoustique sera également présentée. Les caractéristiques mécaniques du pli unidirectionnel du composite seront déterminées.
- La quatrième partie traitera de l'influence de la séquence d'empilement sous sollicitations thermomécaniques. Une étude sur des drapages spécifiques, plus ou moins alternés, présentera notamment l'effet néfaste de la présence de couches épaisses dans le composite sur le comportement mécanique et sur le développement de l'endommagement. Cette partie mettra également en avant la difficulté d'effectuer des essais représentatifs des conditions de service réelles du réservoir : en effet, le banc de fatigue thermomécanique développé permet d'appliquer une contrainte globale uniaxiale alors que l'état de contrainte est biaxial dans un réservoir sous pression. Pour cela, un nouveau drapage "représentatif" des conditions de service du réservoir, avec un chargement uniaxial imposé, a été déterminé par calcul analytique et par calcul éléments finis. Le comportement mécanique et le développement de l'endommagement de ce drapage "représentatif" sous sollicitations thermomécaniques sera ensuite présenté.
- Enfin, la dernière partie visera à découpler les différents paramètres du cycle de fatigue thermomécanique (température, maintien à la charge maximale) afin de mettre en évidence leur influence sur le comportement mécanique et sur le développement de l'endommagement du multicouche polymère/composite. Des mesures de champs de déplacements en fatigue thermomécanique associées à des mesures de champs de température sur le drapage "représentatif" seront

également présentées afin de caractériser le comportement de la partie composite du multicouche.

CHAPITRE I
ETAT DE L'ART

1.1 Sollicitation du réservoir

Dans cette partie sera traitée la sollicitation d'un réservoir de stockage d'hydrogène gazeux. Dans le cas du stockage gazeux, pendant la phase de remplissage rapide, il y a tout d'abord une augmentation des contraintes mécaniques dues à l'augmentation de la pression interne du réservoir et simultanément, une augmentation de la température de l'hydrogène gazeux. Cette augmentation de la température est due à trois phénomènes thermodynamiques [LIU10] :

- l'effet Joule-Thomson négatif qui conduit à une augmentation de la température, dans le cas de l'hydrogène, lors de la détente du gaz dans les dispositifs en amont de l'entrée du réservoir,
- l'énergie cinétique produite par le gaz stocké à une plus haute pression se transforme en énergie interne pendant le processus de remplissage du réservoir,
- la compression du gaz dans le réservoir due à l'introduction du gaz à une pression supérieure provenant de la station de remplissage.

Différentes études sur l'augmentation de la température de l'hydrogène ont été menées ([BAR04], [DIC07], [LIU10], [PRE04], [WER03]). L'influence de différents paramètres a été étudiée en mesurant l'évolution de la température du gaz dans le réservoir à l'aide d'un réseau de thermocouples. Ces mesures expérimentales permettent de valider des modèles qui prédisent ces évolutions de température. Les résultats montrent que plus la pression interne initiale est faible, plus l'augmentation de température est importante. Un exemple de l'influence de la pression initiale sur l'augmentation de la température est présenté sur la figure 1.1. De plus, l'augmentation de température est plus marquée quand la vitesse de remplissage augmente (c'est-à-dire quand le temps de remplissage diminue). De la même manière, Werlen et al [WER03] ont montré que la température maximale atteinte augmente quand le volume du réservoir ou la conductivité thermique du liner diminue ou quand la température ambiante augmente. Barral et al [BAR04] ont également montré que la position du réservoir conduit à des évolutions de température différentes. Notamment, un réservoir en position verticale rempli de bas en haut conduit à des niveaux de température plus élevés qu'un réservoir en position horizontale ou qu'un réservoir en position verticale rempli de haut en bas.

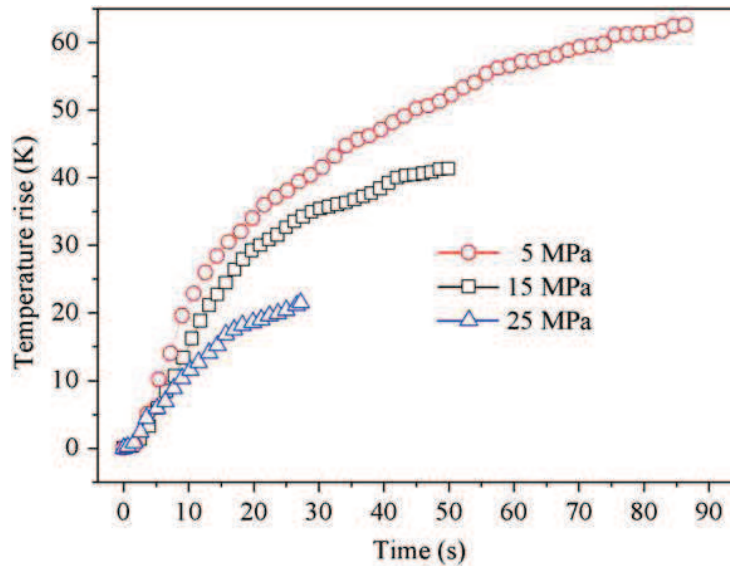


Figure 1.1 : Augmentation de température de l'hydrogène gazeux mesurée en fonction de la pression initiale dans le réservoir [LIU10].

Cette augmentation de température va avoir une influence sur le taux de remplissage final du réservoir. En effet, en refroidissant, la pression en hydrogène va diminuer, comme le montre l'équation (Eq.1.1).

$$PV = mR_E T \times \left(1 + \frac{\alpha P}{T}\right) \quad (\text{Eq.1.1})$$

avec : $\alpha = 1,9155 \times 10^{-6} \text{ K/Pa}$

$R_E = 4124,3 \text{ J/(kgK)}$

A la fin du remplissage, il faut donc une pression supérieure à la pression de service visée afin d'obtenir le taux de remplissage souhaité après retour à l'équilibre. Des algorithmes de contrôle du remplissage rapide ont donc été développés pour optimiser les procédures de remplissage ([LIS04], [PRE04], [PRE06], [ZHE09]). Ceci permet ainsi d'atteindre une autonomie maximale.

1.2 Comportement thermomécanique

Après une brève définition de ce qu'est un stratifié composite, le comportement thermique et la théorie classique des stratifiés seront présentés.

1.2.1 Définition d'un composite

Un matériau composite est un matériau hétérogène composé d'au moins deux matériaux non miscibles. Il est constitué de renforts se trouvant dans une matrice qui les protège. Les renforts vont supporter les efforts mécaniques, la matrice sert de liant et répartit les efforts mécaniques. Le matériau composite a donc des propriétés spécifiques que ses matériaux constitutifs seuls ne possèdent pas. Les renforts peuvent être des fibres courtes ou des fibres longues (carbone, verre, kevlar, fibres végétales,...). Les matrices peuvent être des matrices organiques (thermodurcissables ou thermoplastiques), céramiques ou métalliques.

Dans le cadre de cette étude, les renforts sont des fibres longues de carbone et la matrice est une matrice organique thermodurcissable époxy. Les composites étudiés sont des stratifiés. Il consiste en un empilement de plis unidirectionnels. Sur la figure 1.2 sont présentées les différentes échelles des constituants du composite stratifié.

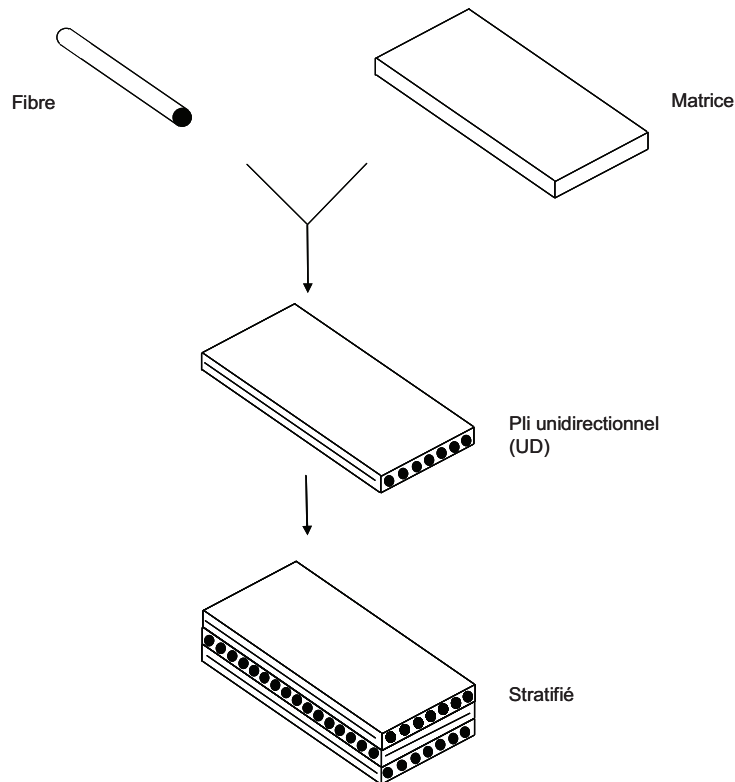


Figure 1.2 : Schéma d'un stratifié composite et de ses matériaux constitutifs.

1.2.2 Comportement thermique

L'élévation de température de l'hydrogène gazeux au cours du remplissage rapide va engendrer une augmentation de la température sur la face liner du multicouche

liner/composite constituant le réservoir sous pression. La différence de température entre l'intérieur et l'extérieur du réservoir va donc engendrer un phénomène de conduction thermique au sein du multicouche. La conduction thermique obéit à la loi de Fourier (Eq.1.2).

$$\vec{\varphi} = -\lambda \cdot \overrightarrow{\text{grad}}(T) \quad (\text{Eq.1.2})$$

avec : $\vec{\varphi}$ = vecteur densité de flux de chaleur

λ = conductivité thermique (W/mK)

La combinaison de cette loi de Fourier avec un bilan d'énergie conduit alors à l'équation de la chaleur (Eq.1.3).

$$\rho c \frac{\partial T}{\partial t} = \text{div}(\lambda \cdot \overrightarrow{\text{grad}}(T)) + \dot{q} \quad (\text{Eq.1.3})$$

avec : ρ = masse volumique (kg/m³)

c = chaleur massique (J/kgK)

\dot{q} = densité volumique de flux généré (W/m³)

Bakaiyan et al ont étudié un tube composite réalisé par enroulement filamentaire soumis à une pression interne et une température interne constante [BAK09]. A partir de l'équation de la chaleur, ils ont pu calculer le gradient de température dans la partie composite.

Pour calculer l'évolution du gradient de température dans le multicouche liner/composite au cours du remplissage rapide d'un réservoir, une analogie peut être réalisée entre la conduction thermique et un réseau électrique. Il est possible alors de calculer l'évolution de la température dans un matériau en considérant, par exemple, une conduction thermique 1D. Pour cela, il faut diviser l'échantillon en volumes finis (figure 1.3) dans lesquels seront étudiés les transferts de chaleur. Les nœuds où seront faits les calculs se situent au centre de ces volumes finis. Simuler l'augmentation de température dans le réservoir revient alors à appliquer une convection "forcée" sur la face interne et une convection naturelle sur la face externe, la difficulté étant de connaître les coefficients d'échange convectif $h_{\text{forcée}}$ et h_{naturel} .

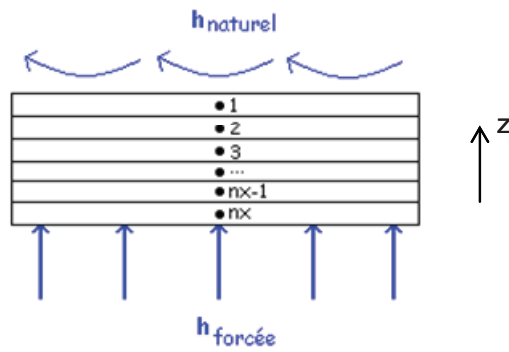


Figure 1.3 : Maillage pour un problème de conduction thermique 1D.

Dans chaque volume fini, il est alors possible de créer un réseau entre les différents nœuds en introduisant une conductance G entre les nœuds (Eq.1.4) et une capacité thermique C associée à un nœud (Eq.1.5).

$$G = \frac{\lambda S}{2d} \quad (\text{Eq.1.4})$$

$$C = \rho \times C_p \times S \times 2d \quad (\text{Eq.1.5})$$

Dans le cas du multicouche étudié, le matériau n'est pas homogène. Il y a le liner et la coque composite. Chaque partie aura donc sa valeur de conductance et sa valeur de capacité thermique pour un calcul 1D suivant l'épaisseur du multicouche (axe z). Le problème de conduction thermique 1D se résume alors à la résolution du réseau présenté sur la figure 1.4.

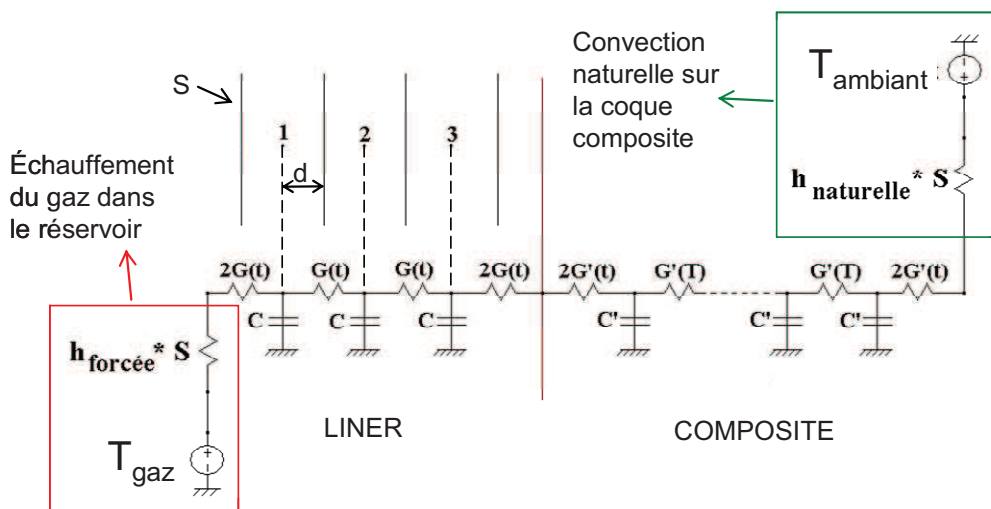


Figure 1.4 : Réseau thermique dans un volume fini pour le calcul 1D.

Pour effectuer un calcul de conduction thermique en 3D, il va donc falloir considérer un réseau tridimensionnel. Un nœud n'aura donc plus deux voisins, comme pour le calcul 1D, mais six voisins. Les valeurs des conductances et des capacités thermiques doivent donc être définies dans les trois directions. Pour le liner, elles seront les mêmes dans les trois directions. Dans le cas du composite, il faut considérer les différents plis unidirectionnels. En effet, les valeurs de conductivité thermique dans la littérature ([BAK09], [HU08], [KAL04]) sont environ dix fois plus élevées dans le sens des fibres que dans le sens transverse aux fibres. Un repère local doit donc être défini pour chaque pli unidirectionnel composant le stratifié composite.

La variation de température aura également une influence sur les matériaux constitutifs du composite : les valeurs de dilatation thermique des fibres et de la matrice sont différentes [HU08], le coefficient de dilatation thermique de la fibre seule étant beaucoup plus faible que celui de la matrice seule.

1.2.3 Comportement mécanique

Dans cette partie, le repère utilisé sera le repère du pli composite avec la direction 1 qui est la direction parallèle aux fibres (figure 1.5).

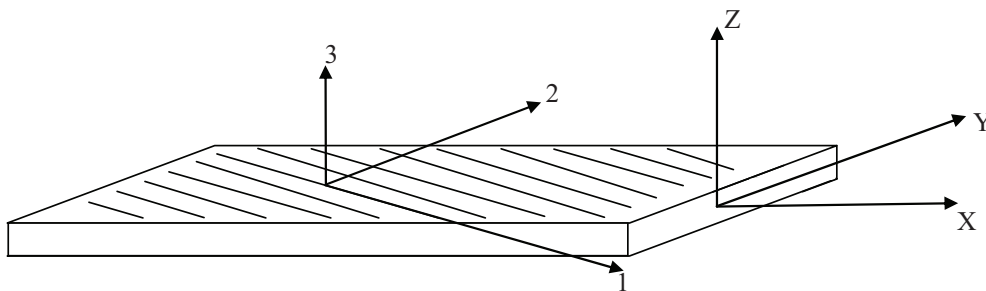


Figure 1.5 : Repères du pli composite.

Les matériaux composites sont soumis à des lois de comportements anisotropes 3D. La relation de comportement entre les déformations et les contraintes est alors :

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{12} \\ \varepsilon_{32} \\ \varepsilon_{31} \\ \varepsilon_{21} \end{bmatrix} = [S_{ijkl}] \begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \\ \sigma_{32} \\ \sigma_{31} \\ \sigma_{21} \end{bmatrix} \quad (\text{Eq.1.6})$$

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

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

$$\sigma_{lk} = \sigma_{kl} \Rightarrow S_{ijkl} = S_{ijlk} \quad (\text{Eq.1.7})$$

$$\varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ji} \Rightarrow S_{ijkl} = S_{jikl} \quad (\text{Eq.1.8})$$

En faisant l'hypothèse que l'épaisseur du pli est négligeable devant les dimensions longitudinale et transversale ($\dim 3 \ll \dim 1 \text{ et } 2$), on obtient un état de contraintes planes et la loi de comportement s'écrit alors :

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{12} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_1} & -\frac{\nu_{21}}{E_2} & 0 \\ -\frac{\nu_{12}}{E_1} & \frac{1}{E_2} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{12} \end{bmatrix} \quad (\text{Eq.1.9})$$

avec : E_1 et E_2 les modules de rigidité dans le sens 1 et 2, G_{12} le module de cisaillement et ν_{12} et ν_{21} les coefficients de Poisson.

Le passage de S_{ijkl} dans le repère du pli (123) à S_{mnpq} dans le repère de la structure (xyz) s'effectue alors grâce à la relation :

$$S_{ijkl} = \cos_i^m \cos_j^n \cos_k^p \cos_l^q S_{mnpq} \quad (\text{Eq.1.10})$$

avec \cos_i^m le cosinus de l'angle formé par les deux vecteurs unitaires m et i

1.3 Endommagements des composites

Du fait de l'hétérogénéité et de l'anisotropie du composite, une sollicitation de ce matériau va pouvoir conduire à différents mécanismes d'endommagement. Ces endommagements peuvent être des décohésions fibres/matrice, de la fissuration matricielle, des délaminages et des ruptures de fibres. Un schéma des différents types d'endommagement est présenté sur la figure 1.6.

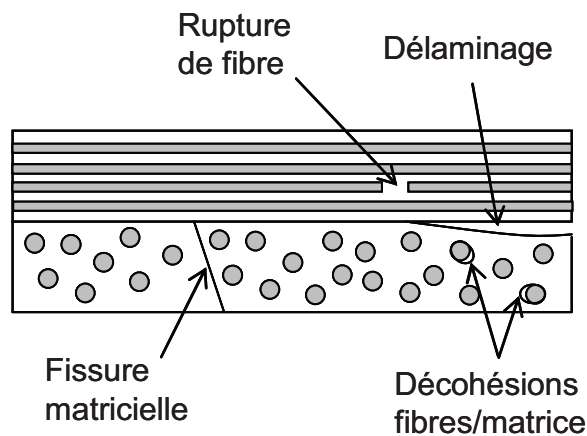


Figure 1.6 : Schéma des différents types d'endommagement d'un stratifié composite.

Différentes méthodes permettent de caractériser directement l'endommagement comme l'observation au microscope optique ou l'observation par RX. D'autres méthodes indirectes de caractérisation permettent de suivre l'endommagement d'un composite comme le suivi par émission acoustique ou encore la corrélation d'images.

1.3.1 Mécanismes d'endommagement

Fissuration matricielle

La fissuration matricielle transverse va apparaître dans les plis dont les fibres sont fortement désorientées par rapport à l'axe de sollicitation du composite. Les fissures traversent les couches dans leur épaisseur et suivent la direction des fibres car la matrice est beaucoup moins résistante que les fibres.

De nombreuses études ont été effectuées sur le développement de la fissuration matricielle. Par exemple, il a été montré que des microfissures peuvent se développer à partir

de décohésions fibres/matrice dans un composite carbone/époxy sous sollicitation de cyclage thermique [LAF04].

L'influence de la séquence d'empilement a également été mise en évidence sur le développement de la fissuration matricielle. Notamment, la présence de couches fortement désorientées par rapport à l'axe de sollicitation (généralement des couches à 90°) favorise le développement de la fissuration matricielle lorsque leur épaisseur augmente ([HEN92], [KUM06] et [OGI99])

Délamination

Le délamination est un endommagement interlaminaire qui conduit à une décohésion, plus ou moins étendue, de deux couches d'orientations différentes. Le délamination s'amorce au niveau des bords libres en présence de fortes contraintes intralaminaires ou peut être dû à une saturation des fissures transverses. Le délamination se développe également aux pointes de fissures transverses ([TAK95], [HAL08]) à cause de la zone de surcontrainte créée par celles-ci.

Rupture de fibres

La résistance de la fibre étant très élevée, il faut une forte sollicitation dans l'axe de la fibre pour mener celle-ci à la rupture. Les ruptures de fibres n'interviennent en général qu'en fin de vie du stratifié composite juste avant la rupture macroscopique. C'est le mode d'endommagement le plus dangereux pour la structure.

Par exemple, Blassiau et al ont étudié les ruptures de fibres dans des réservoirs sous pression réalisés par enroulement filamentaire afin de pouvoir déterminer la durée de vie minimum restant après des périodes de service [BLA08].

1.3.2 Méthodes directes de caractérisation

Différentes méthodes existent pour caractériser l'endommagement d'un stratifié composite. Il y a des méthodes qui permettent de suivre l'endommagement en l'observant directement comme l'observation microscopique ou la radiographie X.

1.3.2.1 Microscopie optique

La méthode la plus simple de caractérisation de l'endommagement est l'observation directe de celui-ci. Cette observation peut être effectuée à l'aide d'un microscope optique. Ce type de caractérisation est souvent employé car il permet d'obtenir simplement une observation directe de l'endommagement. Cette méthode nécessite une préparation par polissage de la surface à observer. Elle permet d'observer l'endommagement sur la tranche des éprouvettes testées. Sur la figure 1.7 sont présentés des exemples d'observation de l'endommagement d'un stratifié composite par microscopie optique.

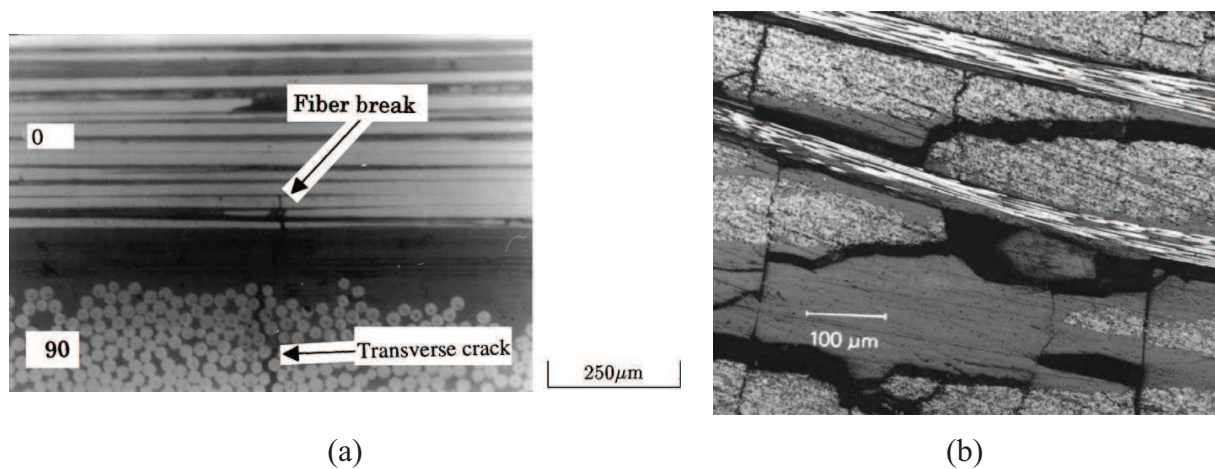


Figure 1.7 : Observations microscopiques de l'endommagement de stratifiés composites : (a) fissuration transverse et rupture de fibres [KOB02] et (b) délaminages et fissures transverses [DAV10].

1.3.2.2 Radiographie X

La radiographie X est également une méthode directe de visualisation de l'endommagement. Elle permet de détecter des fissures transverses ainsi que d'évaluer des surfaces de délaminage. Afin de faire apparaître les endommagements, il est nécessaire d'utiliser un opacifiant aux rayons X. Celui-ci est déposé sur les bords libres de l'éprouvette et pénètre par capillarité dans les endommagements débouchants. Des exemples de clichés X sont présentés sur la figure 1.8.



Figure 1.8 : Radiographies X de stratifiés composites : (a) fissures matricielles [ROU05] et (b) fissures matricielles et délaminages [HU10].

1.3.3 Méthodes indirectes de caractérisation

D'autres méthodes de suivi d'essai qui permettent de caractériser indirectement l'endommagement existent comme, par exemple, le suivi par émission acoustique ou la mesure de champs de déplacements par corrélation d'images.

1.3.3.1 Emission acoustique

Le suivi par émission acoustique d'un essai permet la détection de l'apparition ou de l'évolution d'endommagements via les ondes acoustiques générés par ceux-ci. L'étude des enregistrements acoustiques peut être une voie pour caractériser l'endommagement d'un stratifié composite.

1.3.3.1.1 Généralités

L'émission acoustique est un phénomène de libération d'énergie sous formes d'ondes élastiques transitoires au sein d'un matériau soumis à sollicitation [AFN]. Elles résultent de micro-déplacements locaux internes à un matériau. Cette méthode est donc sensible, en temps réel, aux défauts évolutifs et aux transformations irréversibles, et non aux défauts passifs : la structure doit être sous contrainte au cours de la détection.

Les capteurs utilisés pour détecter les événements d'émission acoustique sont généralement de type piézoélectrique : les ondes mécaniques dans le matériau vont être transformées en signaux électriques. En général, un couplant acoustique (par exemple un gel

silicone) est utilisé pour assurer une bonne transmission des ondes mécaniques entre la structure testée et le capteur. Une localisation des sources d'émissions acoustiques est également possible en utilisant plusieurs capteurs (par exemple, une localisation linéaire avec deux capteurs).

Effet Kaiser et rapport Felicity

L'émission acoustique générée par un défaut évolutif est irréversible. Cette irréversibilité se traduit par l'effet Kaiser : pour une structure déjà sollicitée, aucune activité acoustique ne sera détectée tant que le niveau de contrainte ne dépasse pas le niveau maximal de contrainte atteint précédemment (figure 1.9). Ainsi, si la structure a déjà atteint la charge maximale P , l'activité acoustique ne redémarrera, selon l'effet Kaiser, que pour une charge $P' > P$. Si la structure est déjà endommagée, P' est inférieur à P et on peut alors définir le rapport Felicity par $R_{Fel} = P'/P < 1$

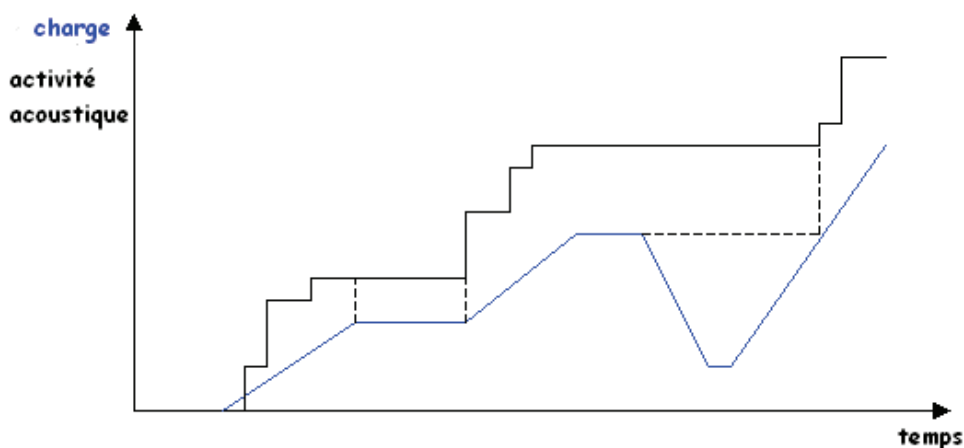


Figure 1.9 : Schéma de mise en évidence de l'effet Kaiser.

Sources d'émission acoustique

Il existe deux types d'émission acoustique : l'émission par salves et l'émission continue. L'émission par salves se caractérise par des événements acoustiques ayant une forme oscillatoire. L'émission continue se manifeste par une augmentation du bruit de fond quand les salves d'émission acoustique, très nombreuses, se superposent. L'endommagement des matériaux composite se manifeste par une émission acoustique par salves.

De nombreux phénomènes physiques peuvent être source d'émission acoustique :

- déformation plastique, mouvement de dislocations, maclage, glissement aux joints de grains, formation de bande de Piobert-Lüders,
- ruptures d'inclusions ou de composé intermétalliques, transformations de phase,
- amorçage et propagation de fissures (contraintes statiques, fatigue, ...),
- fragilisation par l'hydrogène, corrosion localisée,
- endommagement des matériaux composites et béton (microfissuration de la matrice, délaminage, rupture d'interface, rupture de fibres, ...),
- frottement, impact mécanique,
- bruits extérieur aux essais.

Paramètres d'émission acoustique

La détection des événements d'émission acoustique est effectuée par rapport à un seuil au dessous duquel aucune salve n'est enregistrée. Il est, en général, légèrement supérieur au bruit de fond. Le seuil sert également à définir certains paramètres de salves.

Les paramètres caractérisant une salve d'émission acoustique sont nombreux. Les principaux paramètres, présentés sur la figure 1.10, sont les suivants :

- La durée (en μs) : c'est le temps écoulé entre le premier et le dernier dépassement de seuil de la salve.
- L'amplitude (en dB_{EA}) : elle est définie comme l'amplitude maximale atteinte pendant la durée de la salve.
- Le temps de montée (en μs) : c'est le temps écoulé entre le premier dépassement de seuil et l'instant où l'amplitude maximale est atteinte.
- Le nombre de coups (sans unité) : c'est le nombre de dépassements de seuil pendant toute la durée de la salve.
- L'énergie (en $\text{aJ} = 10^{-18}\text{J}$) : elle correspond à l'intégrale du signal au carré sur la durée de la salve.

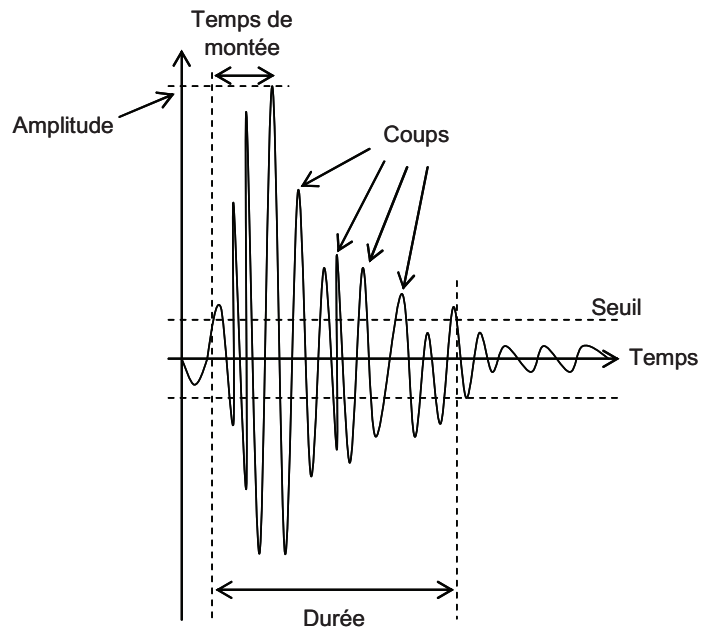


Figure 1.10 : Principaux paramètres d'émission acoustique calculés sur une salve.

1.3.3.1.2 Analyse des données d'émission acoustique

Certaines études utilisent la technique d'émission acoustique au cours d'un essai comme paramètre pour suivre l'apparition et l'évolution de l'endommagement ([HAR98], [BLA05], [BLA08], [BOU07], [BOU07a],...). Par exemple, Harry et al [HAR98] ont utilisé le nombre cumulé d'événements acoustiques pour détecter l'amorçage de délaminages dans des stratifiés composite carbone/époxy.

L'apparition ou l'évolution d'un endommagement génère des salves d'émission acoustique qui contiennent un grand nombre de paramètres. La difficulté est alors d'associer un type d'endommagement aux événements acoustiques enregistrés au cours d'un essai. Différentes voies d'analyse des données d'émission acoustique existent : l'analyse spectrale et l'analyse paramétrique ou multiparamétrique.

Analyse spectrale

L'analyse spectrale des formes d'onde utilise la transformée de Fourier. Elle permet de décomposer une fonction quelconque non périodique $f(t)$ en la "somme" de fonctions

sinusoïdales simples $F(v)$ (Eq.1.11). Cela permet ainsi d'extraire une fréquence propre à un phénomène émissif.

$$F(v) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(t) \cdot e^{-j2\pi vt} dt \quad (\text{Eq.1.11})$$

De nombreuses études ont été effectuées sur le contenu fréquentiel des salves d'émission acoustique ([BOH00], [MAD00], [GRO95], [GIO98],...). La même hiérarchie est souvent observée : pour une échelle de fréquences croissantes, on peut associer aux événements acoustiques la fissuration matricielle, puis les pull-out, puis les décohésions et enfin les ruptures de fibres. Néanmoins, les gammes de fréquences obtenues varient selon le matériau ou le type d'essai étudié

Par exemple, de Groot et al [GRO95] ont utilisé différents essais, sur différentes éprouvettes en composite carbone/époxy et en résine époxy seule, pour associer des bandes de fréquences des salves d'émission acoustique aux différents endommagements. Des essais sur de la résine seule ont ainsi permis de mettre en évidence des fréquences entre 90kHz et 180kHz. D'autres essais sur composite ont permis d'associer les pull-out à la gamme de fréquences [180kHz – 240kHz], les décohésions à la gamme [240kHz – 300kHz] et les ruptures de fibres aux fréquences supérieures à 300kHz.

Analyse paramétrique

L'analyse paramétrique consiste à étudier un paramètre des salves d'émission acoustique afin de déterminer différentes gammes associées aux différents endommagements du composite. L'amplitude des salves est un des paramètres le plus étudié ([GON98], [VIL98], [BAR94], [BON10]).

Barré et al [BAR94] ont ainsi pu identifier différents types d'endommagement sur des composites à fibres de verre courtes et matrice polypropylène sollicités en traction statique et en fatigue. La fissuration matricielle correspond aux faibles amplitudes [40dB - 55dB], les décohésions à la gamme d'amplitudes [60dB - 65dB], les pull-out à la gamme [65dB – 85dB] et les ruptures de fibres aux fortes amplitudes [85dB - 95dB].

Huguet et al. [HUG02] ont étudié un composite fibres de verre à matrice polyester sollicité en traction à 45° et 90° et la résine seule sollicitée en traction. La fissuration matricielle a été attribuée aux signaux d'amplitudes les plus faibles (55 à 70dB) et les décohésions aux signaux d'amplitudes plus fortes (70 à 90 dB). Des essais de traction sur des composites monofilamentaires à matrice polyester / fibre de verre ont permis de mettre en évidence des signaux de fortes amplitudes centrées sur 85dB pour les ruptures de fibres.

Il peut donc y avoir des recouvrements des gammes d'amplitudes pour des types d'endommagements différents. Une analyse multiparamétrique peut être une solution pour associer les salves d'émission acoustique aux différents types d'endommagements.

Analyse statistique multiparamétrique

Pour l'analyse statistique multiparamétrique, chaque événement d'émission acoustique est représenté par un vecteur dont les coordonnées sont les différents paramètres de la salve acoustique. Différentes méthodes de classification existent. Certains auteurs combinent plusieurs méthodes pour classer les données d'émission acoustique ([MOM09], [HUG02], [GOD03]). La classification des vecteurs en plusieurs populations d'événements peut être effectuée selon un mode supervisé ou non.

Les méthodes supervisées s'appuient sur un apprentissage qui nécessite des données d'apprentissage. Les classes sont ainsi connues et les vecteurs à classer y sont affectés. Par exemple, les k-plus proches voisins et l'analyse discriminante de Fisher sont des méthodes supervisées.

Les méthodes non supervisées ne nécessitent pas d'apprentissage, la classification est basée sur la structure propre des données. Par exemple, les k-moyennes et le réseau de neurone de Kohonen sont des méthodes non supervisées.

La méthode des k-moyennes [LIK02] permet de séparer les données en un nombre de classes choisi préalablement par l'utilisateur. Cette méthode itérative consiste à associer les données à des classes définies initialement aléatoirement. Avant chaque itération, les centres des classes sont calculés à partir des données classées à l'itération précédente jusqu'à ce que les centres des différentes classes soient stables.

Par exemple, Huguet et al ([HUG02], [GOD03]) ont utilisé cette méthode pour classer les données d'émission acoustique enregistrés au cours d'essai de traction sur des composites fibres de verre à matrice polyester. La classification établie a ensuite servi de données d'apprentissage pour une classification par la méthode des k-plus proches voisins.

1.3.3.2 Corrélation d'images

Les méthodes de mesures de champs ont de nombreuses applications pour caractériser le comportement mécanique, pour détecter des hétérogénéités ou encore pour valider des modèles [GRE04].

En particulier, la technique de corrélation d'images en lumière blanche est une technique qui permet de mesurer des champs de déplacements au cours d'un essai avec une certaine facilité de mise en œuvre. Les champs de déplacements mesurés sont la somme du déplacement matériau et du déplacement d'ensemble. Les coordonnées d'un point M entre un instant t et un instant t' sont alors :

$$\begin{cases} x' = x + u + U \\ y' = y + v + V \\ z' = z + w + W \end{cases} \quad (\text{Eq.1.12})$$

avec : x, y et z les coordonnées du point M à l'instant t
 x', y' et z' les coordonnées du point M à l'instant t'
 (u, v, w) le vecteur déplacement matériau entre t et t'
 (U, V, W) le vecteur déplacement d'ensemble entre t et t'.

Cette technique est basée sur une distribution aléatoire, naturelle ou artificielle, en niveaux de gris sur la surface de l'éprouvette à étudier. Les champs de déplacements sont déterminés entre deux photos prises à différents niveaux de déformation de l'éprouvette. Les images sont divisées en fenêtres qui correspondent aux "points" de mesure des déplacements, les déplacements mesurés pour une fenêtre étant attribués au centre de celle-ci. Il est nécessaire de bien choisir les paramètres de corrélation tels que la taille des fenêtres de corrélation, la taille des grains (dans le cas de l'utilisation d'un mouchetis), le seuil de corrélation,... [BRI02] Les champs de déformations peuvent être déduits par dérivation des champs de déplacements (ce qui permet d'éliminer la composante due au déplacement d'ensemble et donc de ne tenir compte que du déplacement matériau). La méthode peut être

appliquée sur de nombreux matériaux et pour différents types de sollicitations [LAG04]. De nombreuses études ([ALM08], [LEV09], [LAG05], [PER09]) ont utilisé cette méthode.

Par exemple, Lecomte-Grosbras et al ([LEC09], [LEC09a]) ont étudié les effets de bord pour comprendre leur rôle sur le délaminage. Pour cela, les gradients de déplacement et les déformations de cisaillement au niveau des interfaces entre les plis (notamment entre ceux à $+15^\circ/-15^\circ$) ont été étudiés par la méthode de corrélation d'images. La distribution aléatoire de niveaux de gris a été obtenue avec les fibres et la matrice grâce à un polissage optimisé de la surface étudiée. Les résultats montrent une concentration de déformations de cisaillement au niveau des interfaces entre les plis.

Moutrille et al [MOU09] ont étudié un assemblage collé (colle époxy) composite/aluminium. Les champs de déformation de cisaillement ont été mesurés dans la colle et ont montré une bonne correspondance avec les résultats d'un calcul éléments finis. Ils ont montré que ces déformations diminuent quand on s'éloigne du bord libre. Cette étude a également permis de mettre en avant une influence des défauts dans la colle sur les champs de déformation.

El Bartali et al [ELB08] ont aussi montré que la corrélation d'images permet de déceler l'amorçage d'une fissure avant son apparition en mettant en évidence une discontinuité de champ.

CHAPITRE II

DEVELOPPEMENT D'UN BANC DE FATIGUE

THERMOMECHANIQUE INSTRUMENTE

Afin de simuler le remplissage rapide d'un réservoir à 700 bars d'hydrogène, un banc original de fatigue thermomécanique instrumenté a été développé au laboratoire. Il permet de s'approcher des conditions réelles de remplissage en reproduisant de façon cyclique une augmentation simultanée des contraintes et de la température dans le multicouche. Ce banc de fatigue a été validé en effectuant des tests de cyclage thermique et thermomécanique sur des multicouches polymère/composite.

2.1 Conception

Les essais de fatigue thermomécanique n'ont pas été effectués sur des structures réservoirs mais sur des éprouvettes simples. La géométrie de ces éprouvettes est présentée sur la figure 2.1. Elles sont composées d'une partie composite (fibres longues de carbone / matrice époxy) et d'une partie liner polymère (en polyuréthane) comme les multicouches utilisés pour la réalisation des réservoirs. Ces éprouvettes ont été testées sur le banc de fatigue thermomécanique développé au laboratoire.

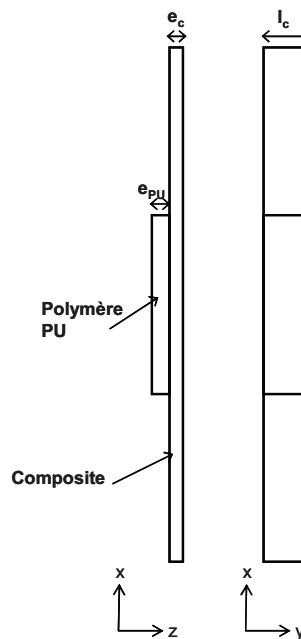


Figure 2.1 : Eprouvettes multicouches utilisées pour les essais de fatigue thermomécanique.

Pour la partie mécanique, une machine hydraulique de fatigue INSTRON 1251, avec une cellule de force de 100kN, a été utilisée avec des mors à serrage manuel par un système de vis. Le serrage de l'éprouvette dans ces mors est contrôlé par une clé dynamométrique et la charge appliquée sur l'éprouvette au cours du serrage est limitée à 200N. Le serrage a été

optimisé afin de diminuer les concentrations de contraintes au bord des mors. Pour cela, un gradient de serrage a été appliqué à l'aide de la clé dynamométrique : le couple de serrage appliqué diminue lorsque l'on s'approche du bord du mors.

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

Les deux parties (mécanique et thermique) du banc d'essai sont asservies afin d'assurer leur synchronisation. La partie thermique du banc est déclenchée par la partie mécanique à partir d'un niveau seuil de contrainte appliqué sur l'échantillon. Un schéma du dispositif expérimental est présenté sur la figure 2.2.

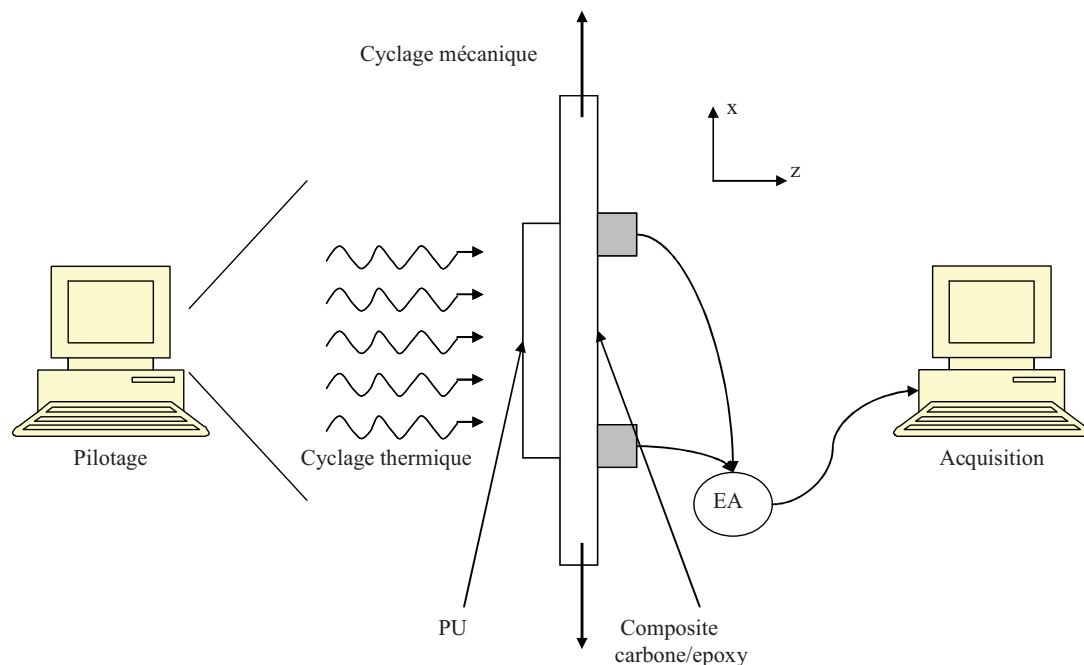


Figure 2.2 : Schéma du banc de fatigue instrumenté.

2.2 Instrumentation du banc

Afin de suivre les essais réalisés à l'aide de ce banc de fatigue thermomécanique, différentes techniques ont été utilisées pour caractériser le comportement du multicouche ainsi que ses mécanismes d'endommagements. Des techniques de suivi du développement de l'endommagement ont été mises en place : en cours d'essai avec des suivis par émission acoustique et, au cours d'arrêts pendant l'essai, par des observations microscopiques sur une tranche polie de l'éprouvette ainsi que des observations par radiographie X. Des mesures

simultanées de champs thermiques par caméra infrarouge et de champs cinématiques par corrélation d'images ont également été réalisées, en cours d'essai, afin de décrire le comportement du matériau multicouche étudié. Une photo du banc de fatigue thermomécanique instrumenté est présentée sur la figure 2.3.

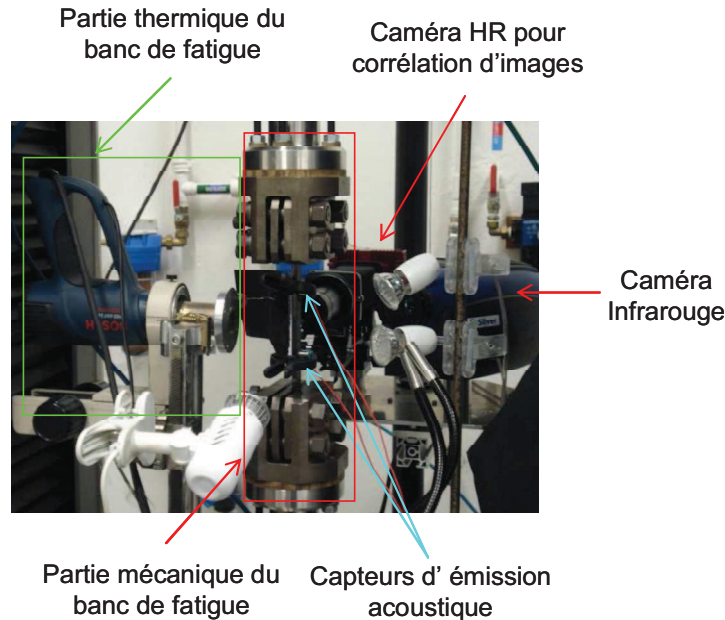


Figure 2.3 : Photo du banc de fatigue instrumenté avec émission acoustique, caméra infrarouge et caméra haute résolution pour la corrélation d'images.

2.2.1 Observations microscopiques

Les observations microscopiques des matériaux étudiés ont été effectuées sur un microscope optique Mef3 de la marque Reichert-Jung. Ce microscope est couplé à une caméra numérique qui permet d'acquérir des photos des observations réalisées via le logiciel IM50. La plage de grossissement disponible pour ce microscope est de x2 à x1800. Les mesures d'échelle sont réalisées à l'aide de mires.

Afin de réaliser des observations de qualité avant et au cours des essais, un polissage préalable des zones à observer est nécessaire. La tranche des éprouvettes testées a donc été polie avant les essais. Pour cela, une polisseuse Pedemax-2 et une polisseuse Planopol de Struers ont été utilisées avec des papiers abrasifs de granulométrie de plus en plus fine allant d'une granulométrie de 320 jusqu'au spray diamanté de $1\mu\text{m}$. La longueur des éprouvettes (250mm) ne permettant pas d'utiliser la fonction polissage semi-automatique, le polissage effectué est donc manuel, l'éprouvette polie étant maintenue entre deux supports afin de polir

dans le plan (x,z) défini sur la figure 2.1. La vitesse de rotation du drap de polissage a été choisie à 150tr/min

2.2.2 Radiographie X

La technique de radiographie X permet l'observation des endommagements (fissures et délaminages) au cœur du multicouche testé. Afin de pouvoir distinguer ces endommagements, un produit opaque aux rayons X à base d'Iodure de zinc est utilisé. Après imprégnation des éprouvettes à radiographier, le produit pénètre par capillarité dans les endommagements débouchants et les rend donc visibles sur le cliché par absorption des rayons X. Avec cette technique, la visualisation des différents endommagements se fait par projection sur un même plan. Lorsque des couches de même orientation sont endommagées, il n'est donc pas possible de savoir dans quelle couche se situe l'endommagement ou s'il y a superposition de plusieurs endommagements comme présenté sur la figure 2.4.

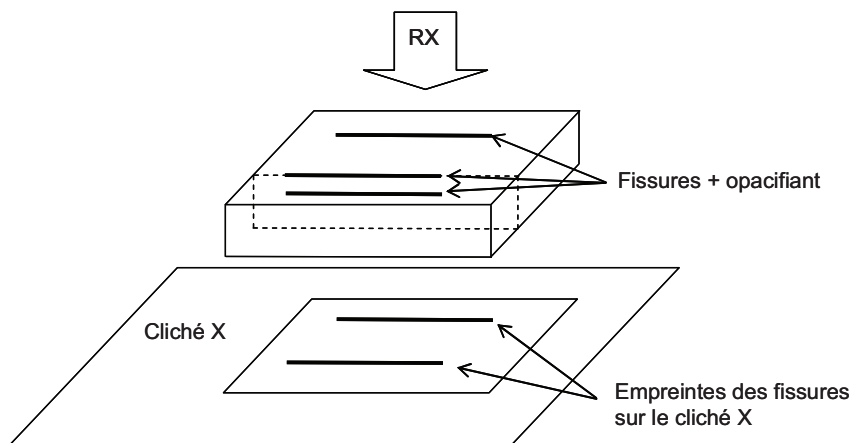


Figure 2.4 : Principe de la radiographie X.

Le produit opacifiant utilisé se compose de :

- 60 g d'Iodure de Zinc
- 10 mL d'eau distillée
- 10 mL d'alcool isopropylique
- quelques gouttes de mouillant photoflow

Pour réaliser les clichés, un tube à rayons X Pentak HF 100 de marque ANDREX a été utilisé. Il possède une puissance de sortie de 3kW, une tension maximale de 100kV, une intensité maximale de 80mA et un double foyer (3 et 0,4 mm).

Les conditions d'imprégnation et d'exposition des éprouvettes sont les suivantes :

- temps d'imprégnation : une nuit
- tension : 15kV
- intensité : 35mA
- foyer : gros foyer 3x3mm²
- temps de prise de vue : 1 min (pour une épaisseur de 6 mm de composite)

2.2.3 Emission acoustique

L'acquisition de l'émission acoustique est effectuée via le système PCI-2 de Physical Acoustics. Deux capteurs de type résonant (PAC micro80) d'un diamètre de 10 mm enregistrent les signaux d'émission acoustique. Ces capteurs présentent une sensibilité importante sur la bande de fréquence 100kHz – 1 MHz ainsi qu'un pic de résonance vers 300 kHz. Deux préamplificateurs de 40dB sont situés entre les capteurs et la carte d'acquisition. Des entrées paramétriques permettent également d'acquérir la charge, la position de la traverse mobile ou encore une mesure par extensomètre.

Les capteurs sont positionnés sur la face composite de l'éprouvette comme montré sur la figure 2.2. Le couplage est assuré par un gel silicone et le maintien des capteurs sur l'éprouvette est effectué par pression à l'aide de pinces.

Au cours des essais, seuls les échos localisés entre les deux capteurs sont enregistrés afin d'éliminer les échos parasites provenant de bruits extérieurs (machine d'essai, environnement,...). Pour cela, il est nécessaire de mesurer la vitesse des ondes au sein des éprouvettes testées. Cette mesure est effectuée à l'aide de sources Hsu-Nielsen simulées par des ruptures de mines de graphite, en mesurant la distance et la différence de temps de détection entre les deux capteurs.

Un PDT (Peak Definition Time) de 200µs, un HDT (Hit Definition Time) de 800µs et un HLT (Hit Lockout Time) de 1000µs ont été choisis. Ces valeurs sont des fenêtres temporelles qui permettent de définir respectivement le temps de montée et l'amplitude maximale d'une salve, la durée totale d'une salve et le temps d'aveuglement du système afin de ne pas détecter d'échos secondaires. Seuls les échos ayant une amplitude supérieure au

seuil d'acquisition choisi sont enregistrés. La valeur du seuil est définie de manière à ne détecter aucune salve lorsque l'éprouvette n'est pas sous sollicitation.

Sur la zone d'écoute étudiée, l'atténuation des ondes reste négligeable (de l'ordre de 3 à 4 dB). Les salves d'émission acoustique sont enregistrées en temps réel ainsi que certains paramètres relatifs à ces salves : l'amplitude (en dB), le temps de montée (en μ s), la durée (en μ s), le nombre de coups, l'énergie (en attoJoule (aJ) : $1\text{aJ}=10^{-18}\text{J}$).

2.2.4 Caméra infrarouge

Les mesures de champ de température ont été effectuées avec une caméra infrarouge Cedip Silver équipé d'un refroidisseur Stirling intégré. Le détecteur à un format de 320 px par 256 px et une sensibilité de 20mK. La résolution est de $240\mu\text{m}/\text{px}$ ce qui permet de pouvoir observer toute l'épaisseur de l'éprouvette (PU + Composite). Une fréquence d'acquisition de 1Hz a été utilisée. La caméra a été étalonnée sur la gamme de température $15^\circ\text{C} - 150^\circ\text{C}$ pour les essais sur le multicouche polymère/composite. Avant de tester les éprouvettes, l'émissivité est uniformisée par l'application d'une fine couche de peinture noire, d'émissivité voisine de 1, déposée sur la tranche de l'éprouvette.

2.2.5 Mesure de champ de déplacement par corrélation d'images

Pour la technique de corrélation d'images, une caméra CCD numérique MEGAPLUS EC11000-C haute résolution de chez Princeton Instruments a été utilisée. Le capteur de dimension $36\times 24\text{ mm}^2$ possède une résolution de 11 Mpx (4008×2672). La caméra est équipée d'un objectif avec un soufflet permettant d'avoir un grandissement jusqu'à x3 lorsque le soufflet est totalement déployé. La distance de travail entre l'éprouvette et l'objectif de la caméra est d'environ 7cm.

Un mouchetis artificiel a été utilisé. C'est une peinture commercialisée en bombe et déposée par projection sur la tranche de l'éprouvette. La taille du grain pour ce mouchetis est de l'ordre de $10\mu\text{m}$ ce qui représente 3 à 4 px sur les images enregistrées, avec le soufflet de la caméra totalement déployé. Les mouchetis utilisés permettent ainsi d'avoir une distribution aléatoire en niveaux de gris sur les images enregistrées.

Les points de mesures du champ de déplacement sont générés sous Abaqus CAE. La géométrie de l'éprouvette prise sur les images enregistrées est modélisée et un maillage est créé. Les points de mesures de déplacement pour le logiciel de corrélation d'images sont les

nœuds de ce maillage. La corrélation d'image est réalisée via le logiciel Granu développé au sein du laboratoire. Le logiciel subdivise les images analysées en petites fenêtres de $N \times N$ px² centrées sur les nœuds du maillage (qui seront les "points" de mesure) généré sous Abaqus. Considérons une fenêtre f_P dans la première image et centrée sur un point P de coordonnées (x_P, y_P) . Les pixels de cette fenêtre auront les coordonnées (x_P+i, y_P+j) avec i et j compris entre $-N/2$ et $N/2$. Chaque pixel est défini par son niveau de gris $I_{f_P}(x_P+i, y_P+j)$. Cette fenêtre f_P va être comparée par corrélation d'images à une fenêtre f_M centré sur un point M de coordonnée (x_M, y_M) sur la seconde image. Le vecteur déplacement entre les deux images est obtenu en maximisant le coefficient de corrélation $C_P(M)$ entre les fenêtres f_P et f_M (Eq.2.1), les coordonnées du point M devenant alors (x_P+u_P, y_P+v_P) :

$$C_P(M) = \frac{C_i(f_P, f_M)}{\sqrt{C_a(f_P) \cdot C_a(f_M)}} \quad (\text{Eq.2.1})$$

avec C_i et C_a qui sont respectivement les fonctions d'intercorrélation et d'autocorrélation définies par :

$$C_i(f_P, f_M) = \sum_{i=-\frac{N}{2}}^{\frac{N}{2}} \sum_{j=-\frac{N}{2}}^{\frac{N}{2}} I_{f_P}(x_P+i, y_P+j) \cdot I_{f_M}(x_P+i+u_P, y_P+j+v_P) \quad (\text{Eq.2.2})$$

$$C_a(f_Q) = \frac{1}{N^2} \sum_{i=-\frac{N}{2}}^{\frac{N}{2}} \sum_{j=-\frac{N}{2}}^{\frac{N}{2}} I_{f_Q}(x_Q+i, y_Q+j) \cdot I_{f_Q}(x_Q+i, y_Q+j) \quad (\text{Eq.2.3})$$

où Q est un point de coordonnées (x_Q, y_Q) .

Les valeurs de déplacement sont alors affectées au point P, centre de la fenêtre f_P . La répartition des fenêtres de corrélation est choisie lorsque que l'on crée le maillage et la taille de ces fenêtres est choisie dans le logiciel Granu.

Pour l'étude réalisée ici, la taille des fenêtres est de 60px par 60px c'est-à-dire de 156µm par 156µm. La distance entre les centres des fenêtres est de 25px (c'est-à-dire 65 µm) dans la direction de l'épaisseur du multicouche (axe z) et de 50px (c'est-à-dire 130 µm) dans la direction de l'axe de sollicitation (axe x). Un schéma des fenêtres et de la répartition des centres est présenté figure 2.5.

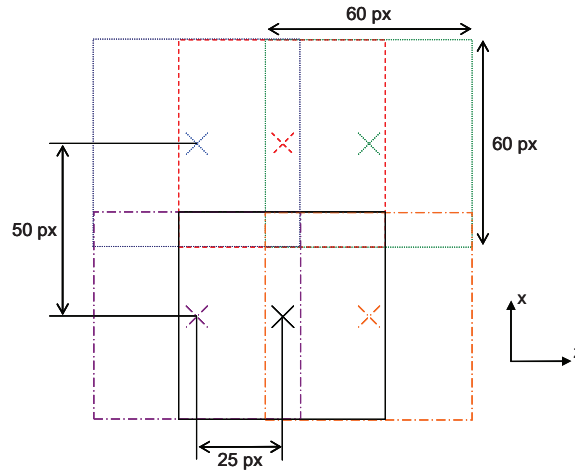


Figure 2.5 : Schéma des paramètres géométriques de corrélation.

Le logiciel de corrélation génère un fichier .inp qui permet de pouvoir visualiser les champs de déplacement sous Abaqus CAE. Par dérivation de ces champs de déplacements dans Abaqus, on peut alors visualiser les champs de déformations dans le plan de la tranche de l'éprouvette.

2.3 Validation

Afin de valider le banc de fatigue thermomécanique, une étude du comportement purement thermique du multicouche a tout d'abord été effectuée puis le couplage entre la partie thermique et la partie mécanique du banc de fatigue a été contrôlé afin de s'assurer de la bonne synchronisation des deux parties. La validation thermique a permis de caractériser la capacité d'isolation thermique du liner polymère et d'estimer les niveaux de température atteints dans la partie composite au cours du cyclage. Cette validation a tout d'abord été effectuée sur des plaques carrées de multicouches polymère/composite puis sur des éprouvettes ayant la même géométrie que les éprouvettes testées en fatigue thermomécanique.

2.3.1 Validation thermique sur plaques carrées

La première phase de validation a été effectuée en réalisant des tests de cyclage thermique sur des plaques carrées de multicouches polymère/composite. Les échantillons utilisés sont composés d'une partie en composite et d'une partie liner polymère en polyuréthane collée sur le composite à l'aide d'une colle époxy. La partie composite est un tissu satin 5 fibres de carbone matrice époxy. Les fibres de carbone sont orientées à 0° et 90°.

Les échantillons testés sont des carrés de dimensions 50x50mm². Des épaisseurs de liner polymère de 3mm, 5mm et 8mm ainsi que des épaisseurs de 3mm et 6mm de composite ont été testées. Un échantillon composé de x mm de PU et de y mm de composite sera nommé PUxCy par la suite.

Un cycle de température représentant un remplissage rapide du réservoir en deux minutes a été utilisé pour cette validation thermique. La température maximale de 150°C est atteinte à la fin du remplissage rapide (2 minutes). Un maintien en température de 15 secondes est ensuite effectué. Enfin un refroidissement jusqu'à 30°C est effectué en deux temps : un refroidissement à 0,6°C/min jusqu'à 60°C puis un refroidissement jusqu'à 30°C à 0,2°C/min. Le cycle de température appliqué est représenté sur la figure 2.6. Ce cycle a été déterminé à partir du cahier des charges du projet HYBOU rédigé par AIR LIQUIDE et également afin d'obtenir une durée de cycle acceptable de manière à ne pas conduire à des essais de fatigue thermomécanique extrêmement long : avec ce cycle, 1000 cycles représentent plus de six jours d'essais en continu, c'est-à-dire sans tenir compte des différents arrêts à effectuer en cours d'essai.

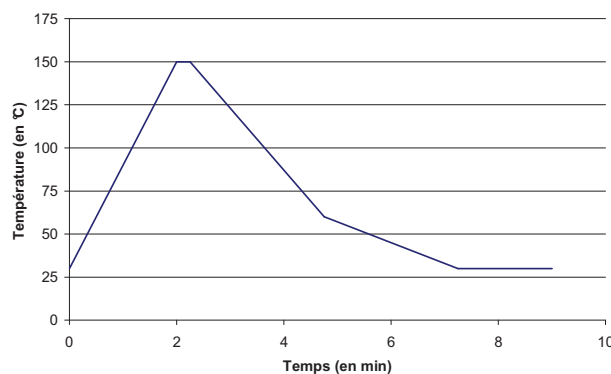


Figure 2.6 : Cycle thermique utilisé pour la validation thermique du banc.

2.3.1.1 Mesure d'une zone d'homogénéité du champ de température

La première étape de la validation thermique du banc a été de caractériser l'homogénéité du champ de température. Pour cela, des thermocouples de type K ont été utilisés pour mesurer l'évolution de la température au niveau de l'interface polymère/composite. Les thermocouples sont positionnés dans des trous réalisés par perçage dans la partie composite. Ils sont positionnés sur l'axe central du flux d'air régulé en température ($d=0$), à 10mm ($d=-10$ et $d=10$) et à 20 mm ($d=-20$ et $d=20$) de cet axe. Le diamètre du flux d'air est de 20mm ; les points de mesure ' $d=-10$ ' et ' $d=10$ ' sont donc situés à

la limite de ce flux d'air. Le positionnement de ces thermocouples de mesure est représenté sur la figure 2.7.

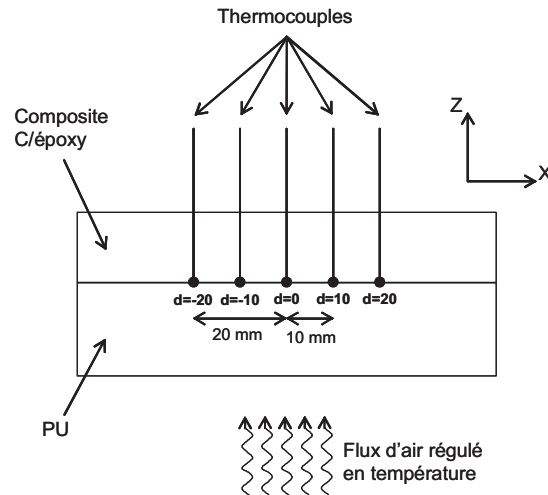


Figure 2.7 : Positionnement des thermocouples pour les tests de caractérisation de l'homogénéité du champ de température.

Pour ces tests de caractérisation de l'homogénéité du champ de température, le cycle de chauffage présenté sur la figure 2.6 a été appliqué sur la face liner polymère du multicouche et l'évolution de la température dans le multicouche a été mesurée par les différents thermocouples présentés précédemment. Les résultats obtenus dans le cas du PU5C3 sont présentés sur la figure 2.8.

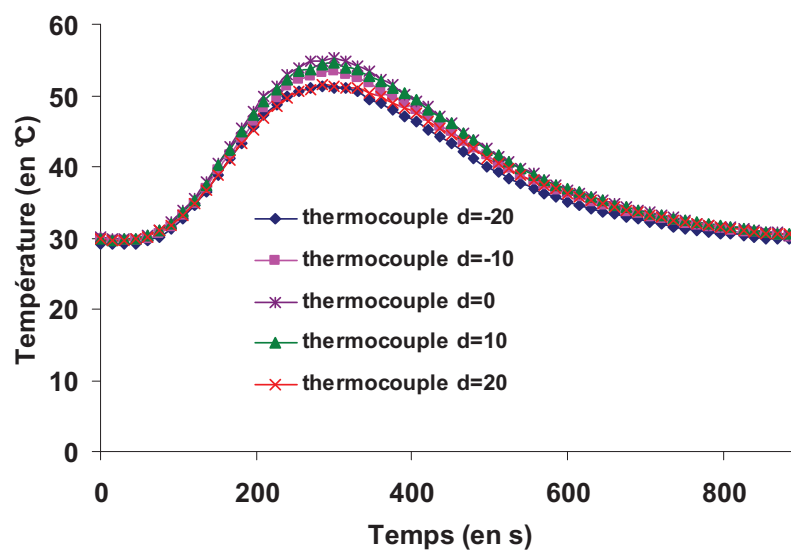


Figure 2.8 : Evolution de la température des thermocouples pendant un cycle de température appliqué sur le PU5C3.

On peut remarquer que les températures au centre et à 10mm du centre sont proches et qu'on trouve un écart maximum de 4°C avec les prises de mesures à 20mm du centre. Afin de caractériser l'homogénéité du champ de température en fonction des différentes épaisseurs de polymère et de composite du multicouche, l'évolution de la température a été mesurée au cours d'un cycle de température pour les différentes épaisseurs de multicouches. Quels que soient les échantillons testés, les mesures des thermocouples 'd=-10', 'd=0' et 'd=10' sont proches et un écart de température est mis en évidence entre ces thermocouples et les thermocouples 'd=-20' et 'd=20'. Les écarts maximum de température, mesurés lorsque la température est maximale à l'interface polymère/composite, sont récapitulés, en fonction des échantillons testés, dans le tableau 2.1.

Multicouches	Ecart maximum relevé
PU3C3	5°C
PU3C6	4,5°C
PU5C3	4°C
PU5C6	3,5°C
PU8C3	3°C
PU8C6	2,5°C

Tableau 2.1 : Ecart maximum mesurés, au cours des tests d'homogénéité, entre le thermocouple 'd=0' et les thermocouples 'd=-20' et 'd=20' pour les différentes épaisseurs de polymère et de composite des multicouches.

Ces écarts montrent qu'il y a une influence des épaisseurs du multicouche sur la zone d'homogénéité de température. On peut tout d'abord remarquer que plus la partie PU est épaisse, plus l'écart maximum de température entre la mesure centrale ('d=0') et celle à 20mm du centre ('d=-20' et 'd=20') diminue. On peut expliquer cela grâce à l'inertie thermique qui permet à la chaleur de se diffuser radialement. Plus la partie PU est épaisse, plus l'effet de l'inertie thermique est important et donc plus la diffusion radiale de la chaleur est favorisée. D'où cette augmentation de la zone d'homogénéité du champ de température dans la partie composite du multicouche, caractérisée par la diminution de l'écart maximum de température entre les mesures au centre et à 20mm du centre de l'échantillon, en fonction de l'épaisseur de PU. On peut également remarquer, qu'à épaisseur de PU constante, l'écart

maximum de température entre les mesures au centre et à 20mm du centre de l'échantillon diminue quand l'épaisseur de composite augmente. Ceci peut s'expliquer par le fait que plus la partie composite du multicouche est épaisse, plus la chaleur sera retenue au sein du composite, donc plus la diffusion radiale de la chaleur sera favorisée. D'où cette augmentation de la zone d'homogénéité du champ de température dans la partie composite du multicouche, caractérisée par la diminution de l'écart maximum de température entre les mesures au centre et à 20mm du centre de l'échantillon, en fonction de l'épaisseur de composite.

On peut donc définir une zone d'homogénéité du champ de température de 20mm de diamètre pour les différentes épaisseurs de multicouches testées. De plus, cette zone tend à s'agrandir quand les épaisseurs de PU et de composite du multicouche augmentent. Par la suite, toutes les mesures de température effectuées pour la validation thermique du banc seront réalisées par des thermocouples dans cette zone d'homogénéité du champ de température.

2.3.1.2 Mesures de température à différentes profondeurs

La deuxième étape de validation thermique du banc de fatigue thermomécanique développé consiste en l'étude du gradient de température, dans l'épaisseur du multicouche, généré par le cyclage thermique au sein de ce multicouche. Pour cela, différentes mesures d'évolution de température ont été réalisées à différentes profondeurs du multicouche. Comme pour la détermination de la zone d'homogénéité du champ de température, des thermocouples de type K ont été utilisés pour ces mesures. Les thermocouples sont positionnés dans des trous réalisés par perçage du côté de la partie composite. Ils sont positionnés dans la zone d'homogénéité du champ de température à 1mm de la surface du polymère (noté : surface interne du PU), à l'interface entre le PU et le composite (noté : interface PU/composite) et sur la surface du composite (noté : surface externe du composite) comme présentés sur la figure 2.9.

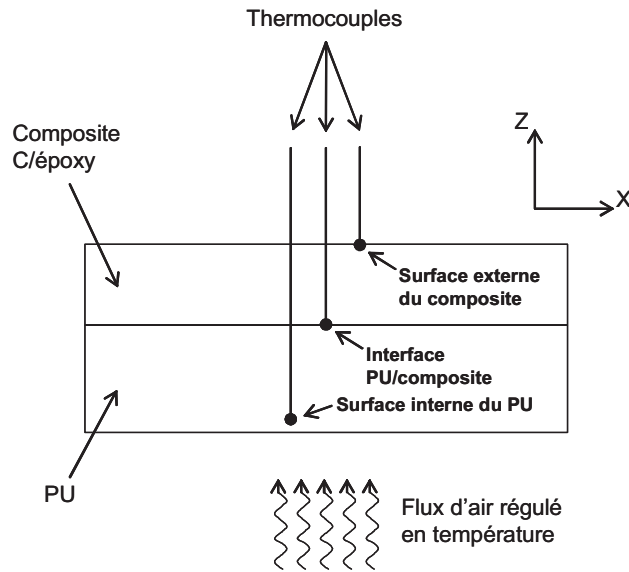


Figure 2.9 : Positionnement des thermocouples pour les tests de caractérisation du gradient de température dans l'épaisseur du multicouche.

Pour ces tests de mesure du gradient de température dans l'épaisseur du multicouche, le cycle de chauffage présenté sur la figure 2.6 a été appliqué sur la face liner polymère du multicouche et l'évolution de la température dans le multicouche a été mesurée par les différents thermocouples présentés précédemment. Les résultats obtenus dans le cas du PU8C6 sont présentés sur la figure 2.10.

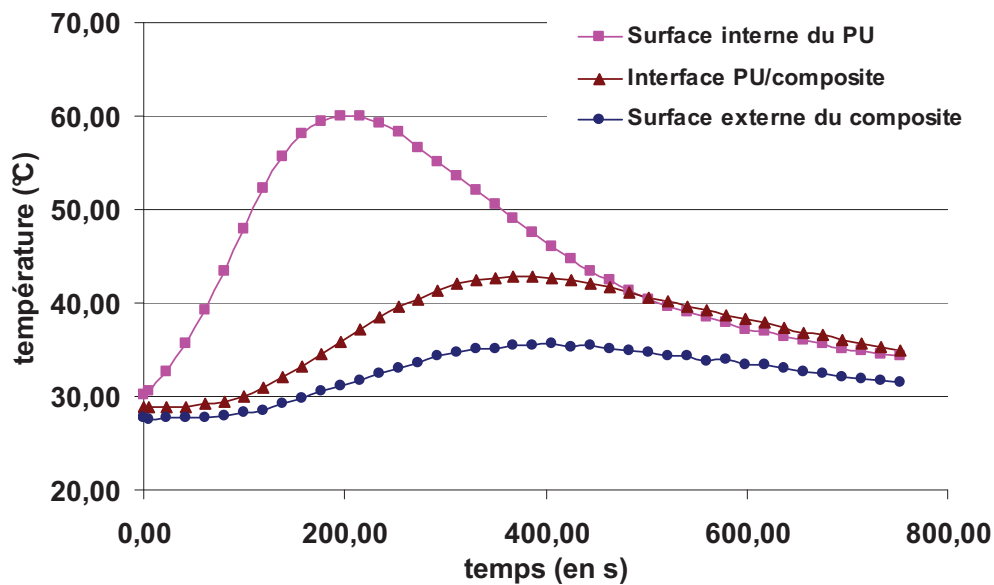


Figure 2.10 : Evolution de la température à différentes profondeurs dans l'épaisseur du multicouche pendant un cycle de température appliqué sur le PU8C6.

Ces essais de cyclage thermique permettent de mettre en évidence les niveaux de température atteints dans l'épaisseur du multicouche ainsi que l'inertie thermique liée à la diffusion de la chaleur dans l'axe du flux d'air régulé en température (axe z). On peut donc voir que plus on s'éloigne de la surface chauffée, plus la température maximale atteinte diminue et plus le temps mis pour atteindre cette température maximale augmente.

Afin de mettre en évidence l'influence de l'épaisseur des différents constituants du multicouche, l'évolution de la température a été mesurée au cours d'un cycle de température pour les différentes épaisseurs de multicouches. Les températures maximales atteintes aux trois points de mesures présentés sur la figure 2.9 pour les différentes épaisseurs de multicouches ainsi que le temps mis pour atteindre ces températures maximales sont représentés respectivement sur les figures 2.11 et 2.12.

On peut remarquer que les températures maximales atteintes au point 'surface interne du PU' ainsi que le temps mis pour atteindre ces températures est quasiment constant. Ceci s'explique par le fait que ce point de mesure est très proche de la surface chauffée par le flux d'air et donc l'évolution de la température en ce point ne dépend pas de l'épaisseur totale du multicouche. Les variations de mesures entre les différents multicouches sont dues à l'imprécision sur la profondeur des perçages pour ce point de mesure et à la présence d'un fort gradient de température proche de la surface chauffée. Ainsi, pour une température maximale de flux d'air de 150°C (conduisant à une température maximale de l'ordre de 110°C sur la face PU), la température à 1mm de la surface chauffée est de $64 \pm 4^\circ\text{C}$ ce qui montre que le PU est une bonne barrière thermique.

En ce qui concerne les mesures à l'interface PU/composite, on peut voir que plus l'épaisseur de PU est importante, plus la température maximale atteinte diminue et plus le temps mis pour atteindre cette température augmente ce qui s'explique par le fait qu'augmenter l'épaisseur de PU augmente la distance entre l'interface polymère/composite et le flux d'air régulé en température. De la même manière, à épaisseur de PU constante, plus l'épaisseur de composite augmente, plus la température maximale atteinte diminue et plus le temps mis pour atteindre cette température augmente. Ceci s'explique par une plus grande capacité d'absorption thermique de l'ensemble du multicouche.

Enfin, on peut voir que pour les mesures sur la surface externe du composite, plus l'épaisseur totale du multicouche augmente, plus la température maximale atteinte diminue et

plus le temps mis pour atteindre cette température augmente. Ceci s'explique par la distance entre le flux d'air régulé en température et le point de mesure de température qui augmente.

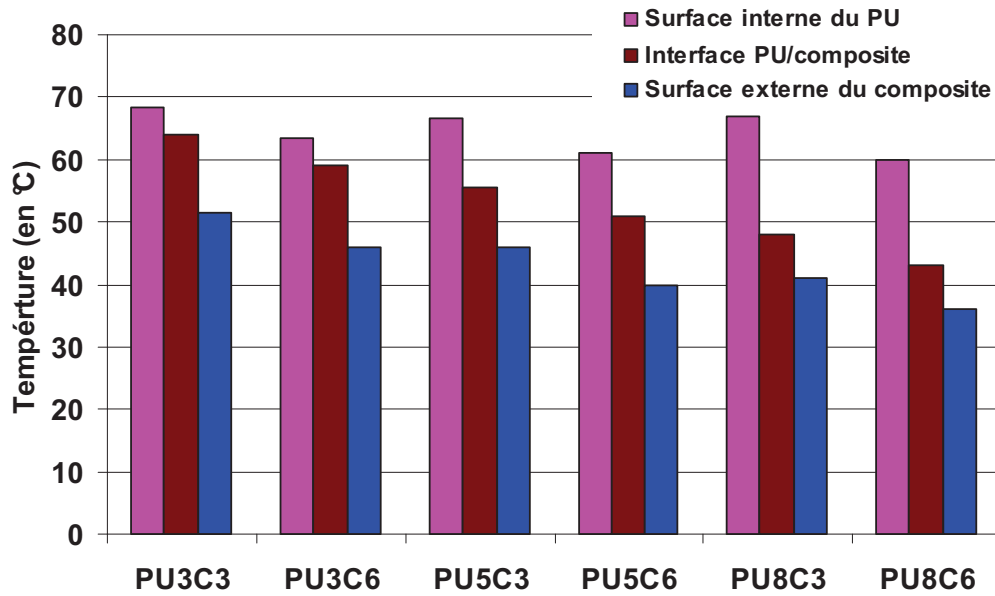


Figure 2.11 : Températures maximales atteintes à différentes profondeurs dans l'épaisseur du multicouche pendant un cycle de température pour les différentes épaisseurs de multicouches.

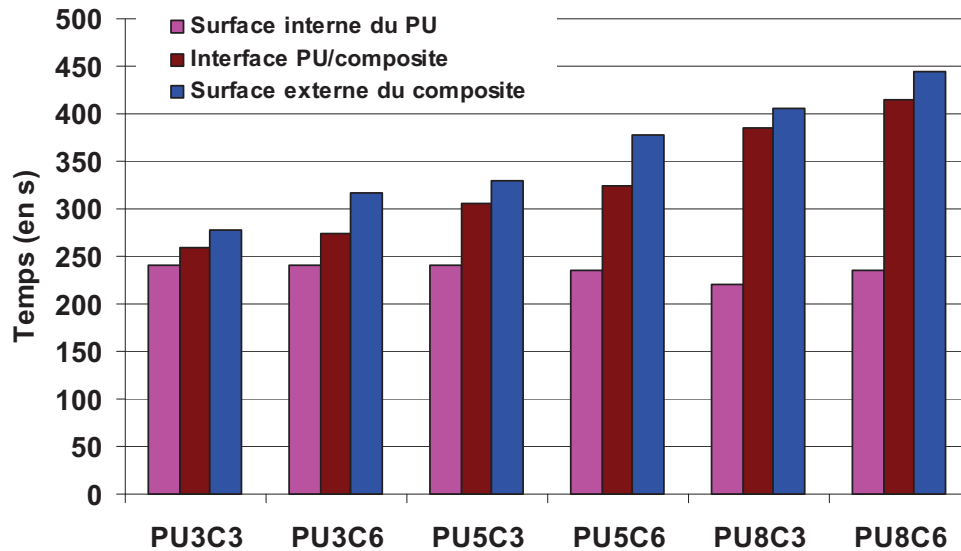


Figure 2.12 : Temps mis pour atteindre les températures maximales à différentes profondeurs dans l'épaisseur du multicouche pendant un cycle de température pour les différentes épaisseurs de multicouches.

Le but du banc d'essai développé est d'effectuer des essais de fatigue thermomécanique. Des essais de cyclage en température ont donc été effectués afin de caractériser l'évolution de la température dans le multicouche polymère/composite au cours du cyclage thermique.

2.3.1.3 Stabilité des niveaux de température atteints en cyclage.

Le même cycle de température que pour les études précédentes (figure 2.6) a été utilisé pour caractériser le comportement en cyclage thermique du multicouche. Cinq cycles consécutifs ont été appliqués aux différents multicouches (figure 2.13). Les trois points de mesure présentés sur la figure 2.9 ont été utilisés pour suivre l'évolution de la température au cours du cyclage thermique. Sur la figure 2.14 est représentée l'évolution de la température aux trois points de mesures obtenue en appliquant cinq cycles consécutifs sur le multicouche PU6C8.

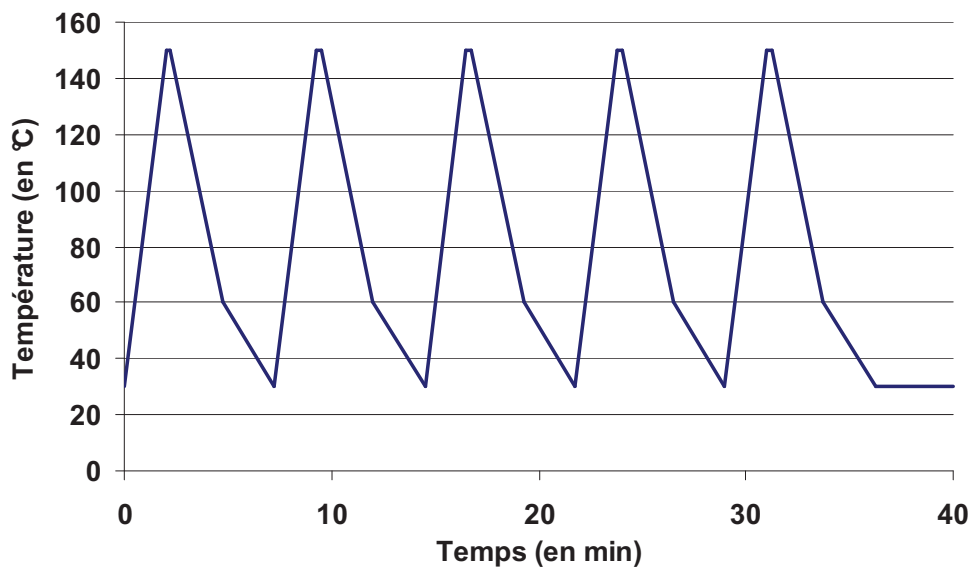


Figure 2.13 : Enchaînement des cycles thermiques utilisés pour la validation en cyclage thermique du banc d'essai

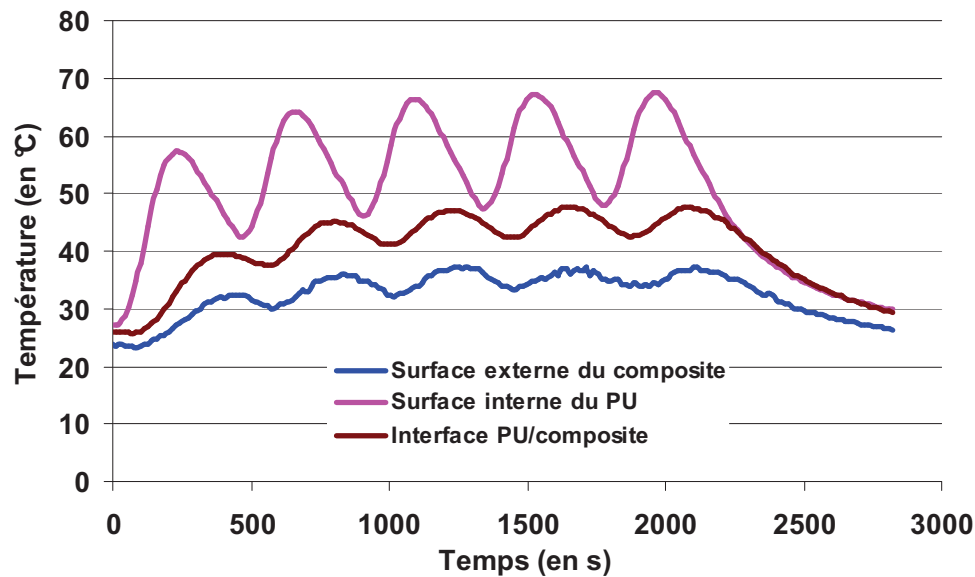


Figure 2.14 : Evolution de la température à différentes profondeurs dans l'épaisseur du multicouche au cours de cinq cycles de température appliqués sur le PU8C6.

On peut voir que les niveaux de température atteints au cours du cyclage augmentent au cours des premiers cycles puis une stabilisation est observée après cinq cycles appliqués. Cette évolution en fonction du nombre de cycles appliqués est due au fait que l'échantillon n'est pas encore revenu à sa température initiale lorsque le cycle de chauffage suivant commence. Il existe donc une température résiduelle au début des premiers cycles qui conduit à cette élévation des niveaux de température atteints. Le temps d'attente pour un retour à la température ambiante conduirait à une durée de cycle trop longue pour les essais. C'est pourquoi les cycles s'enchaînent sans attendre un retour à la température initiale du multicouche polymère/composite.

Afin de mettre en évidence l'effet de l'épaisseur des constituants du multicouche, le même type d'essai a été appliqué aux multicouches d'épaisseurs différentes. Le paramètre qui a été suivi est l'évolution de la température maximale atteinte à l'interface polymère/composite au cours de chaque cycle appliqué. Cette évolution est représentée sur la figure 2.15 en fonction des différents multicouches testés.

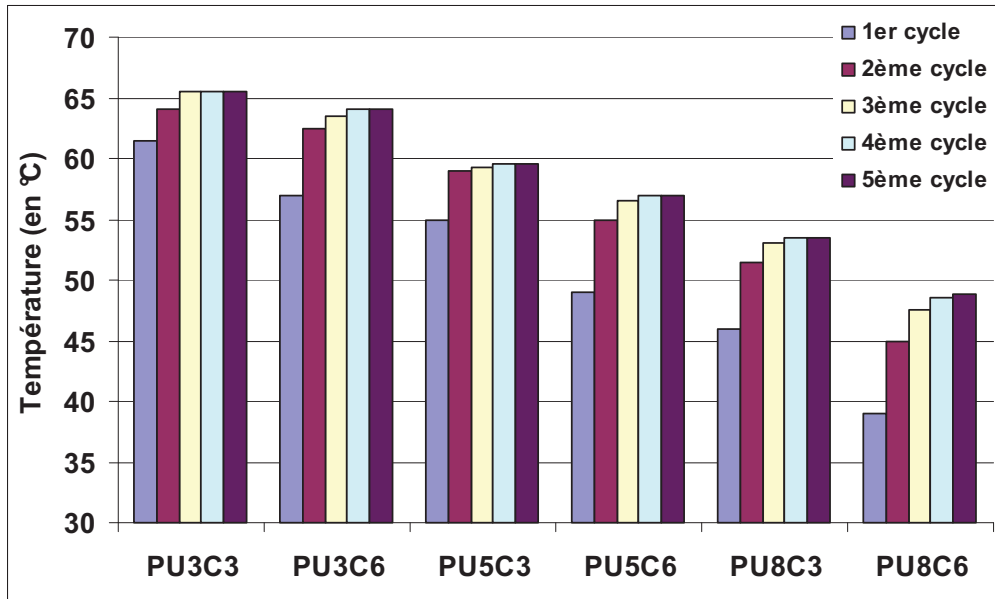


Figure 2.15 : Evolution de la température maximale atteinte à l'interface polymère/composite du multicouche au cours des cinq cycles de température appliqués pour les différentes épaisseurs de multicouches.

La stabilisation de la température maximale atteinte à l'interface polymère/composite est quasiment obtenue au bout de cinq cycles pour chaque multicouche testé. Néanmoins, on peut voir que la stabilisation est d'autant plus rapide que l'épaisseur du multicouche diminue ce qui s'explique par une plus grande inertie thermique lorsque l'épaisseur du multicouche augmente.

La validation thermique du banc de fatigue a été effectuée sur des plaques multicouches carrées. Les essais de fatigue thermomécanique sont, eux, réalisés sur des éprouvettes de largeur plus fine qui auront la même géométrie que celles testées en fatigue thermomécanique. Le champ de température dans les éprouvettes a été mesuré afin de s'assurer que les niveaux de température obtenus lors de la validation thermique sur des plaques soit les mêmes sur les éprouvettes.

2.3.2 Validation thermique sur éprouvettes

L'étape suivante de la validation thermique du banc de fatigue thermomécanique a donc été de mesurer l'évolution du champ de température dans l'épaisseur du multicouche sur une éprouvette soumise au cycle de température présenté figure 2.6. Pour cela, la largeur des éprouvettes testées a été fixée à 20mm, ce qui correspond, d'après les essais thermiques sur

plaques, à une zone où le champ de température est homogène. Les éprouvettes testées dans cette partie présentent les mêmes épaisseurs de matériaux que l'échantillon PU8C6 (8mm de PU et 6mm de composite). La géométrie de ces éprouvettes est la même que celle des éprouvettes utilisées pour les tests de fatigue thermomécanique (figure 2.1)

Les mesures de champ thermique ont été réalisées à l'aide d'une caméra infrarouge sur la tranche de l'éprouvette, c'est-à-dire dans l'épaisseur et dans la longueur du multicouche polymère/ composite. Les côtés de l'éprouvette étaient protégés du flux d'air chauffé et en contact avec l'air ambiant. Sur la figure 2.16 sont représentées les cartographies de température enregistrées à différents instants du cyclage thermique. Ces cartographies permettent de mettre en évidence le gradient de température suivant l'épaisseur et la longueur de l'éprouvette testée.

L'évolution du gradient de température dans l'épaisseur du multicouche en fonction du temps est présentée sur les figures 2.17 et 2.18. Sur la figure 2.17, les gradients mesurés pendant la phase de "chauffage" (c'est-à-dire pendant que la température augmente en tout point dans l'épaisseur du multicouche) sont représentés. La température maximale mesurée sur le bord du liner polyuréthane (du côté du flux d'air régulé en température) est de l'ordre de 90°C. Sur la figure 2.18, les gradients mesurés pendant la phase de "refroidissement" (c'est-à-dire à partir du moment où la température commence à diminuer dans le PU) sont représentés. Ils permettent de montrer le phénomène d'inertie thermique dans le multicouche. En effet, alors que la température dans le liner polyuréthane diminue, la température continue d'augmenter dans la partie composite (jusqu'à $t=500s$).

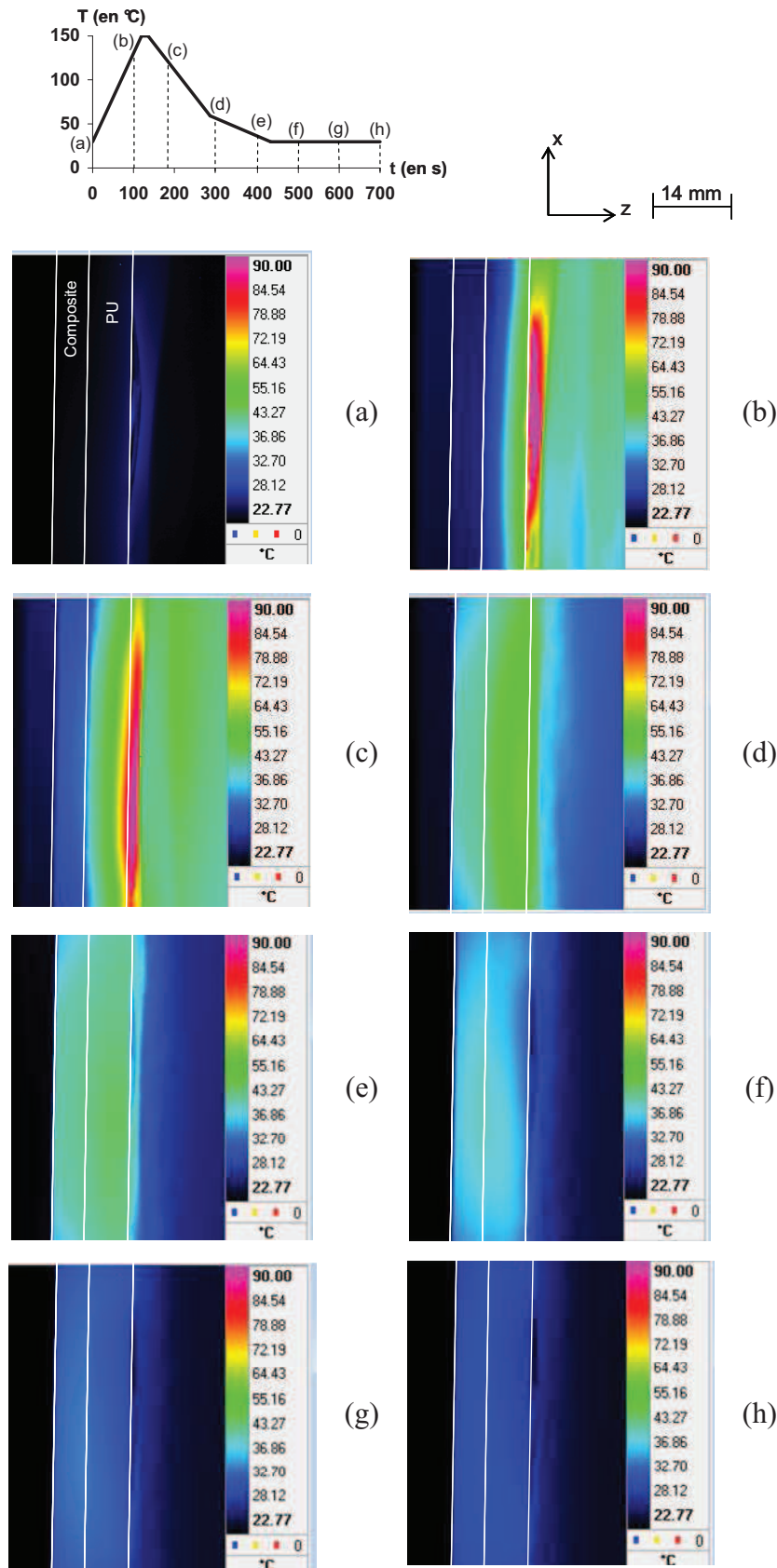


Figure 2.16 : Cartographies IR au cours d'un cycle thermique (a) à $t=0s$, (b) à $t=100s$, (c) à $t=180s$, (d) à $t=300s$, (e) à $t=400s$, (f) à $t=500s$, (g) à $t=600s$ et (h) à $t=700s$.

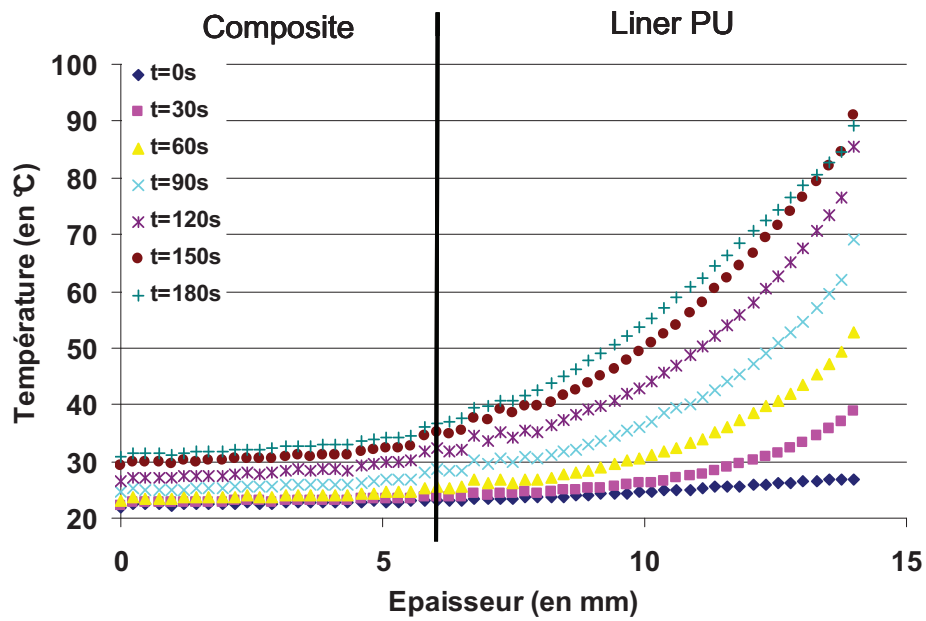


Figure 2.17 : Gradient de température dans l'épaisseur de l'éprouvette au cours du "chauffage" à différents instants.

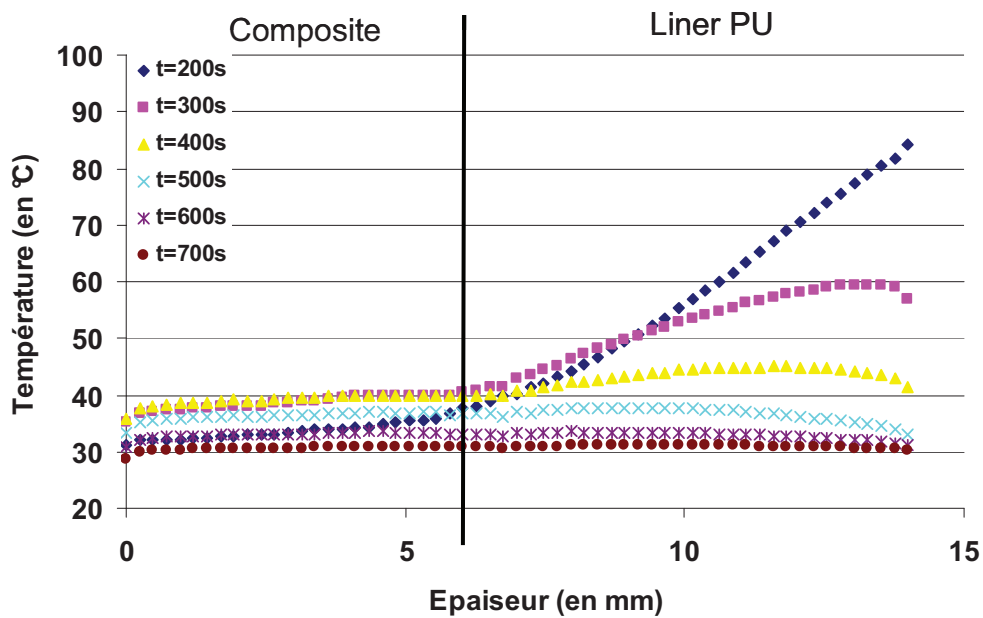


Figure 2.18 : Gradient de température dans l'épaisseur de l'éprouvette au cours du "refroidissement" à différents instants.

Afin de comparer les résultats de l'étude du champ thermique sur plaques par thermocouples, l'évolution de la température a été relevée à 1mm de la surface du polymère (noté : surface interne du PU), à l'interface entre le PU et le composite (noté : interface PU/composite) et sur la surface du composite (noté : surface externe du composite). Ces mesures ont été effectuées dans l'axe du flux d'air régulé en température (figure 2.19). La figure 2.20 montre la comparaison entre les mesures sur plaques et les mesures sur éprouvettes. On peut voir qu'il y a une bonne correspondance, pour les mesures dans la partie composite du multicouche, entre les mesures de température effectuées dans une plaque de multicouches à l'aide de thermocouples et celles faites sur la tranche d'une éprouvette à l'aide d'une caméra infrarouge. Les températures maximales atteintes sont quasiment les mêmes. Néanmoins, pour la mesure dans le PU, la température atteinte est plus élevée que celle mesurée sur plaque par thermocouple.

L'homogénéité du champ de température sur la longueur de l'éprouvette a également été étudiée. Sur la figure 2.21 est représenté le gradient de température à l'interface polymère/composite dans la longueur de l'éprouvette lorsque la température est maximale (à $t=360s$). Les résultats montrent que le maximum de température est obtenu dans l'axe du flux d'air régulé en température. La variation maximale de température est de l'ordre de $3^{\circ}C$ pour une distance d'environ 23mm par rapport au centre du flux d'air régulé en température. Elle est du même ordre de grandeur que celle mesurée pour le PU8C6 avec les thermocouples (Tableau 2.1).

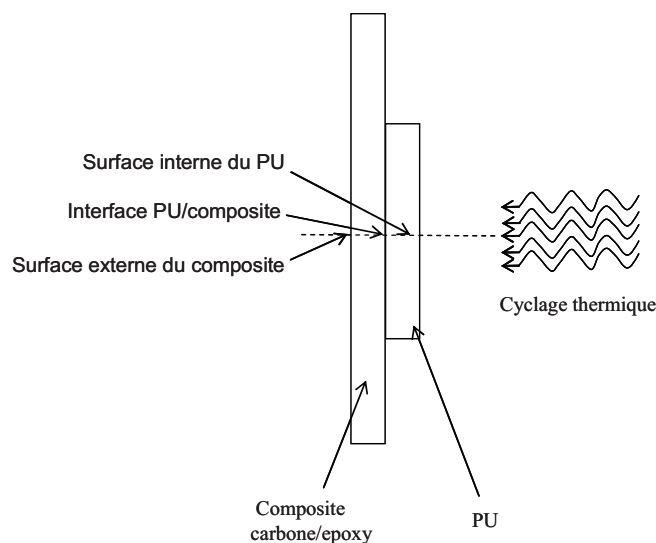


Figure 2.19 : Points de mesure de température par caméra infrarouge sur éprouvette de multicouche polymère/composite pour comparaison avec les mesures réalisées sur des plaques de multicouches.

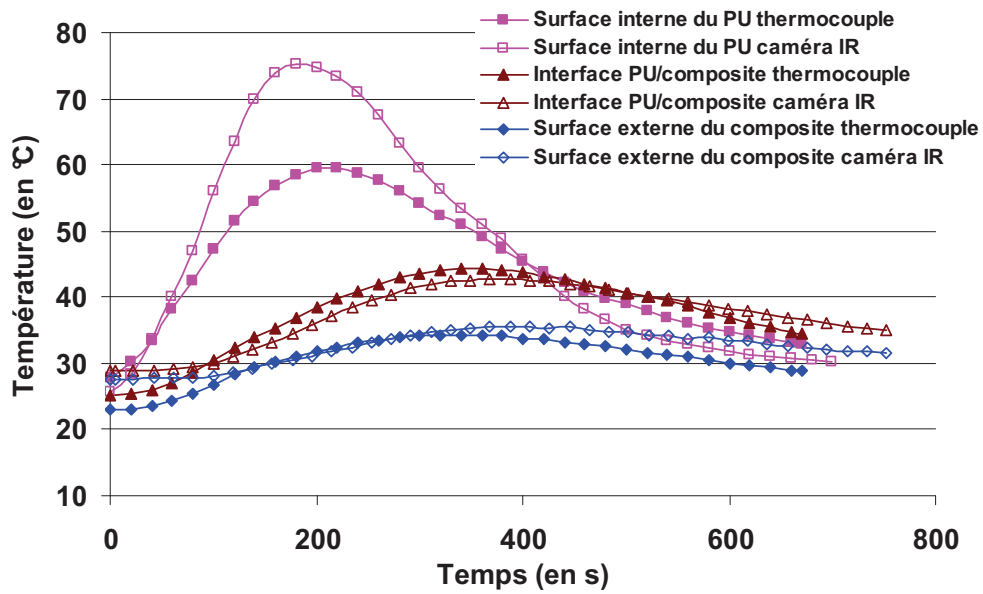


Figure 2.20 : Comparaison de l'évolution de la température à différentes profondeurs dans l'épaisseur du multicouche pendant un cycle de température mesurée par thermocouples dans la plaque PU8C6 et mesurée par caméra infrarouge sur la tranche d'une éprouvette.

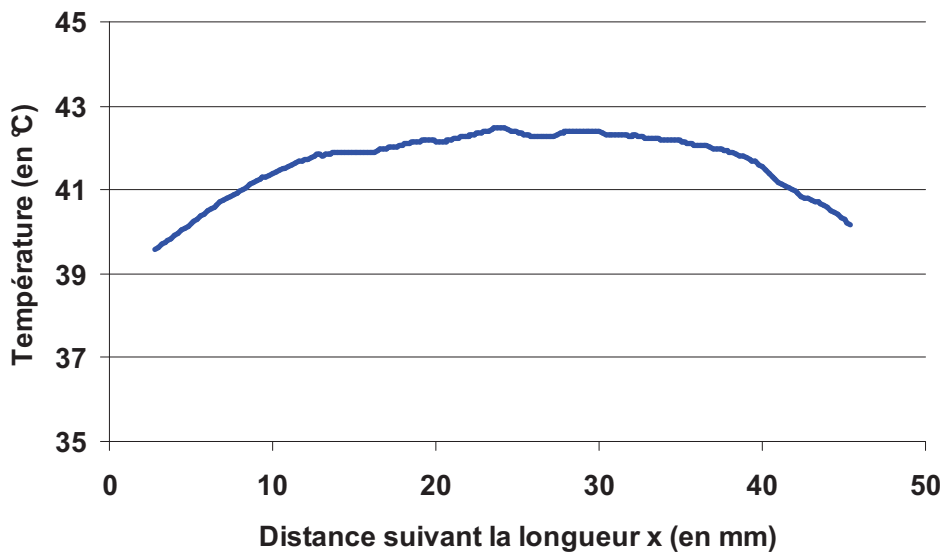


Figure 2.21 : Gradient de température dans la longueur de l'éprouvette au niveau de l'interface polymère/composite lorsque la température est maximale ($t=360s$).

La validation thermique du banc de fatigue thermomécanique étant faite, il reste à tester le couplage entre la partie thermique et la partie mécanique du banc afin de s'assurer de leur bonne synchronisation.

2.3.3 Test du couplage thermomécanique du banc d'essai

Afin de pouvoir coupler la partie mécanique et la partie thermique du banc de fatigue développé, il a été choisi d'effectuer un pilotage de la synchronisation des deux parties du banc par la charge appliquée. Le cycle thermique se déclenche, dès qu'une charge seuil définie par l'utilisateur est dépassée, via une entrée coaxiale sur le régulateur de température.

Avant chaque essai, une pré-charge de 200N est appliquée sur l'éprouvette pendant le serrage des mors de fixation. La charge seuil de déclenchement du cycle de température a été fixée à 700N de manière à laisser le temps nécessaire au basculement du déclencheur du régulateur de température. Cette synchronisation des deux parties a été testée. Le cycle de température appliqué est celui présenté figure 2.6. Le cycle de charge appliqué est une montée à la charge maximale en deux minutes, un maintien à cette charge pendant la phase de refroidissement puis un retour à la charge initiale (200N). Le cycle de charge appliqué ainsi que la température de régulation mesurée sont représentés sur la figure 2.22 et montrent la bonne synchronisation thermomécanique du banc de fatigue.

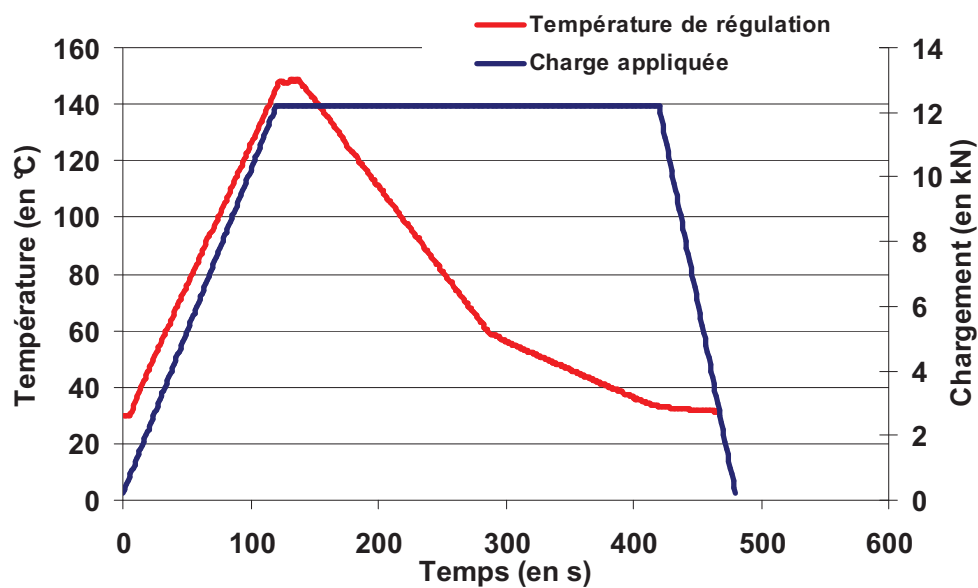


Figure 2.22 : Vérification du couplage thermomécanique du banc de fatigue développé : cycles de charge et de température appliqués sur les multicouches polymère/composite.

2.4 Conclusion

Afin de simuler l'augmentation simultanée de la température et de la contrainte mécanique lors du remplissage rapide d'un réservoir à haute pression d'hydrogène, un banc de fatigue thermomécanique a été développé. Il permet de tester des échantillons de multicouches polymère/composite, matériaux constitutifs des réservoirs de type IV. Ce banc est instrumenté par différentes techniques de suivi d'essai. Trois types de suivi 'en cours d'essai' ont été présentés : l'émission acoustique, la mesure de champ de température par caméra infrarouge et la mesure de champ de déplacement par corrélation d'images. Les observations de l'endommagement par radiographie X et par microscopie optique seront effectuées lors d'arrêts de l'essai.

Afin de valider le banc de fatigue thermomécanique, une étude thermique du multicouche a été effectuée sur des plaques de multicouches polymère/composite. Elle a permis de définir une zone d'homogénéité du champ de température d'au moins 20 mm de diamètre pour des multicouches composés de 3 mm de PU et 3 mm de composite jusqu'à des multicouches composés de 8 mm de PU et de 6 mm de composite. De plus, la validation thermique du banc a permis de mettre en évidence les niveaux de température atteints ainsi que l'inertie thermique à différentes profondeurs dans le multicouche. Les résultats montrent que le PU est une très bonne barrière thermique avec une température maximale de $64 \pm 4^\circ\text{C}$ à 1 mm de la surface chauffée pour une température maximale du flux d'air régulé en température de 150°C . De plus, la température maximale atteinte diminue lorsque l'on s'éloigne de la surface chauffée et le temps mis pour atteindre cette température augmente lorsque l'on s'éloigne de la surface chauffée. Enfin, cette validation thermique a montré une stabilisation des niveaux de température atteints au bout de 5 cycles de température pour toutes les épaisseurs d'échantillon testées.

Enfin, la synchronisation entre la partie thermique et la partie mécanique du banc de fatigue thermomécanique a été validée, la partie thermique du banc étant déclenchée à partir d'un niveau de charge seuil atteint par la partie mécanique.

CHAPITRE III
MATERIAUX DE L'ETUDE

Dans cette partie sont présentés les matériaux de l'étude avec leur mise en œuvre ainsi que la géométrie des éprouvettes de fatigue thermomécanique. Une étude des matériaux constitutifs du multicouche ainsi que du pli unidirectionnel (UD) du composite sera également présentée afin de déterminer leurs caractéristiques mécaniques. Enfin, une caractérisation microstructurale sera présentée avec des observations microscopiques du multicouche vierge ainsi qu'une caractérisation par DSC et DMA des matériaux.

3.1 Mise en œuvre

La partie composite des multicouches est un stratifié carbone/époxy. Ce stratifié a été élaboré à partir de plis unidirectionnels réalisés par enroulement filamentaire sur un support possédant un grand diamètre afin d'utiliser le même procédé de fabrication que pour les réservoirs d'hydrogène. Les plis sont ensuite redressés afin de les rendre plans et donc d'obtenir des éprouvettes planes. Le cycle de polymérisation utilisé est présenté figure 3.1. Sur certaines éprouvettes, le liner polyuréthane a été collé à l'aide d'une colle époxy sur la partie composite. Les multicouches sont fournis par le CEA Le Ripault dans le cadre du projet ANR HYBOU. Ils se présentent sous forme de plaques de 250 x 250 mm².

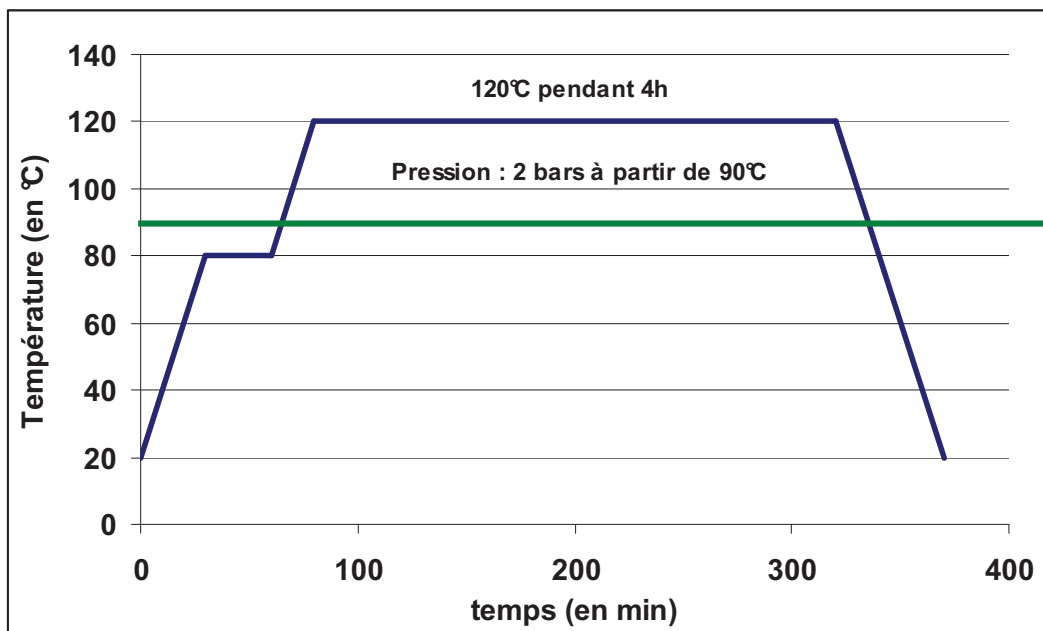


Figure 3.1 : Cycle de polymérisation du composite.

3.2 Géométrie des éprouvettes

A partir des résultats de la validation thermique du banc de fatigue thermomécanique, une géométrie d'éprouvette a pu être déterminée avec le choix d'une largeur de 20mm pour les éprouvettes de manière à avoir un champ de température homogène dans la largeur de l'éprouvette au cours du cyclage.

La partie composite du multicouche est un stratifié carbone/époxy dont l'épaisseur totale est de 6 mm. La partie polymère correspondant au liner du réservoir est soit collée sur la partie centrale du composite soit en contact avec la partie composite par le biais d'un gel thermique qui permet le transfert de chaleur d'une partie à l'autre. Elle a une épaisseur de 8 mm et une longueur 80 mm. La géométrie des échantillons testés est présentée figure 3.2. Les éprouvettes ont une partie utile de 150 mm avec 50 mm de chaque côté afin d'assurer le serrage dans les mors. Les éprouvettes ont été découpées dans les plaques soit avec un outil diamant ou par découpe au jet d'eau.

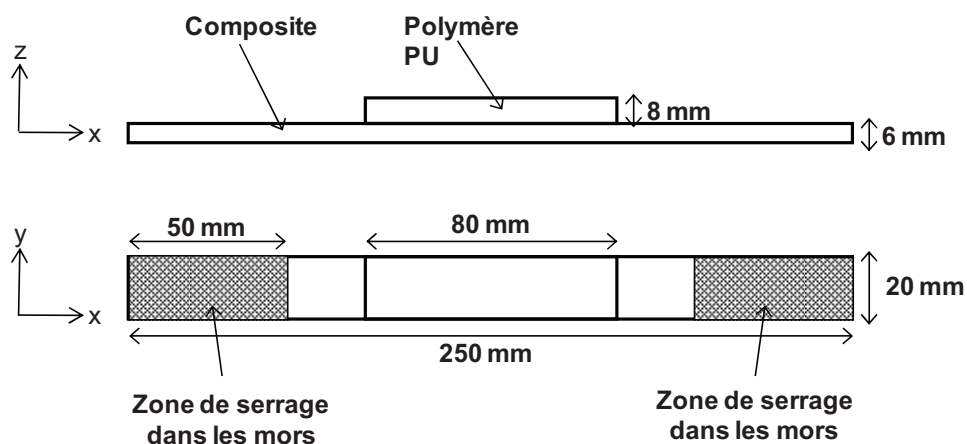


Figure 3.2 : Géométrie des éprouvettes testées en fatigue thermomécanique.

3.3 Comportement mécanique des matériaux constitutifs

Le comportement mécanique des matériaux constitutifs du multicouche a été étudié afin de déterminer leurs différents paramètres mécaniques élastiques et à rupture. Une étude de l'activité acoustique a également été effectuée au cours des essais afin de déterminer les signatures acoustiques des différents endommagements se développant dans les matériaux constitutifs du réservoir.

3.3.1 Description des essais

Dans ce paragraphe sont présentés les essais de traction quasistatique réalisés sur les matériaux constitutifs du multicouche afin d'obtenir leurs modules d'élasticité ainsi que leurs caractéristiques à rupture (ϵ_r et σ_r).

Pour ces essais, deux types de matériaux polymères ont été testés : le liner polyuréthane (épaisseur 3mm) et la résine époxy (épaisseur 5mm). Des éprouvettes ont été découpées au laboratoire selon la norme NF T51-034. Sur la figure 3.3 est précisée la géométrie des éprouvettes en polymère testées :

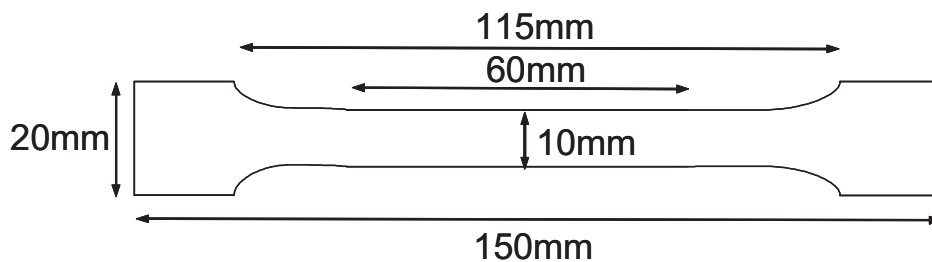


Figure 3.3 : Dimensions des éprouvettes de PU et de résine époxy.

Les essais réalisés sur ces éprouvettes sont des essais de traction quasistatique à une vitesse de traverse de 1mm/min effectués dans l'air à température ambiante. Des mors hydrauliques ont été utilisés pour fixer les éprouvettes sur la machine de traction INSTRON 4505. La pression de serrage dans les mors était d'environ 50bars. Certains essais ont été réalisés avec un extensomètre à couteaux INSTRON CAT 2620-601 de longueur à vide 12,5mm et de course ± 5 mm. Deux types d'essai ont été effectués : traction jusqu'à rupture et traction avec chargements répétés progressifs.

Afin de déterminer les caractéristiques mécaniques des fibres seules, des rubans de fibres de carbone T700 24K ont été testés. Ces rubans de fibres ont été collés avec de la colle LOCTITE 440 entre des talons en composite à fibres de verre afin de pouvoir maintenir les échantillons dans les mors hydrauliques de la machine de traction (figure 3.4). Le ruban de fibres de carbone comporte 24000 fibres de diamètre $7\mu\text{m}$ ce qui donne une section de $0,92\text{mm}^2$. Le même ordre de grandeur a été trouvé en faisant le rapport de la densité sur la masse linéique.



Figure 3.4 : Ruban de fibres de carbone muni de talon en composite à fibres de verre.

Les essais sur les rubans de fibres de carbone ont été suivis avec un extensomètre à couteaux de longueur initiale $l_0=87,5\text{mm}$. Les couteaux de l'extensomètre reposent sur le bord des talons en fibres de verre. La grande valeur de l_0 permet de minimiser l'effet de la présence des talons entre les couteaux de l'extensomètre. Les essais qui ont été effectués sont des essais de traction quasistatique en imposant une vitesse de déplacement de la traverse de la machine de $0,5\text{mm/min}$.

Dans la suite, ε_{mach} désigne la déformation calculée à partir de la valeur du déplacement de la traverse mobile de la machine d'essai (Eq.3.1) :

$$\varepsilon_{mach} = \frac{\Delta L_{mach}}{L_{0mach}} \quad (\text{Eq.3.1})$$

où L_{0mach} est la longueur utile initiale de l'éprouvette ($L_{0mach} = 60\text{mm}$ pour les deux matériaux polymères et $L_{0mach} =$ distance entre les talons pour les rubans de fibres).

$\varepsilon_{extenso}$ désigne la déformation calculée à partir de la valeur du déplacement mesurée par l'extensomètre (Eq.3.2) :

$$\varepsilon_{extenso} = \frac{\Delta L_{extenso}}{L_{0extenso}} \quad (\text{Eq.3.2})$$

où $L_{0extenso}$ est la longueur initiale entre les couteaux de l'extensomètre.

L'extensomètre utilisé pendant les essais sur le polyuréthane et sur la résine époxy a été enlevé en cours d'essai afin de ne pas l'endommager en cas de rupture brutale des éprouvettes testées. Pour les essais sur les rubans de fibres de carbone, l'extensomètre a été

utilisé jusqu'à la fin de l'essai, la rupture de ce type d'échantillon n'étant pas brutale à cause de la rupture progressive des fibres du ruban.

La contrainte σ mesurée est la contrainte nominale calculée par rapport à la section initiale S_0 (Eq.3.3) :

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \quad (\text{Eq.3.3})$$

On définit la contrainte maximale atteinte, ainsi que la déformation ε_{\max} associée à cette contrainte par (Eq.3.4) :

$$\sigma_{\max} = \frac{F_{\max}}{S_0} \quad (\text{Eq.3.4})$$

Le module E est déterminé en mesurant la pente de la partie linéaire de la courbe σ - $\varepsilon_{\text{extenso}}$.

3.3.2 Comportement mécanique du liner PU

Trois essais ont été réalisés sur des éprouvettes de PU 1.0 développé par RAIGI de 3mm d'épaisseur (notées PU3). Sur la figure 3.5(a) sont représentées les courbes σ - $\varepsilon_{\text{mach}}$ et sur la figure 3.5(b) les courbes σ - $\varepsilon_{\text{extenso}}$ obtenues.

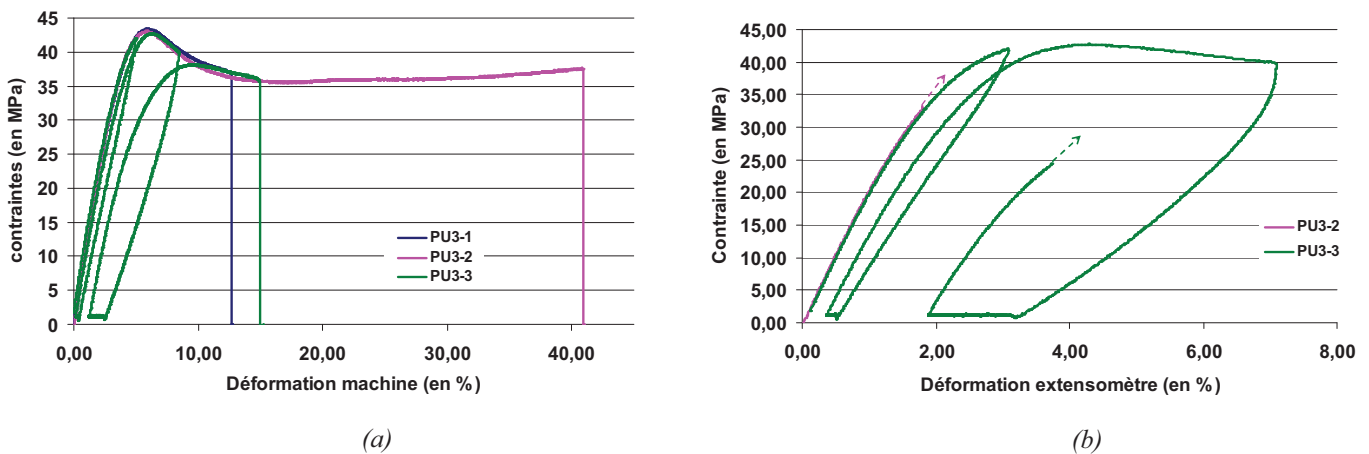


Figure 3.5 : (a) courbes σ - $\varepsilon_{\text{mach}}$ pour le PU3 (b) courbes σ - $\varepsilon_{\text{extenso}}$ pour le PU3.

On constate que le PU testé a un comportement fortement ductile à cette vitesse d'essai. Les trois essais sont bien reproductibles, excepté en ce qui concerne ϵ_r , sans doute à cause de défauts présents dans l'échantillon qui modifient l'endommagement conduisant à la rupture de l'éprouvette testée. Dans le tableau 3.1 sont rassemblées les caractéristiques mécaniques mesurées sur le PU testé. On constate peu de dispersion sur les valeurs sauf sur ϵ_r .

E (GPa)	$\sigma_{\max} = \frac{F_{\max}}{S_0}$ (MPa)	ϵ_{mach} (%)
2,15 ± 0,01	42,9 ± 0,4	22,8 ± 18,1

Tableau 3.1 : Caractéristiques mécaniques mesurées sur le PU1.0.

3.3.3 Comportement mécanique de la résine époxy

Trois essais ont été réalisés sur des éprouvettes de résine époxy 3369 de 5mm d'épaisseur (notes epoxy5). Sur la figure 3.6 sont représentées les courbes σ - ϵ_{mach} et les courbes σ - $\epsilon_{\text{extenso}}$ obtenues.

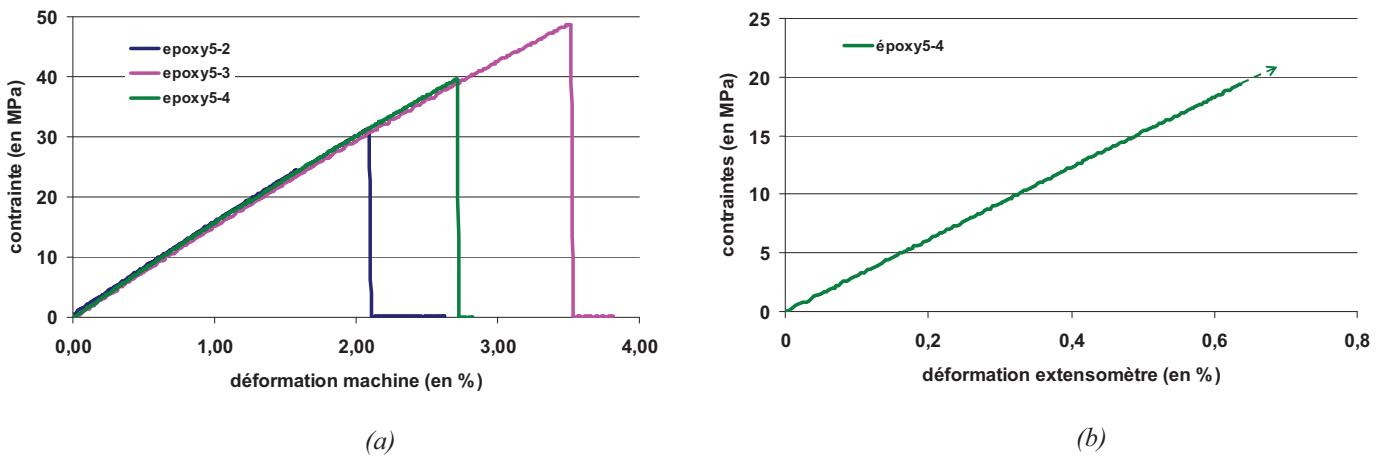


Figure 3.6 : (a) courbes σ - ϵ_{mach} pour l'époxy5 (b) courbes σ - $\epsilon_{\text{extenso}}$ pour l'époxy5.

On constate que la résine époxy testée a un comportement linéaire fragile à cette vitesse et cette température d'essai. Les trois essais sont bien reproductibles, excepté en ce qui concerne ϵ_r , sans doute là encore à cause de défauts présents dans l'échantillon. Dans le tableau 3.2 sont rassemblées les caractéristiques mécaniques mesurées sur la résine époxy testée.

E (GPa)	$\sigma_r = \frac{F_{\max}}{S_0}$ (MPa)	ϵ_{mach} (%)
3,09	$29,7 \pm 19$	$2,5 \pm 1$

Tableau 3.2 : Caractéristiques mécaniques mesurées sur l'époxy5.

La courbe (σ, ϵ) étant linéaire jusqu'à rupture, le fait qu'il n'y ait pas de striction et la déformation étant inférieure à 10%, on peut alors dire que σ_{\max} calculé correspond à la contrainte à rupture de ce matériau.

C. Bonnafous a étudié au sein du laboratoire les signatures d'émission acoustique obtenues lors d'essais de traction quasistatique, à une vitesse de déplacement de traverse de 0,5mm/min, sur cinq éprouvettes de résine époxy EPOLAM 2022 [Bon10]. Les événements acoustiques détectés ont été étudiés par amplitude et une statistique de Laplace-Gauss a été appliquée aux données (figure 3.7).

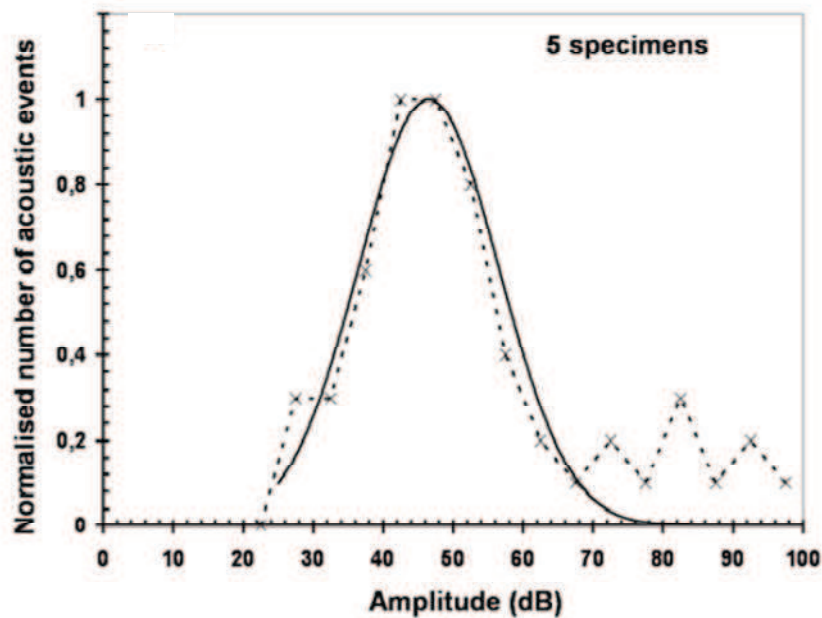


Figure 3.7 : Répartition des amplitudes des échos d'émission acoustique obtenues au cours d'un essai de traction quasistatique sur une éprouvette d'époxy [Bon10].

La loi de Laplace-Gauss permet de décrire la densité de probabilité $P(X)$ d'un paramètre en fonction de ce paramètre X , de la moyenne μ et de l'écart-type σ de ce

paramètre pour la population étudiée. Cette densité de probabilité est exprimée de la manière suivante (Eq.3.5) :

$$P(X) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{x-\mu}{\sigma}\right)^2} \quad (\text{Eq.3.5})$$

Il a ainsi pu être défini une valeur moyenne de l'amplitude des échos détectés de 47dB pour cette résine époxy ainsi qu'une plage d'amplitude de 35dB-58dB (correspondant à la largeur à mi-hauteur). Il est à noter que ces faibles niveaux d'amplitude des échos d'émission acoustique pour la fissuration matricielle peuvent être proches des niveaux d'amplitude des échos générés par les bruits extérieurs.

3.3.4 Comportement mécanique de la fibre de carbone seule

Des essais de traction quasistatique sur des rubans de fibres de carbone T700 24K ont été réalisés. Sur la figure 3.8 sont représentées les courbes σ - $\varepsilon_{\text{extenso}}$ obtenues au cours de trois de ces essais suivis avec un extensomètre.

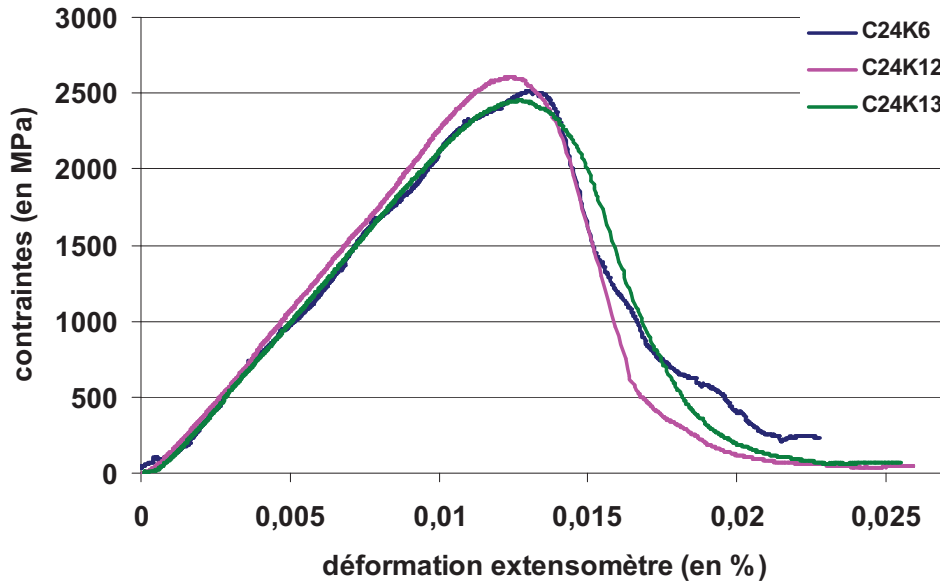


Figure 3.8 : Courbes contraintes-déformations obtenues avec les rubans de fibres de carbone.

On peut voir qu'il y a une partie linéaire qui correspond à la mise en tension des fibres de carbone. Ensuite, on perd la linéarité à cause d'une rupture progressive des fibres : on a donc une diminution au cours de l'essai de la section réelle du ruban. Puis, après avoir atteint

σ_{\max} , on a une diminution brutale de la contrainte mesurée due à la rupture d'un grand nombre de fibres.

Dans le tableau 3.3 sont récapitulées les caractéristiques mécaniques mesurées avec leur écart-type ainsi que les valeurs fournisseurs pour ce type de fibre.

	Nombre d'échantillons testés	Valeurs mesurées	Valeurs fournisseur
Module E en GPa	3	230 ± 8	230
σ_{\max} en MPa	6	2605 ± 113	4900
ϵ_{\max} en %	3	$1,25 \pm 0,06$	2,1

Tableau 3.3 : Caractéristiques mécaniques des rubans de fibres de carbone mesurées lors des essais.

On retrouve le même module mais les valeurs des contraintes à rupture et des déformations à rupture sont différentes. Ceci peut être dû à la méthode utilisée. Dans les rubans de fibres sèches, les fibres peuvent être enchevêtrées et il est difficile d'avoir simultanément la même tension pour toutes les fibres du ruban. La section des fibres sollicitées est donc différente de la section initiale du ruban. On peut voir sur la figure 3.9 un ruban de fibres de carbone après rupture.



Figure 3.9 : Ruban de fibres de carbone rompu.

Certains essais de traction quasistatique sur rubans de fibres de carbone ont été suivis par émission acoustique. Les deux capteurs étaient positionnés sur le bord des talons en fibres de verre (figure 3.10). Seuls les échos provenant des fibres de carbone ont été enregistrés. L'amplitude des différents échos a été étudiée afin d'avoir une répartition statistique des amplitudes liées à la rupture des fibres de carbone. Cette répartition statistique suit, comme la résine époxy étudiée au paragraphe 3.3.3, une loi de Laplace-Gauss avec une valeur moyenne

de l'amplitude de 80dB et un écart-type de 5dB. Un exemple de résultat obtenu est présenté figure 3.11. 95% des amplitudes liées aux ruptures des fibres de carbone sont donc comprises entre 70dB et 90dB.

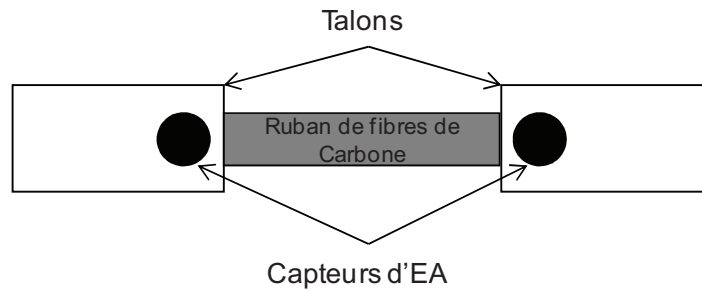


Figure 3.10 : Position des capteurs d'émission acoustique sur les rubans de fibres de carbone.

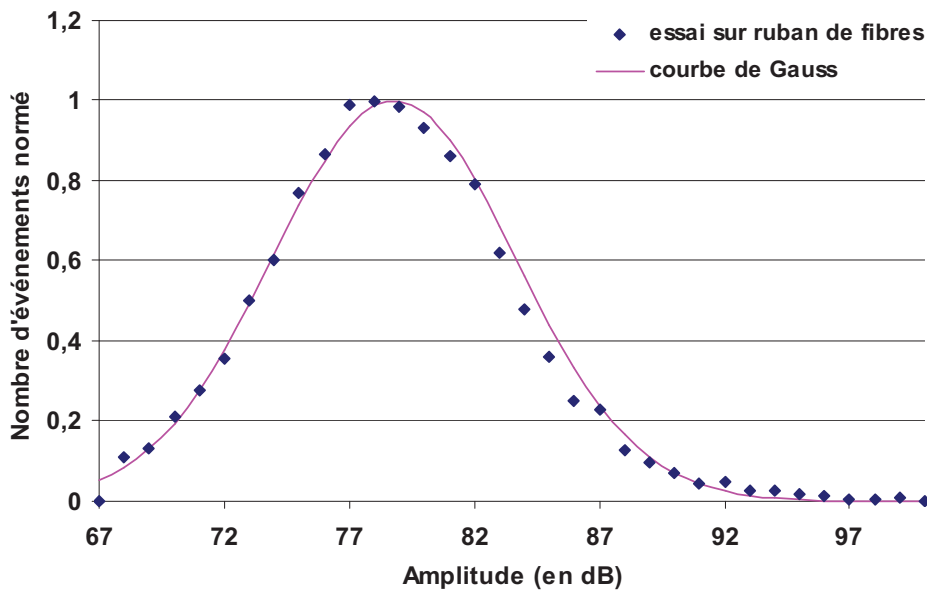


Figure 3.11 : Répartition des amplitudes des échos d'émission acoustique correspondant aux ruptures de fibres de carbone d'un ruban de fibres obtenues au cours d'un essai de traction quasistatique.

3.4 Comportement mécanique du pli UD

Le but de cette partie est de déterminer les caractéristiques mécaniques d'un pli unidirectionnel (UD) du composite utilisé dans le multicouche : fibres continues T700 / résine époxy.

Les éprouvettes testées sont des empilements de couches de composite (résine époxy 3369 et fibres de carbone T700). Trois types d'empilements ont été testés :

- UD0 : $[0]_{10}$
- UD90 : $[90]_5$
- UD45 : $[(+45/-45)_2/+45]_5$

Le composite a une épaisseur de 1,5 mm pour les éprouvettes UD90 et de 3mm pour les éprouvettes UD0 et UD45. Les éprouvettes testées sont de largeur 20mm et de longueur 250mm.

Les essais réalisés sur les éprouvettes sont des essais de traction quasistatique avec une vitesse de traverse de 0,5mm/min, effectués dans l'air à température ambiante. Des mors hydrauliques ont été utilisés pour fixer les éprouvettes sur la machine de traction INSTRON 4505.

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

Le principe de mesure, avec les jauges d'extensométrie, consiste à connecter une jauge sur un pont de Wheatstone puis à exciter le pont avec une tension $E_{excitation}$. Le pont est équilibré lorsque l'éprouvette n'est pas sollicitée mécaniquement, c'est-à-dire qu'il est réglé pour avoir une tension de sortie E_{sortie} nulle. Lorsque l'on va solliciter mécaniquement l'éprouvette en traction, il va y avoir une extension de la jauge ce qui implique une variation ΔR de sa résistance. Cette variation de résistance va alors modifier la tension de sortie qui sera fonction de la déformation dans la direction de la jauge. Une deuxième jauge a été collée sur une autre éprouvette afin d'avoir une compensation en température et donc de ne mesurer que la déformation mécanique. Le schéma du montage en pont de Wheatstone est donné figure 3.12.

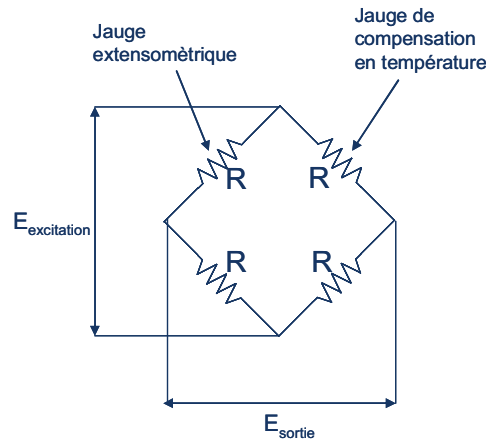


Figure 3.12 : Pont de Wheatstone.

La déformation dans la direction de la jauge est alors (Eq.3.6) :

$$\frac{\Delta L}{L} = \frac{4 \times E_{sortie}}{E_{excitation} \times K \times G} \quad (\text{Eq.3.6})$$

avec K : le facteur de jauge

G : le gain appliqué à E_{sortie}

Une acquisition numérique du temps, de la force appliquée, du déplacement de la traverse de la machine, de la déformation de la jauge suivant l'axe x de traction et de la déformation de la jauge suivant l'axe transverse y a été réalisée au cours des essais. Les essais effectués sont présentés en annexe A.

3.4.1 Comportement mécanique des éprouvettes UD0

Les essais de traction sur les éprouvettes UD0 permettent de mesurer le module E_{11} et le coefficient de poisson ν_{12} ainsi que la contrainte σ_{11r} et la déformation ϵ_{11r} à rupture. Pour cela, deux éprouvettes ont été équipées de deux jauges chacune, une dans le sens longitudinal mesurant ϵ_{11} et une dans le sens transverse mesurant ϵ_{22} (figure 3.13).

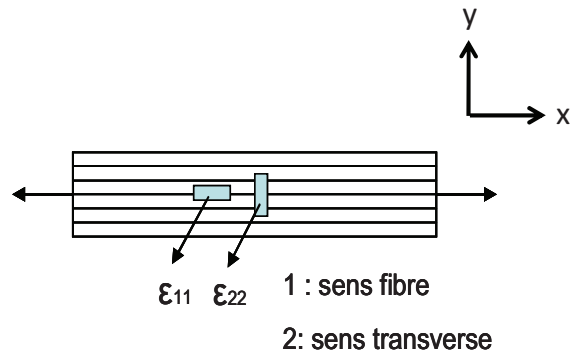


Figure 3.13 : Epreuve UD0 avec jauges.

Chaque éprouvette a été sollicitée en traction jusqu'à rupture. Sur la figure 3.14 est représentée la courbe contrainte-déformation jusqu'à rupture d'une éprouvette.

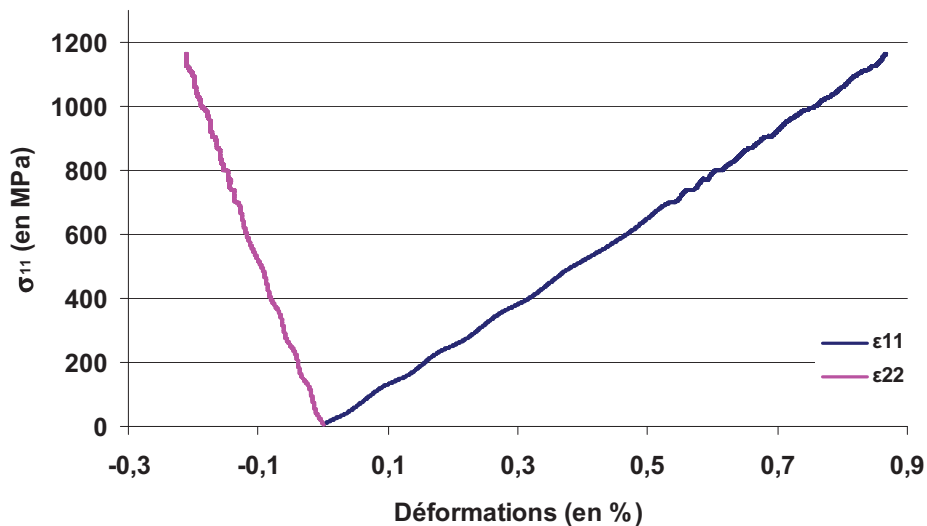


Figure 3.14 : Courbe contrainte - déformation d'une éprouvette UD0 jusqu'à rupture.

On peut voir que le comportement des éprouvettes UD0 est linéaire jusqu'à rupture. On peut déduire de ces essais le module E_{11} (Eq.3.7) du pli ainsi que le coefficient de poisson ν_{12} (Eq.3.8) de la façon suivante :

$$E_{11} = \frac{\sigma_{11}}{\epsilon_{11}} \quad (\text{Eq.3.7})$$

$$\nu_{12} = -\frac{\epsilon_{11}}{\epsilon_{22}} \quad (\text{Eq.3.8})$$

Les valeurs mesurées avec leur écart-type sont récapitulées dans le tableau 3.4.

E_{11}	126 ± 4 GPa
ν_{12}	$0,29 \pm 0,04$

Tableau 3.4 : Constantes d'élasticité mesurées avec les éprouvettes UD0.

Trois éprouvettes ont été menées à rupture afin d'avoir la contrainte à rupture σ_{11r} ainsi que la déformation à rupture ε_{11r} (pour l'éprouvette munie de jauges extensométriques). Ces valeurs se trouvent dans le tableau 3.5 avec l'écart-type sur la contrainte à rupture :

σ_{11r}	1200 ± 65 MPa
ε_{11r}	0,88%

Tableau 3.5 : Contrainte et déformation à rupture mesurées avec les éprouvettes UD0

Néanmoins, la rupture des éprouvettes UD0 n'est pas une rupture classique de ce type d'éprouvette. En effet, il y a eu rupture prématurée de la matrice par décohésion dans l'épaisseur et sur toute la longueur et non rupture de fibres (figure 3.15). Ce mode de rupture peut s'interpréter par une qualité mécanique non optimale des interfaces fibres/matrice.

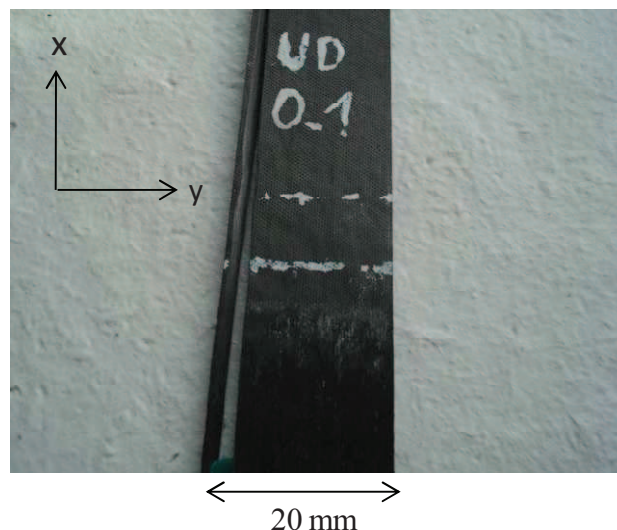


Figure 3.15 : Eprouvette UD0 rompue.

3.4.2 Comportement mécanique des éprouvettes UD90

Les essais de traction sur les éprouvettes UD90 permettent de mesurer le module E_{22} et le coefficient de poisson ν_{21} ainsi que la contrainte σ_{22r} et la déformation ϵ_{22r} à rupture. Pour cela, deux éprouvettes ont été équipées de deux jauges chacune, une dans le sens longitudinal mesurant ϵ_{22} et une dans le sens transverse mesurant ϵ_{11} (figure 3.16).

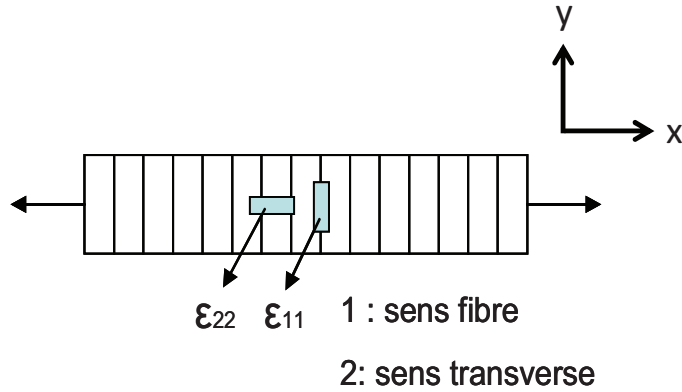


Figure 3.16 : Eprouvette UD90 avec jauges.

Chaque éprouvette a été sollicitée en traction jusqu'à rupture. La courbe contrainte-déformation jusqu'à rupture d'une éprouvette est visualisée figure 3.17.

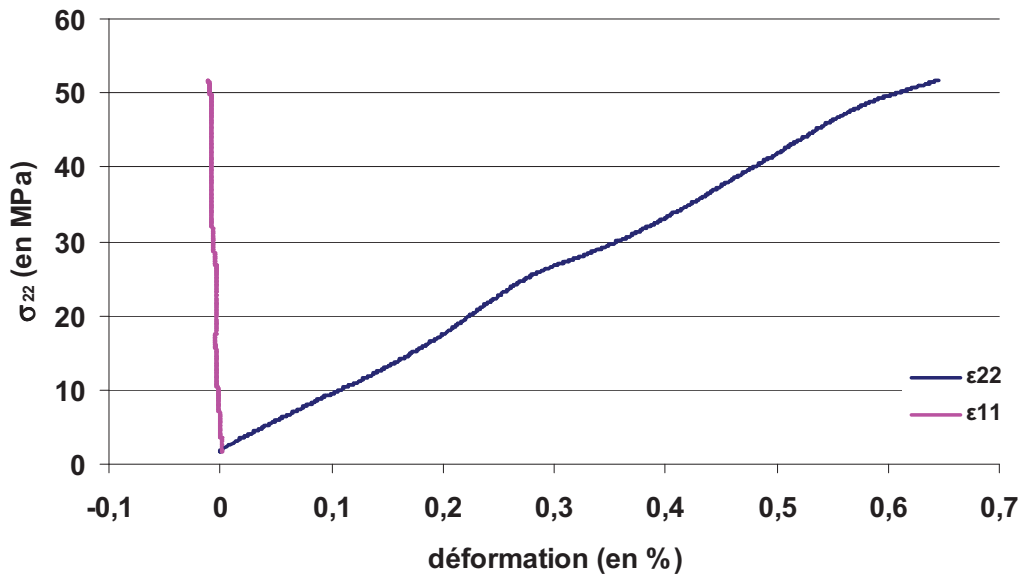


Figure 3.17 : Courbe contrainte - déformation d'une éprouvette UD90 jusqu'à rupture.

On peut voir que le comportement des éprouvettes UD90 est linéaire jusqu'à rupture. On peut déduire de ces essais le module E_{22} (Eq.3.9) du pli ainsi que le coefficient de Poisson ν_{21} (Eq.3.10) de la façon suivante :

$$E_{22} = \frac{\sigma_{22}}{\epsilon_{22}} \quad (\text{Eq.3.9})$$

$$\nu_{21} = -\frac{\epsilon_{22}}{\epsilon_{11}} \quad (\text{Eq.3.10})$$

Les valeurs mesurées avec leur écart-type se trouvent dans le tableau 3.6.

E_{22}	$8,3 \pm 0,25 \text{ GPa}$
ν_{21}	$0,02 \pm 0,005$

Tableau 3.6 : Constantes d'élasticité mesurées avec les éprouvettes UD90.

La valeur de ν_{21} est difficile à obtenir compte tenu de la sensibilité de l'acquisition mais néanmoins, on peut remarquer que la relation d'isotropie transverse du pli est tout de même vérifiée (Eq.3.11) :

$$\frac{E_{11}}{\nu_{12}} (= 434 \text{ GPa}) \approx \frac{E_{22}}{\nu_{21}} (= 415 \text{ GPa}) \quad (\text{Eq.3.11})$$

Trois éprouvettes ont été menées à rupture afin d'avoir la contrainte à rupture σ_{22r} ainsi que la déformation à rupture ϵ_{22r} (pour les éprouvettes munies de jauges extensométriques). Les valeurs obtenues se trouvent dans le tableau 3.7 avec leur écart-type.

σ_{22r}	$51,6 \pm 5,6 \text{ MPa}$
ϵ_{22r}	$0,59 \pm 0,08\%$

Tableau 3.7 : Contrainte et déformation à rupture mesurées avec les éprouvettes UD90.

La rupture des éprouvettes UD90 est une rupture brutale matricielle parallèle aux fibres ce qui est une rupture classique pour ce type de drapage (figure 3.18). On retrouve également une dispersion classique pour ce type de rupture qui est une rupture fragile.

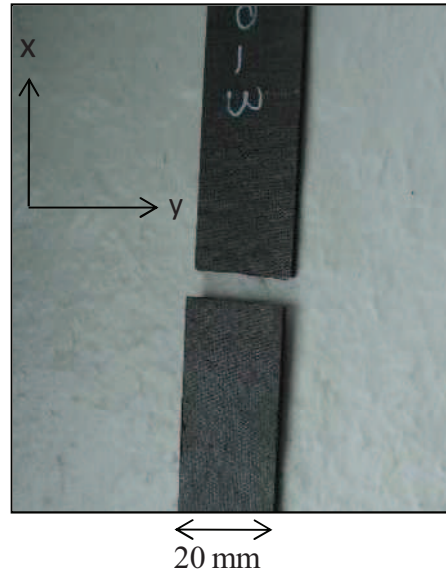


Figure 3.18 : Eprouvette UD90 rompue.

3.4.3 Comportement mécanique des éprouvettes UD45

Les essais de traction sur les éprouvettes UD45 permettent de mesurer le module de cisaillement G_{12} ainsi que la contrainte σ_{12r} et la déformation ε_{12r} à rupture. Pour cela, deux éprouvettes ont été équipées de deux jauges chacune, une dans le sens longitudinal mesurant ε_{xx} et une dans le sens transverse mesurant ε_{yy} (figure 3.19).

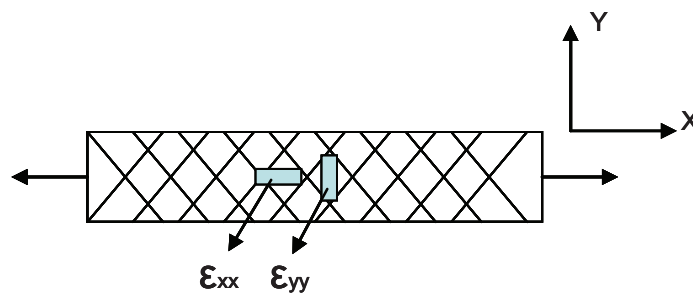


Figure 3.19 : Eprouvette UD45 avec jauges.

Chaque éprouvette a été sollicitée en traction jusqu'à rupture. Sur la figure 3.20 est représentée la courbe contrainte-déformation jusqu'à rupture d'une éprouvette.

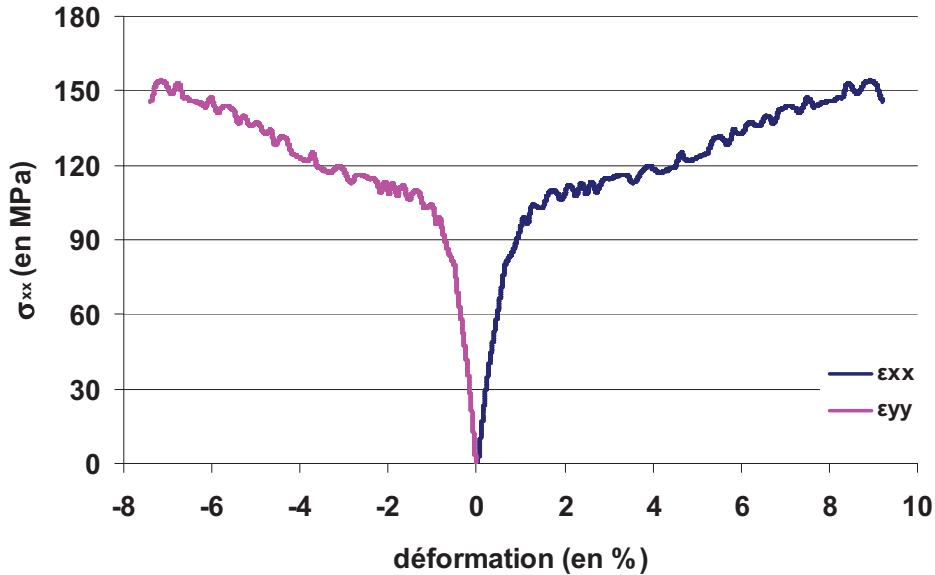


Figure 3.20 : Courbe contrainte - déformation d'une éprouvette UD45 jusqu'à rupture.

On peut voir que le comportement est linéaire au début de l'essai puis non linéaire jusqu'à rupture. Afin de mesurer le module G_{12} , il faut s'intéresser à la partie linéaire de la courbe et tracer σ_{12} en fonction de ε_{12} . On peut alors calculer G_{12} (Eq.3.12) :

$$G_{12} = \frac{\sigma_{12}}{2\varepsilon_{12}} \quad (\text{Eq.3.12})$$

avec :

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

Sur la figure 3.21 est représentée la courbe σ_{12} - ε_{12} dans le domaine linéaire pour une éprouvette.

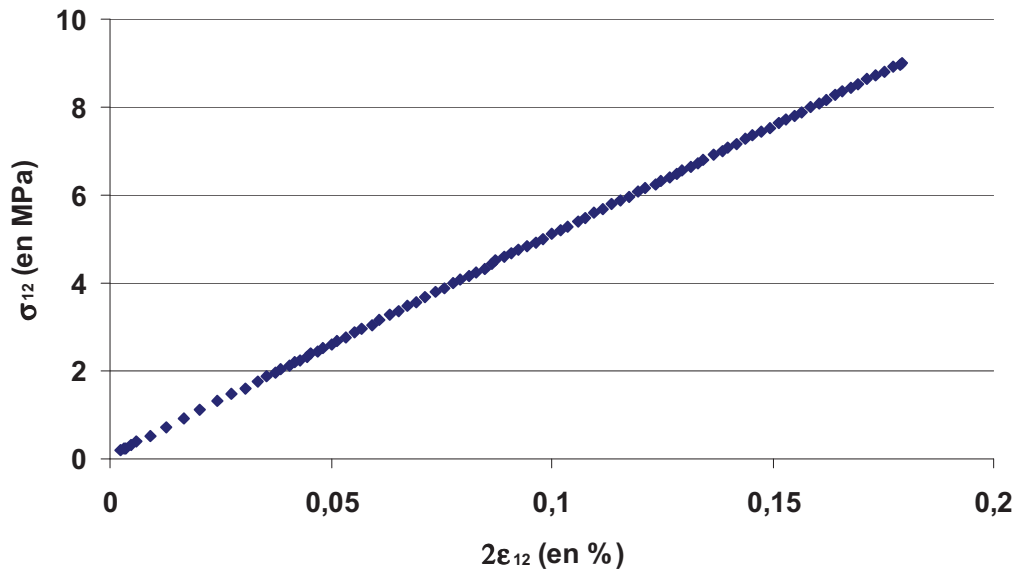


Figure 3.21: Courbe contrainte - déformation d'une éprouvette UD45 dans le domaine linéaire.

On en déduit alors la valeur du module de cisaillement plan G_{12} (tableau 3.8).

G_{12}	$4,8 \pm 0,2 \text{ MPa}$
----------	---------------------------

Tableau 3.8 : Constante d'élasticité mesurée avec les éprouvettes UD45

Trois éprouvettes ont été menées à rupture afin d'avoir la contrainte à rupture σ_{12r} ainsi que la déformation à rupture ε_{12r} (pour les éprouvettes munies de jauges extensométriques). Les valeurs obtenues se trouvent dans le tableau 3.9 avec leur écart-type :

σ_{12r}	$80 \pm 1,8 \text{ MPa}$
ε_{12r}	$8,9 \pm 1\%$

Tableau 3.9 : Contrainte et déformation à rupture mesurées avec les éprouvettes UD45.

La rupture des éprouvettes UD45 est une rupture par cisaillement inter et intra laminaire. Il y a une déformation importante qui va conduire à un réalignement des fibres dans le sens de l'effort (figure 3.22). Les valeurs des contraintes et déformation à rupture ne sont donc pas vraiment dans ce cas des valeurs "matériau" mais plutôt des valeurs "structure".

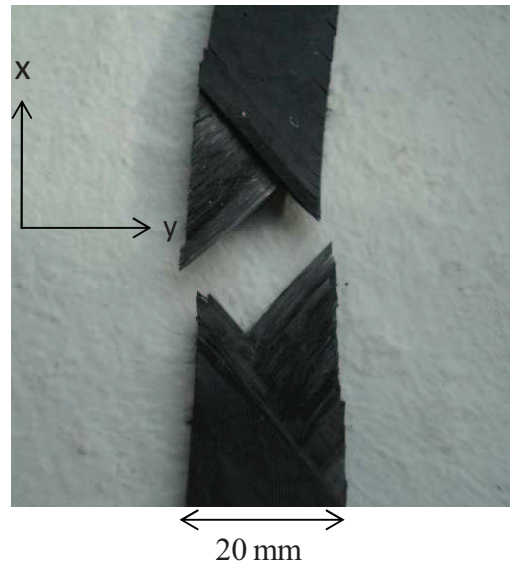


Figure 3.22 : Epreuve UD45 rompue.

3.5 Caractérisation microstructurale

Afin de caractériser la microstructure du multicouche polymère/composite, des observations microscopiques du matériau vierge ont été réalisées. De plus, les températures de transition vitreuse de la partie composite et du liner polymère en PU ont été mesurées par DSC avant et après cyclage thermique. Une caractérisation mécanique dynamique, en fonction de la température, de la partie composite a également été réalisée par un essai de DMA.

3.5.1 Observations microscopiques

Des observations microscopiques sur le matériau vierge ont été effectuées sur la tranche d'une éprouvette après avoir réalisé un polissage comme présenté au chapitre 2. Le but de ces observations était de vérifier la santé matière avant de réaliser les essais de fatigue thermomécanique. Des exemples d'observations microscopiques sont présentés figure 3.23. La première photo (figure 3.23(a)), réalisée sur une éprouvette de drapage $[ABABA]_s$ (avec $A=(+\theta_A/-\theta_A)$ et $B=(+\theta_B/-\theta_B)$), montrent l'alternance des couches A et des couches B ainsi que le PU et la couche de colle qui le lie à la partie composite. La deuxième photo (figure 3.23(b)) montre les fibres 0° et 90° ainsi que des zones de matrice époxy observées à fort grossissement dans le drapage tissé en satin 5 utilisé pour la validation thermique du banc de fatigue thermomécanique.

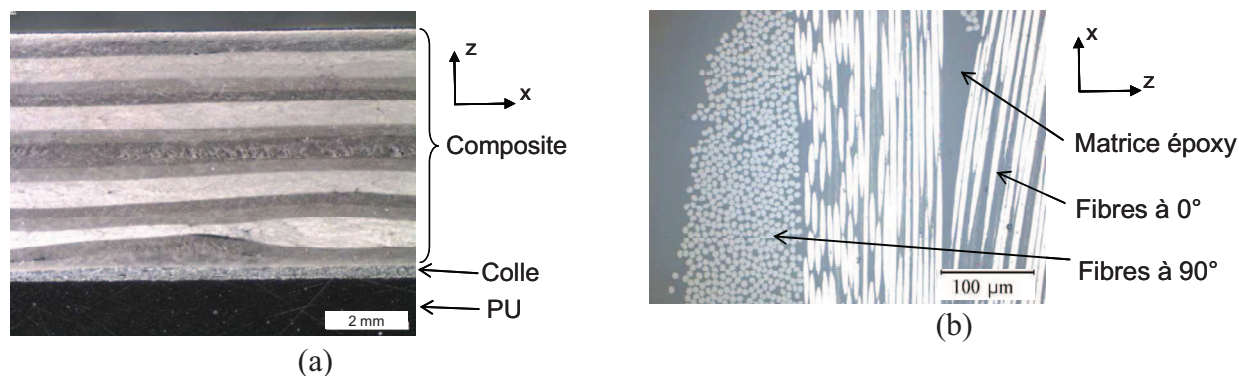


Figure 3.23 : Observations microscopiques sur le multicouche polymère/composite vierge : (a) d'une éprouvette de drapage $[ABABA]_s$ avec le PU collé et (b) d'une éprouvette en composite carbone/époxy tissé en satin 5.

3.5.2 DSC – DMA

La DSC (Differential Scanning Calorimetry) apporte des informations sur la microstructure du matériau. Elle permet l'étude des transitions thermiques d'un polymère ou d'un composite. Le principe repose sur la mesure de flux de chaleur. Pour cela, deux capsules sont utilisées : une capsule vide qui est nommée 'capsule de référence' et une capsule qui contient le matériau à caractériser. Les masses de chacune des deux capsules sont quasiment identiques (à 0,1 mg près) et la masse de l'échantillon testé est de l'ordre de 10mg. Pour les tests effectués, les capsules sont chauffées à 10°C/min sous environnement inerte grâce à une circulation d'azote gazeux.

Le principe de la DSC consiste à mesurer la différence de flux de chaleur, sous les deux capsules, due à l'inertie thermique de l'échantillon testé (figure 3.24). Pour 1g de matière, le flux de chaleur est proportionnel à la vitesse de chauffage et le facteur de proportionnalité correspond à la capacité de chaleur du polymère C_p (Eq.3.13) :

$$\frac{dH}{dt} = C_p \frac{dT}{dt} \quad (\text{Eq.3.13})$$

Lors d'une transition thermique, comme par exemple la transition vitreuse, la capacité de chaleur du polymère varie ce qui entraîne une variation du flux de chaleur mesuré, la vitesse de chauffage étant constante au cours de l'essai. Ainsi, en traçant le flux de chaleur en

fonction de la température, il est possible de mesurer la température de transition vitreuse qui va correspondre à un saut du flux de chaleur.

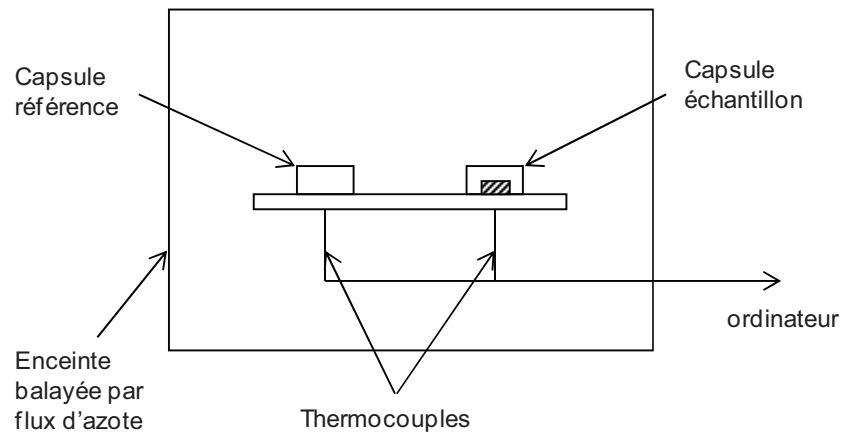


Figure 3.24 : Schéma du dispositif de la DSC.

Des mesures de température de transition vitreuse avec une vitesse de chauffe de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ont été effectuées sur des échantillons de polyuréthane et sur des échantillons de composite avec une DSC de type DSC 2920 modulée (TA Instruments). Les évolutions du flux de chaleur en fonction de la température pour un échantillon de composite, provenant d'une éprouvette UD90, et pour un échantillon de polyuréthane vierge (avant cyclage thermique ou thermomécanique) sont présentées respectivement figure 3.25 et figure 3.26. L'échantillon de composite présente une brusque variation du flux de chaleur ce qui permet de déduire que la température de transition vitreuse de la résine époxy du composite est de 62°C . Cette courbe présente également un pic endothermique caractéristique du vieillissement physique du matériau dû au fait que l'essai de DSC a été réalisé quelques mois après réception des éprouvettes : le matériau tend à revenir à son état d'équilibre thermodynamique. L'échantillon de PU testé présente une température de transition vitreuse de 72°C .

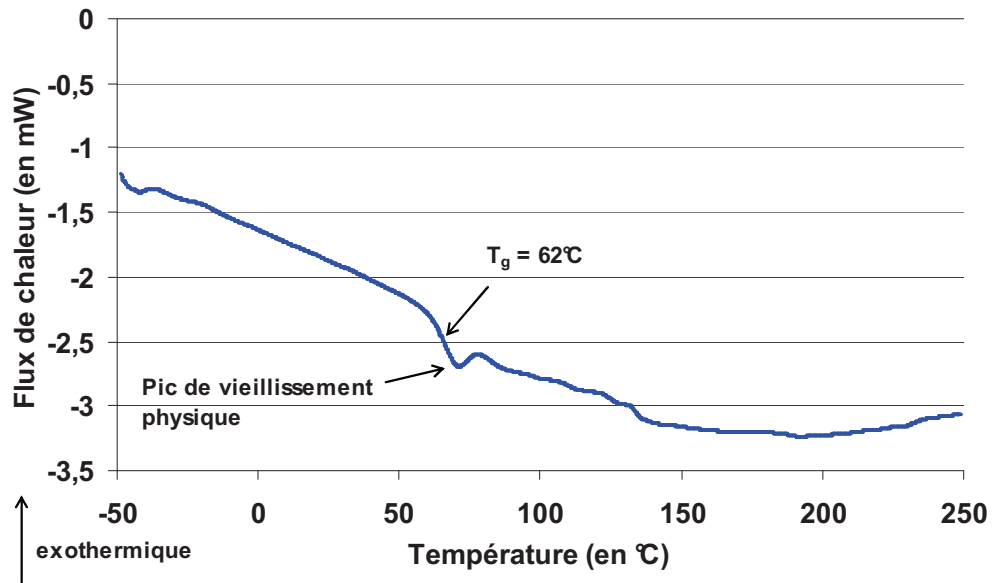


Figure 3.25 : Flux thermique mesuré par DSC sur un échantillon de composite UD90.

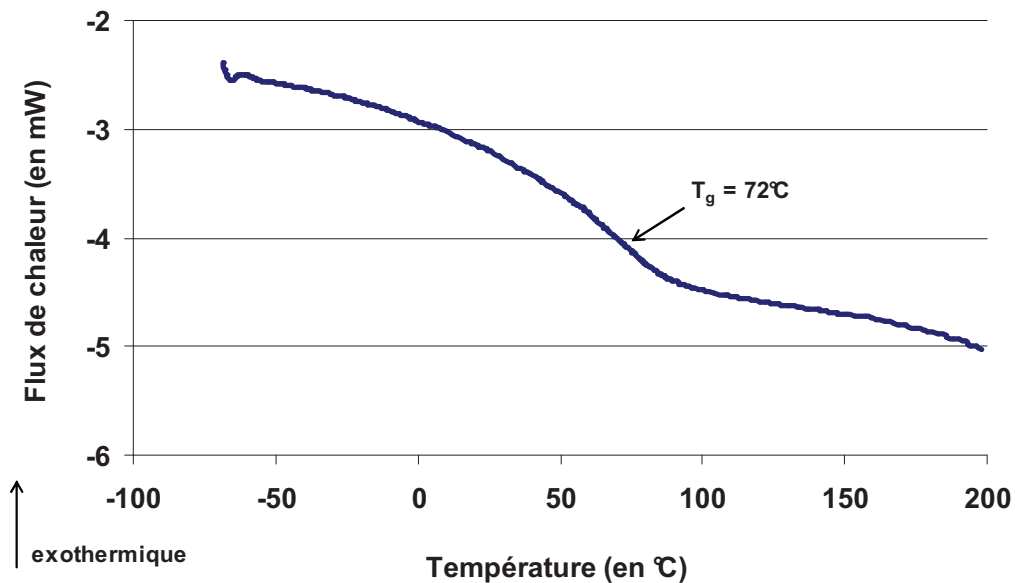


Figure 3.26 : Flux thermique mesuré par DSC sur un échantillon de polyuréthane vierge.

Des essais de DSC sur des échantillons ayant subi du cyclage thermomécanique (jusqu'à 400 cycles) ont également été réalisés. Les résultats de ces essais (tableau 3.10) montre qu'il n'y a pas d'évolution significative de la température de transition vitreuse au cours du cyclage thermomécanique ni pour la partie composite carbone/époxy, ni pour la partie liner polymère en PU.

	Avant cyclage thermique	Après cyclage thermique
Polyuréthane	$71 \pm 1 \text{ } ^\circ\text{C}$	$72 \pm 3 \text{ } ^\circ\text{C}$ (après 210 cycles) $72 \pm 3 \text{ } ^\circ\text{C}$ (après 433 cycles)
Composite C/époxy	$62 \pm 1 \text{ } ^\circ\text{C}$	$64 \pm 3 \text{ } ^\circ\text{C}$ (après 210 cycles) $66 \pm 3 \text{ } ^\circ\text{C}$ (après 433 cycles)

Tableau 3.10 : Températures de transition vitreuse mesurées par DSC avant et après cyclage thermique.

Afin de caractériser l'évolution de certaines caractéristiques mécaniques du composite, un essai de DMA (Dynamic Mechanical Analysis) a été effectué. La DMA permet de déterminer l'évolution des composantes élastique et viscoélastique du module d'un échantillon en fonction de la température ou de la fréquence de sollicitation. Le principe de cette technique consiste à appliquer des déformations périodiques en vibrations forcées. Avec des déformations imposées de la forme $\varepsilon = \varepsilon_0 \sin(\omega t)$, il est possible de décrire le comportement du matériau par une composante purement élastique et une composante purement visqueuse (Eq.3.14) :

$$\sigma = \varepsilon_0 E' \sin(\omega t) + \varepsilon_0 E'' \omega \cos(\omega t) \quad (\text{Eq.3.14})$$

avec :

- E' : Module de conservation
- E'' : Module de perte
- $\tan(\delta) = E''/E'$: tangente de l'angle de perte représentant le rapport entre l'énergie dissipée par amortissement et l'énergie élastique stockée.

L'appareil de DMA (Q800 TA Instrument) a été utilisé en appliquant une sollicitation de flexion trois points sur un échantillon de composite provenant d'une éprouvette UD90 de dimensions 50 mm x 10 mm x 1,5 mm. Ce drapage a été choisi car ses caractéristiques sont assez sensibles aux modifications de propriétés de la résine. L'essai de DMA a été effectué à une fréquence de 1Hz. La déformation imposée est de 0,02%. 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 3.27).

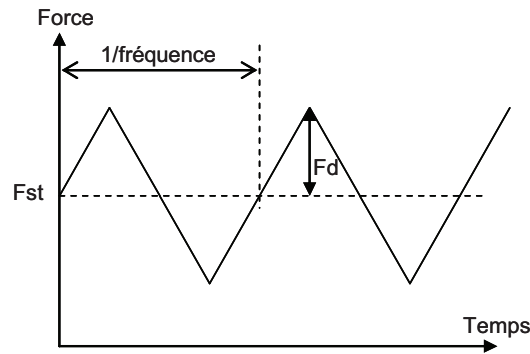


Figure 3.27 : Schéma des forces (dynamique et statique) lors d'un test de DMA.

La courbe de DMA obtenue (figure 3.28) montre que la chute de module débute à partir d'environ 50°C. Il a été montré au chapitre 2 que la température maximale atteinte pour le PU8C6 est de l'ordre de 50°C en cyclage. Sur la gamme de température [25°C-50°C], le module de conservation mesuré par DMA de l'éprouvette UD90 varie d'environ 7% par rapport à la valeur mesurée à 25°C. De plus, un pic est atteint à $T_{\alpha} = 86^{\circ}\text{C}$ par le module de perte E'' . Ce pic est associé à la température de transition vitreuse. $\text{Tan } \delta$ présente également un pic très marqué vers 98°C. Certains auteurs dans la littérature choisissent ce pic pour définir la température de transition vitreuse.

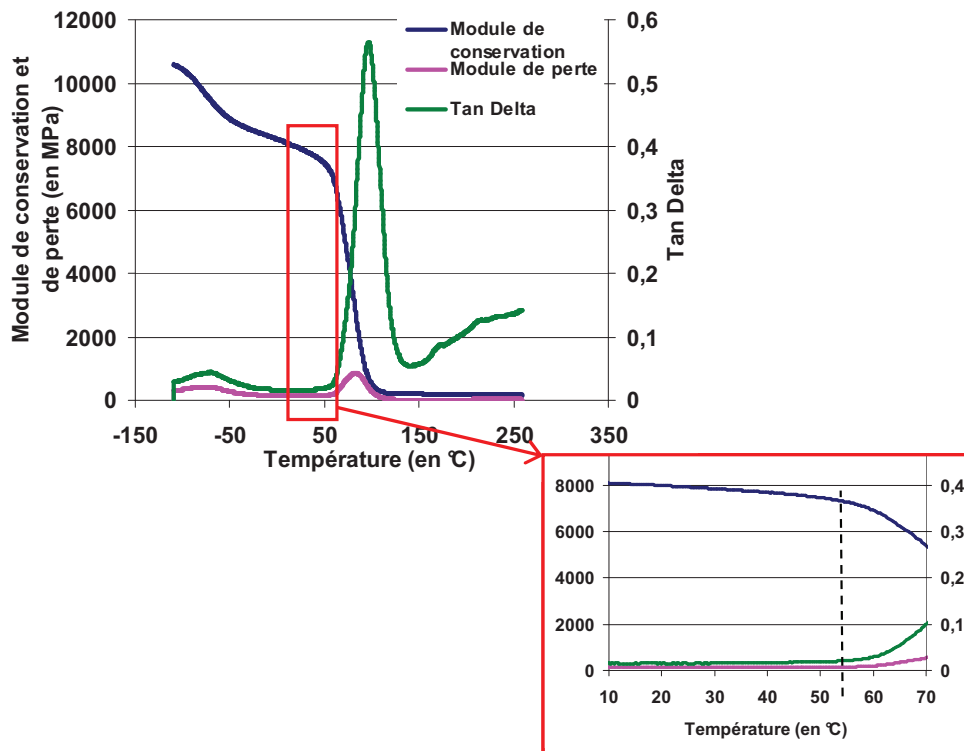


Figure 3.28 : Courbe de DMA obtenue sur une éprouvette UD90.

3.6 Conclusion

Dans cette partie, le mode de mise en œuvre des échantillons de multicouche par enroulement filamentaire est décrit. Il suit le même procédé que celui utilisé pour réaliser la partie composite des réservoirs. Les échantillons sont produits sous forme de plaques qui sont ensuite découpées en éprouvettes. La géométrie de ces éprouvettes a été choisie par rapport aux résultats de la validation thermique du banc de fatigue thermomécanique. Cette étude a montré que le champ de température est homogène sur une zone d'au moins 20 mm de diamètre : la largeur des éprouvettes a donc été fixée à 20 mm.

La caractérisation mécanique en traction quasistatique des matériaux constitutifs du multicouche a ensuite permis de montrer le caractère ductile du polyuréthane, le caractère fragile de la résine époxy et le comportement d'un ruban de fibres de carbone T700. Les caractéristiques à rupture ont également été déterminées. Des plages d'amplitude des échos d'émission acoustique ont été déterminées pour la fissuration de la résine époxy ([35dB – 58dB]) et pour les ruptures de fibres de carbone ([70dB – 90dB]).

Une caractérisation mécanique du pli unidirectionnel du composite du multicouche a ensuite été présentée. Les modules d'élasticité, les coefficients de Poisson et les caractéristiques à rupture (ϵ_r et σ_r) ont été mesurés à l'aide de jauges extensométriques lors d'essais de traction quasistatique.

Enfin, une caractérisation de la microstructure du multicouche a été faite. Des observations microscopiques du matériau vierge ont été réalisées. Les températures de transition vitreuse de la partie polymère en polyuréthane (72°C) et de la partie composite carbone/époxy (62°C) ont été mesurées par DSC avant et après cyclage thermomécanique. Les résultats ne montrent pas d'évolution significative de ces températures bien que celles-ci soient proches des niveaux de température maximale atteints au sein du multicouche. Un essai de DMA sur une éprouvette en composite UD90 a montré que le module de conservation de l'éprouvette varie d'environ 7% sur la gamme de température [25°C – 50°C], gamme correspondant aux niveaux de température atteints pour les épaisseurs de multicouche utilisées d'après les mesures effectuées lors de la validation thermique du banc de fatigue thermomécanique.

CHAPITRE IV

**INFLUENCE DE LA SEQUENCE D'EMPILEMENT SOUS
SOLLICITATION THERMOMECHANIQUE**

Dans ce chapitre est présentée une étude de l'influence de l'alternance des plis de la partie composite dans les multicouches lorsqu'ils sont soumis à de la traction quasistatique ou de la fatigue thermomécanique. Pour mettre en évidence les différences de comportement des différents drapages, l'endommagement a été caractérisé par observations microscopiques, par radiographie X et par un suivi par émission acoustique. Les orientations des plis dans les drapages utilisés dans la première partie de cette étude sont celles utilisées pour la coque composite des réservoirs à hydrogène. Ces drapages ne sont pas optimisés. En effet, dans le réservoir, les contraintes appliquées sont biaxiales alors qu'avec le banc de fatigue thermomécanique utilisé, les contraintes appliquées sont uniaxiales. Les niveaux de contraintes atteints dans les plis du composite avec le banc de fatigue sont donc différents de ceux atteints dans la structure réservoir.

C'est pourquoi, dans une deuxième partie, afin de s'approcher des niveaux de contraintes réellement atteints dans le réservoir, une éprouvette technologique avec un drapage "représentatif" sera étudiée. Ce drapage sera déterminé tout d'abord par un calcul analytique puis validé par un calcul éléments finis. Il sera ensuite testé en traction quasistatique et en fatigue thermomécanique.

4.1 Influence de l'alternance des plis

Les réservoirs à haute pression d'hydrogène envisagés dans le projet HYBOU ont une partie liner réalisée par rotomoulage et une partie composite réalisée par enroulement filamentaire. Ce procédé de mise en œuvre va conduire à une architecture de la partie composite qui sera composée de différents plis d'orientations différentes afin que le réservoir puisse supporter les contraintes biaxiales dues à la pression interne en hydrogène. Une étude sur l'alternance des plis dans la partie composite a donc été menée afin de déterminer l'influence de la séquence d'empilement sous un chargement thermomécanique. Pour cela, différents drapages composés chacun du même nombre et du même type de plis, mais avec une alternance différente entre les plis ont été testés en traction quasistatique et en fatigue thermomécanique.

4.1.1 Drapages étudiés

Pour cette étude sur l'alternance des plis, trois séquences d'empilement ont été testées. Ces séquences d'empilement sont constituées de couches notées A, qui correspondent à deux

plis unidirectionnels ($+\theta_A/-\theta_A$), et de couches notées B, qui correspondent à deux plis unidirectionnels ($+\theta_B/-\theta_B$). Les couches A sont orientées dans une direction proche de l'axe de traction des éprouvettes et les couches B sont orientées dans une direction quasiment perpendiculaire à l'axe de traction.

Les séquences d'empilement étudiées sont : $[A_3B_2]_s$, $[A_2B_2A]_s$ et $[ABABA]_s$. Elles sont toutes composées du même nombre de couches A et de couches B. Elles ne diffèrent que par l'épaisseur des groupements de couches A et de couches B et donc par l'alternance de ces couches. Les schémas de ces séquences d'empilement sont présentés figure 4.1 avec les couches A en bleu et les couches B en rouge. Le drapage $[A_3B_2]_s$ sera nommé drapage groupé, $[A_2B_2A]_s$ drapage intermédiaire et $[ABABA]_s$ drapage alterné. Ces trois drapages seront nommés drapages "influence de l'alternance des plis".

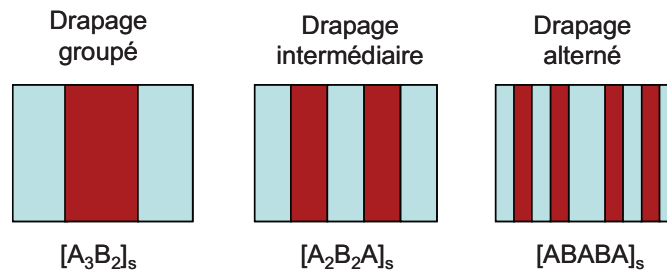


Figure 4.1 : Schéma des trois séquences d'empilement testées pour l'étude de l'influence de l'alternance des plis.

Ces drapages ont été testés en traction quasistatique afin de définir leurs caractéristiques mécaniques à rupture, puis en fatigue thermomécanique.

4.1.2 Comportement en traction quasistatique

Dans ce paragraphe sont présentés les essais de traction quasistatique réalisés sur les drapages "influence de l'alternance des plis" afin d'étudier l'effet de la séquence d'empilement sur le comportement du multicouche polymère/composite jusqu'à rupture.

La géométrie des éprouvettes testées est la même que celle des éprouvettes de fatigue thermomécanique présentée au chapitre 3 sur la figure 3.2. La partie liner en polyuréthane est collée sur la partie composite à l'aide d'une colle époxy.

Les essais de traction quasistatique ont été réalisés sur les trois séquences d'empilement à une vitesse de déplacement de traverse imposée de 0,5mm/min. Les essais ont été effectués sur la machine hydraulique de fatigue INSTRON 1251 utilisée pour le banc de fatigue thermomécanique. Les mêmes mors à serrage manuel que pour les essais de fatigue thermomécanique ont été utilisés pour fixer les éprouvettes sur la machine. L'essai sur le drapage alterné a été suivi par émission acoustique. Le seuil de détection était de 50 dB (ce qui exclura, d'après les gammes d'amplitude déterminées dans le chapitre 3, la détection de certains échos dus à la fissuration matricielle). Les capteurs étaient positionnés comme présenté sur la figure 2.2 du chapitre 2.

En première approche, la contrainte a été calculée comme étant le rapport de la force appliquée F sur la section initiale de la partie composite S_{compo} (Eq.4.1).

$$\sigma = \frac{F}{S_{compo}} \quad (\text{Eq.4.1})$$

En effet, seule la partie composite de l'éprouvette en multicouche polymère/composite est fixée dans les mors de la machine de traction. La partie polymère en polyuréthane "suit" les déformations de la partie composite grâce au collage.

La déformation a été calculée par rapport au déplacement de la traverse de la machine d'essai. Elle est définie comme étant le rapport du déplacement de traverse ΔL_{mach} sur la longueur initiale L_{0mach} d'éprouvette entre les deux mors ($L_0 = 150$ mm). Elle sera nommée déformation machine ϵ_{mach} (Eq.4.2) :

$$\epsilon_{mach} = \frac{\Delta L_{mach}}{L_{0mach}} \quad (\text{Eq.4.2})$$

Sur la figure 4.2 sont représentées les courbes contrainte – déformation machine obtenues pour les trois séquences d'empilement testées.

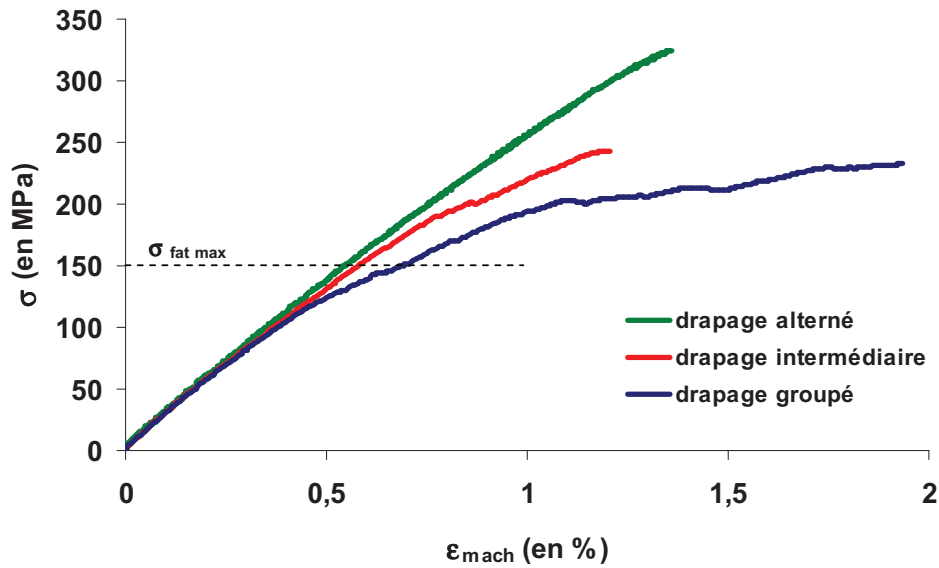


Figure 4.2 : Courbes contrainte – déformation machine obtenues sur les trois drapages “influence de l’alternance des plis” lors d’essais de traction quasistatique jusqu’à rupture.

On peut voir que les trois drapages ont le même comportement élastique linéaire aux faibles niveaux de contrainte et de déformation. Les modules E_{mach} ont été mesurés en calculant la pente de la partie linéaire des différentes courbes contrainte – déformation machine. Les valeurs mesurées, récapitulées dans le tableau 4.1, montrent que les trois drapages ont quasiment le même module. Ceci s’explique par le fait que chaque drapage est composé du même nombre de couches A et B ce qui conduit donc, théoriquement, au même module longitudinal E_{xx} . En prenant une moyenne des différentes mesures, le module E_{mach} des drapages “influence de l’alternance des plis” est de $28,1 \pm 0,4$ GPa.

	Module E_{mach} (en GPa)	Seuil d’apparition de l’endommagement (en MPa)
Drapage groupé	28,0	100
Drapage intermédiaire	28,6	160
Drapage alterné	27,8	210

Tableau 4.1 : Modules E_{mach} mesurés et seuils d’apparition de l’endommagement (perte de linéarité) sur les drapages “influence de l’alternance des plis”.

On voit sur la figure 4.2, qu'après cette première partie linéaire, les courbes des différents drapages se séparent. Le changement de comportement est marqué par une perte de linéarité, la pente locale des courbes diminuant par rapport à la valeur mesurée au pied de la courbe. Plus les couches A et B sont épaisses, plus la perte de linéarité est précoce et accentuée. Le suivi par émission acoustique de l'essai sur le drapage alterné montre que les premiers échos détectés correspondent à la perte de linéarité de la courbe contrainte – déformation machine correspondante. On peut donc associer la perte de linéarité des courbes de la figure 4.2 à l'apparition des endommagements dans la partie composite du multicouche. Des seuils d'apparition de l'endommagement peuvent donc être définis à partir de cette perte de linéarité de la courbe. Les valeurs de ces seuils sont récapitulées dans le tableau 4.1. Cela montre que plus les couches A et B sont épaisses, plus l'endommagement apparaît tôt au cours de l'essai.

Enfin, les trois séquences d'empilements ont été menées à rupture. Les valeurs des contraintes à rupture obtenues et des déformations machine associées sont récapitulées dans le tableau 4.2. On voit dans ce tableau que lorsque l'épaisseur des couches A et B augmente, la valeur de la contrainte à rupture du multicouche polymère/composite diminue. Les photos des éprouvettes rompues sont présentées dans la figure 4.3. Ces photos montrent que la rupture des éprouvettes est répartie sur toute la longueur.

	Contrainte à rupture σ_r (en MPa)	Déformation machine à rupture ε_{mach}^r (en %)
Drapage groupé	232,4	1,93
Drapage intermédiaire	242,7	1,19
Drapage alterné	324,2	1,36

Tableau 4.2 : Caractéristiques à rupture mesurées sur les drapages 'influence de l'alternance des plis'.

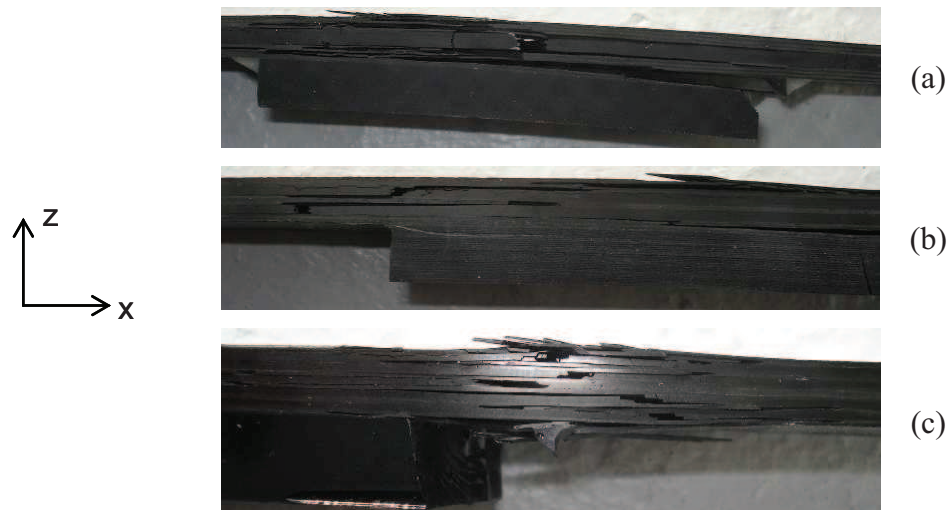


Figure 4.3 : Photos des éprouvettes rompues en traction quasistatique : (a) drapage groupé, (b) drapage intermédiaire, (c) drapage alterné.

L'étude des drapages "influence de l'alternance des plis" en traction quasistatique permet donc de mettre en évidence une influence de l'épaisseur des couches A et B. Les couches A et B épaisses favorisent une apparition plus précoce de l'endommagement au cours de l'essai bien que les différentes séquences d'empilement aient le même comportement élastique linéaire en début d'essai. Des couches A et B alternées conduisent elles à de meilleures performances sous ce type de sollicitation.

L'alternance des couches A et B ayant une influence sur l'endommagement en traction quasistatique, on peut donc se demander si l'épaisseur des couches A et B a une influence en fatigue thermomécanique.

4.1.3 Comportement en fatigue thermomécanique

Des essais de fatigue thermomécanique ont été réalisés sur les trois drapages "influence de l'alternance des plis", afin d'étudier l'influence de la séquence d'empilement sous ce type de sollicitation.

Pour cela, le banc de fatigue thermomécanique présenté au chapitre 2 a été utilisé. Ce banc de fatigue permet d'appliquer aux éprouvettes un chargement uniaxial alors que, dans le réservoir, le chargement est biaxial. Les niveaux de contraintes atteints dans le multicouche pour ces deux types de chargement sont totalement différents. L'étude de l'influence de l'alternance des plis en fatigue thermomécanique est donc une étude qualitative réalisée sur un

drapage non optimisé par rapport aux conditions de service réelles du réservoir. La charge maximale appliquée en fatigue thermomécanique a été définie par rapport aux courbes contrainte – déformation machine, des essais de traction quasistatique. La valeur maximale de la contrainte appliquée σ_{fatmax} est de 150 MPa (figure 4.2). Cette valeur a été choisie de manière à être dans la partie linéaire de la courbe de traction pour le drapage alterné ($\sigma_{fatmax} = 46\% \sigma_{alterné}$), au niveau de la perte de linéarité de cette courbe pour le drapage intermédiaire ($\sigma_{fatmax} = 61,8\% \sigma_{intermédiaire}$) et clairement dans la partie non linéaire de la courbe de traction pour le drapage groupé ($\sigma_{fatmax} = 64,5\% \sigma_{groupé}$). Cette charge maximale a été retenue afin d'avoir des comportements différents de la partie composite du multicouche.

Pour les essais de fatigue thermomécanique, le cycle de température présenté sur la figure 2.6 du chapitre 2 a été utilisé. Le cycle de charge est de forme trapézoïdale. Il comporte une montée jusqu'à la charge maximale σ_{fatmax} en deux minutes, comme la durée de la montée en température. Ces deux minutes correspondent au temps de remplissage du réservoir. Puis la charge est maintenue au maximum pendant que la phase de refroidissement du cycle de température se déroule. Ce maintien à la charge maximale dure six minutes. Enfin, un retour à la charge initiale est effectué en une minute. Le cycle de fatigue thermomécanique appliqué est présenté sur la figure 4.4.

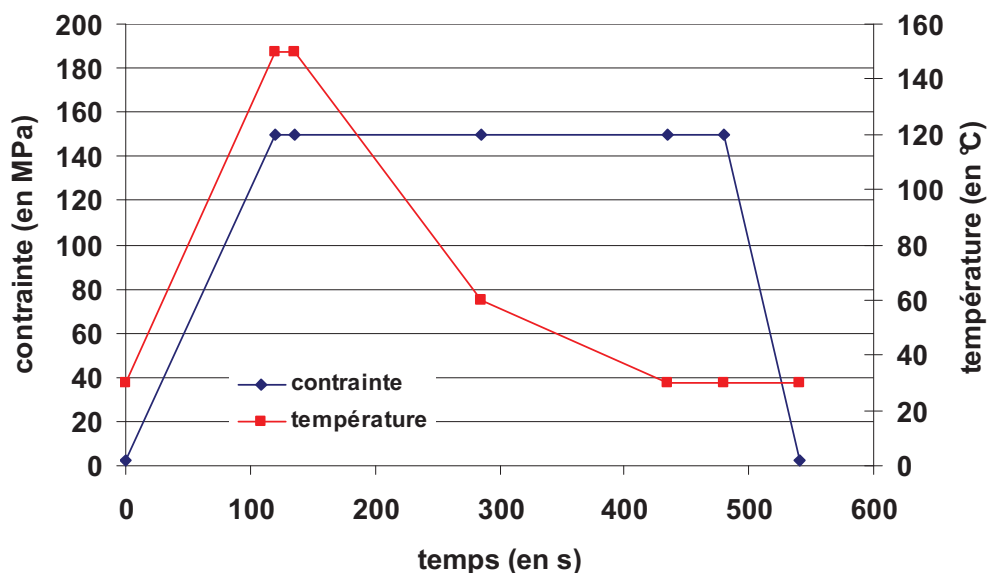


Figure 4.4 : Cycle de fatigue thermomécanique appliqué pour l'étude des drapages "influence de l'alternance des plis".

Le début de ces essais de fatigue thermomécanique a été suivi par émission acoustique. Comme pour l'essai de traction quasistatique sur le drapage alterné, le seuil de détection des capteurs a été fixé à 50 dB. De plus, des observations microscopiques de l'endommagement ont été réalisées sur la tranche des éprouvettes préalablement polie, comme présenté au chapitre 2.

Les éprouvettes ont été démontées de la machine de fatigue pour effectuer ces observations. Les arrêts au cours de l'essai ont été déterminés par rapport à l'activité acoustique enregistrée. L'évolution du nombre d'événements acoustiques cumulés au cours des essais de fatigue thermomécanique est représentée pour chaque séquence d'empilement testée sur la figure 4.5. L'activité acoustique a été enregistrée au cours du premier cycle pour le drapage groupé et au cours des 400 premiers cycles pour les drapages intermédiaire et alterné.

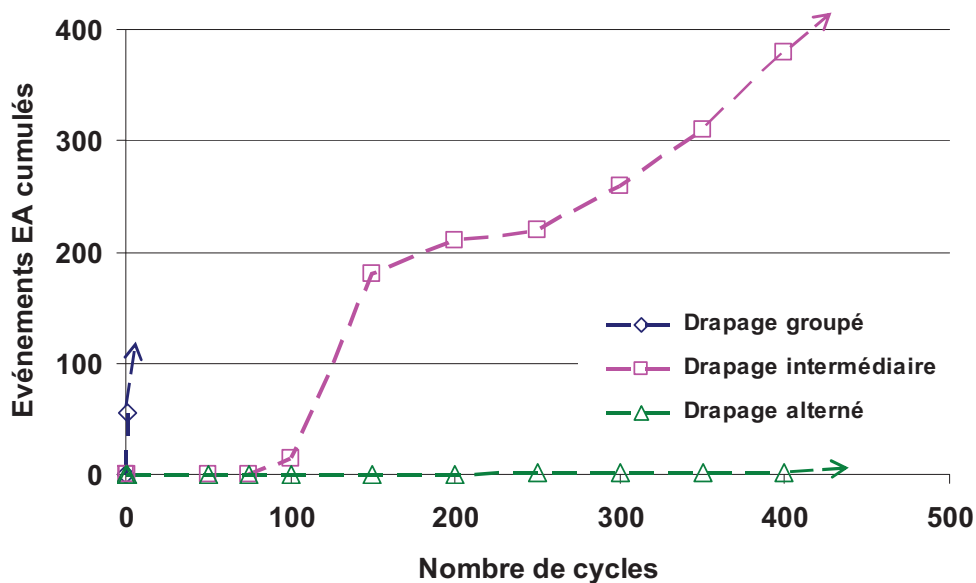


Figure 4.5 : Nombres cumulés d'événements d'émission acoustique détectés dans la zone d'écoute en fatigue thermomécanique sur les multicouches avec les drapages "influence de l'alternance des plis".

Pour le drapage groupé, l'activité acoustique est très importante dès le début de l'essai. En effet, 56 événements ont été enregistrés au cours du premier cycle de fatigue thermomécanique. Ceci s'explique par le fait que la charge maximale appliquée pendant l'essai de fatigue thermomécanique est supérieure à la charge seuil au dessus de laquelle la courbe contrainte – déformation machine de l'essai de traction quasistatique perd sa linéarité.

Il y a donc développement de l'endommagement dès le premier cycle pour ce drapage. Pour les deux autres drapages, la contrainte seuil de perte de linéarité est supérieure à la contrainte maximale appliquée en fatigue thermomécanique. Les drapages intermédiaire et alterné ne s'endommagent donc pas dès le premier cycle de fatigue thermomécanique d'où l'absence d'activité acoustique au cours des premiers cycles. Néanmoins, cette contrainte seuil est proche de la contrainte maximale appliquée en fatigue pour le drapage intermédiaire. Ainsi, l'activité acoustique débute à partir d'environ 100 cycles pour ce drapage. Pour le drapage alterné, seulement deux événements d'émission acoustique ont été enregistrés après 400 cycles de fatigue thermomécanique. Ce drapage s'endommage donc peu, ce qui concorde bien avec le comportement de ce drapage en traction quasistatique où le seuil d'apparition de l'endommagement et la contrainte à rupture étaient plus élevés que pour les deux autres drapages.

L'activité acoustique au cours des essais de fatigue thermomécanique est donc en accord avec les seuils d'apparition de l'endommagement obtenus au cours des essais de traction quasistatique. Plus la contrainte maximale appliquée en fatigue est voisine du seuil d'apparition de l'endommagement, plus l'endommagement apparaît tôt au cours du cyclage et, si la contrainte maximale appliquée en cyclage est supérieure au seuil d'apparition de l'endommagement, l'endommagement se développe dès le premier cycle de fatigue thermomécanique. Cette mise en évidence de seuils d'amorçage de l'endommagement montre donc que le multicouche est soumis à un phénomène de fatigue.

Le suivi des essais sur le drapage groupé et sur le drapage intermédiaire montre que l'activité acoustique continue d'augmenter après l'apparition de l'endommagement. Ceci met donc en évidence un cumul de l'endommagement par fatigue.

Afin de caractériser le type d'endommagement engendré par le cyclage thermomécanique, des observations microscopiques ont été réalisées. Ces observations ont été effectuées sur la tranche des éprouvettes au cours du premier cycle pour le drapage $[A_3B_2]_s$ et après 400 cycles pour les drapages $[A_2B_2A]_s$ et $[ABABA]_s$. Pour les trois drapages, les endommagements sont localisés dans les couches B et aux interfaces des couches A et B. Néanmoins, les types d'endommagement observés sont différents selon les drapages.

Dans le cas des drapages alterné et intermédiaire, des fissures matricielles traversant l'épaisseur des couches B de part en part ont été observées (figure 4.6(a)). L'observation fine de ces fissures (figure 4.6(b)) montre des empreintes de fibres le long des lèvres de la fissure, témoins de décohésions fibres/matrice. Seules quelques fissures dans les couches fines B ont été observées dans le cas du drapage alterné $[ABABA]_s$. Pour le drapage intermédiaire $[A_2B_2A]_s$, les fissures observées dans les couches B après 400 cycles sont beaucoup plus nombreuses que pour le drapage alterné après le même nombre de cycles de fatigue thermomécanique. De plus, des délaminages entre les couches A et B, dans le prolongement des fissures traversant les couches B de part en part, ont été observés dans le cas de ce drapage. Un délaminage important est également présent entre les plis A et B sous toute la zone où le liner polymère est collé (figure 4.6(c)). Il est plus ouvert au centre de l'éprouvette avec une ouverture allant jusqu'à $150\mu\text{m}$.

Dans le cas du drapage $[A_3B_2]_s$ où les couches B sont toutes groupées au cœur de l'éprouvette, les endommagements observés sont différents. Les observations montrent non pas des fissures traversant l'épaisseur des couches B de part en part mais des fissures linéaires par morceaux, dans toutes les directions au sein des couches B. Des ramifications entre les différentes fissures donnent un aspect morcelé à la couche centrale du composite (figure 4.6(d)). De plus, des délaminages entre les couches A et B ont été observés dans le prolongement de ces fissures. Il est à noter que ces endommagements très nombreux et très sévères pour ce drapage ont été observés dès le premier cycle de fatigue thermomécanique.

Les observations microscopiques de l'endommagement dans les trois drapages "influence de l'alternance des plis" sont donc cohérentes avec les résultats du suivi des essais par émission acoustique. En effet, pour le drapage alterné, les quelques échos détectés au cours des 400 premiers cycles de fatigue thermomécanique correspondent aux quelques fissures observées. L'activité acoustique plus importante enregistrée pour le drapage intermédiaire correspond à l'apparition d'un plus grand nombre d'endommagements au cours des 400 premiers cycles de fatigue thermomécanique. Enfin, l'activité acoustique très intense au cours du premier cycle de fatigue thermomécanique pour le drapage groupé peut être mise en relation avec les endommagements très nombreux et très sévères qui sont apparus au cours de ce premier cycle.

De plus, ces essais de fatigue thermomécanique ont permis de mettre en évidence une influence de l'alternance des plis sur le type d'endommagement observé. En effet, la présence d'une couche épaisse centrale B dans le cas du drapage groupé conduit à un endommagement beaucoup plus sévère que pour les autres drapages où l'épaisseur des couches B est plus faible.

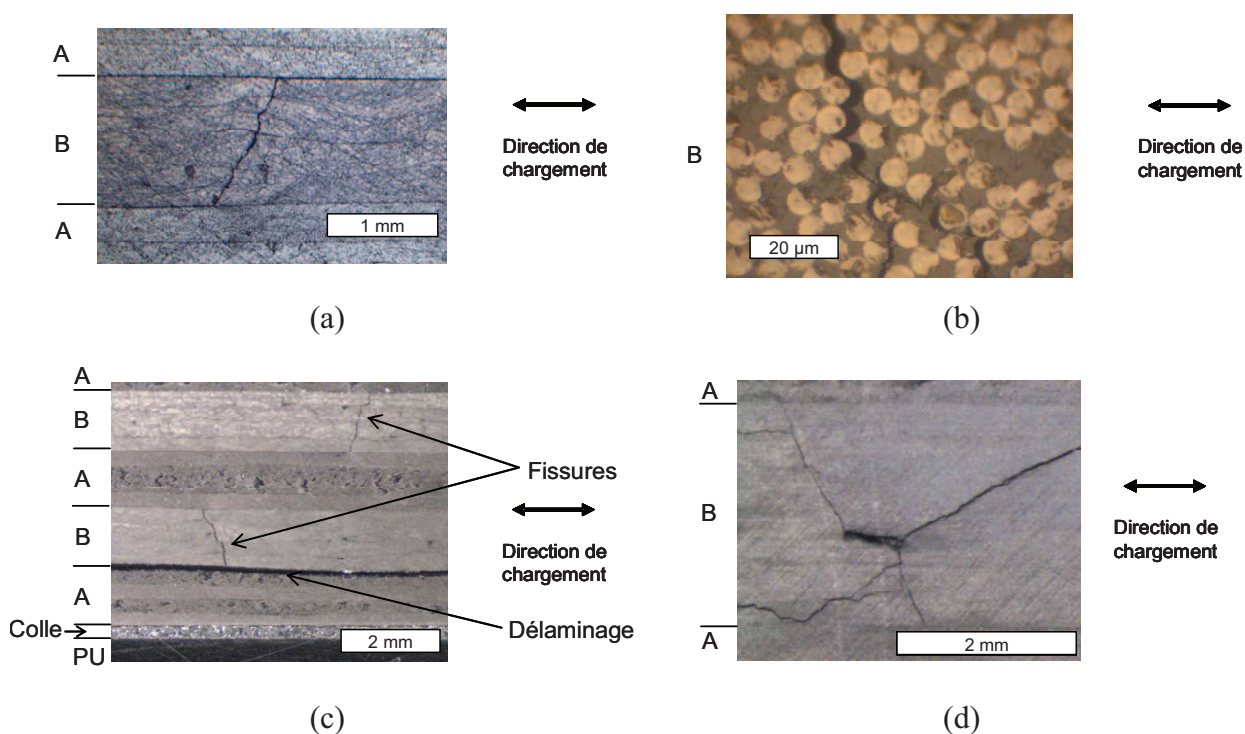


Figure 4.6 : Observations microscopiques pour une sollicitation en fatigue thermomécanique (a) d'une fissure matricielle traversant la couche B dans son épaisseur ainsi que de délaminages partant des pointes de fissure observés après 400 cycles sur le drapage $[A_2B_2A]_s$, (b) d'une fissure matricielle et de décohésions fibres/matrice observées après 400 cycles sur le drapage $[ABABA]_s$, (c) du délaminage très ouvert présent sous la zone de collage du liner ainsi que de deux fissures matricielles traversant la couche B dans son épaisseur observés après 400 cycles sur le drapage $[A_2B_2A]_s$ et (d) de l'aspect morcelé de la couche centrale B observé après un cycle sur le drapage $[A_3B_2]_s$.

Un autre essai de fatigue thermomécanique sur le drapage groupé a été suivi avec une caméra haute résolution. Ce suivi a permis de pouvoir mesurer l'évolution de l'ouverture des endommagements au cours du cyclage. Les endommagements apparaissent dès le premier cycle pour ce drapage. Des photos prises au cours de ce cycle sont présentées sur la figure 4.7. Les photos (a) et (b) montrent l'apparition de l'endommagement dans la couche centrale B au cours de la montée en charge puis, la troisième photo montre que l'ouverture de l'endommagement augmente au cours du palier de maintien à la charge maximale. Enfin, la

quatrième photo montre l'ouverture résiduelle de l'endommagement après le déchargement, à la fin du premier cycle.

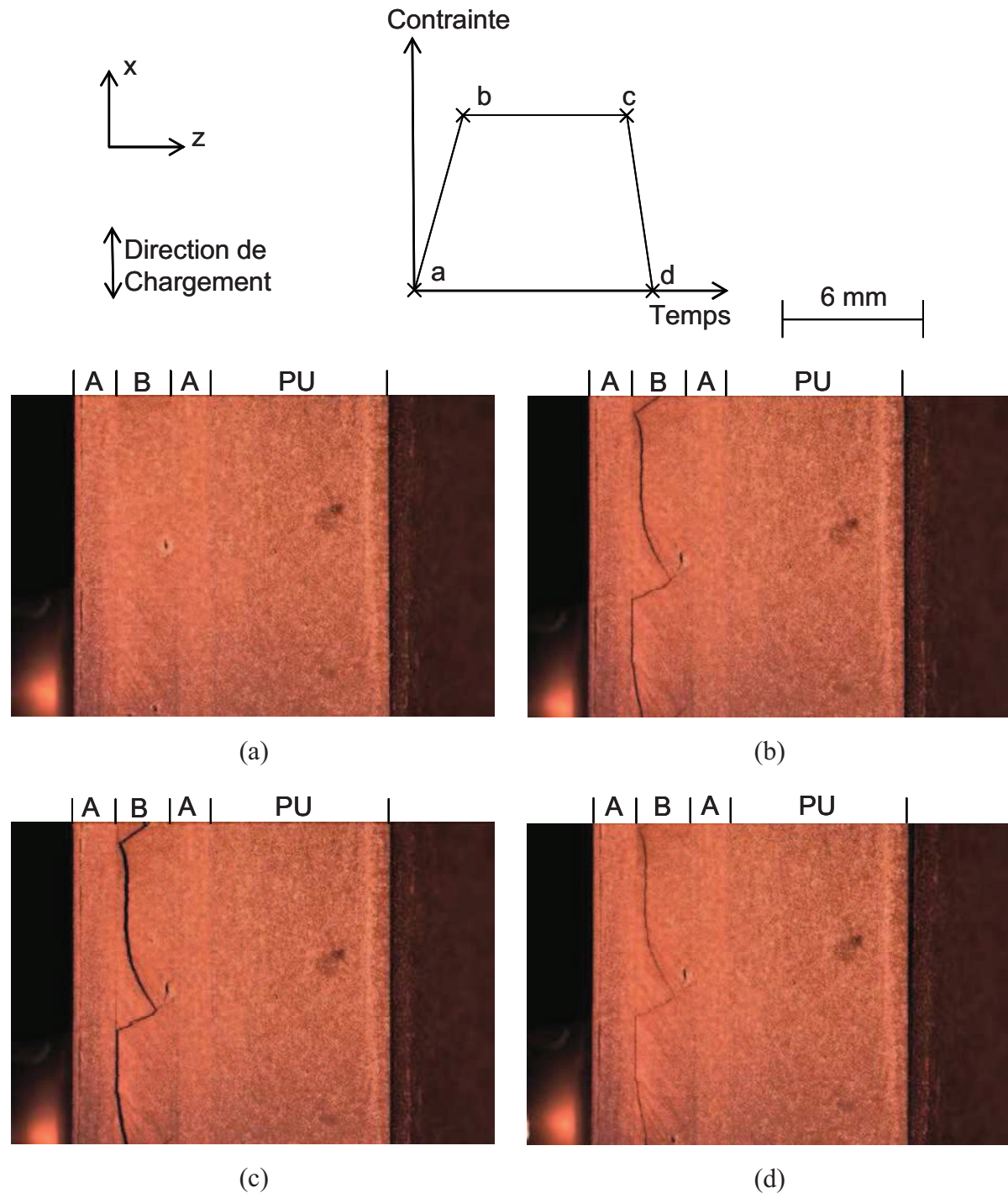


Figure 4.7 : Photos prises au cours du premier cycle de fatigue thermomécanique sur le drapage groupé $[A_3B_2]_s$ à différents instants du cycle : (a) début du cycle ($t=0s$), (b) fin de la montée en charge ($t=120s$), (c) fin du palier de maintien à la charge maximale ($t=480s$) et (d) après la décharge ($t=540s$).

L'analyse de ces photos sur plusieurs cycles a permis de suivre, pour un endommagement donné, l'évolution de son ouverture. La figure 4.8 présente cette évolution, au cours des trois premiers cycles de fatigue, normée par rapport à son ouverture à la fin de la première montée en charge. Cette figure montre que l'endommagement apparaît au cours de la première montée en charge et continue de s'ouvrir fortement au cours du palier de maintien à la charge maximale. Il continue également à s'ouvrir au cours des paliers des deux cycles suivants. De plus, l'ouverture résiduelle en fin de cycle augmente également au cours du cyclage. Ce suivi par caméra haute résolution au cours de l'essai montre donc que les endommagements du drapage groupé évoluent à la fois au cours de la montée en charge mais aussi au cours du maintien à la charge maximale.

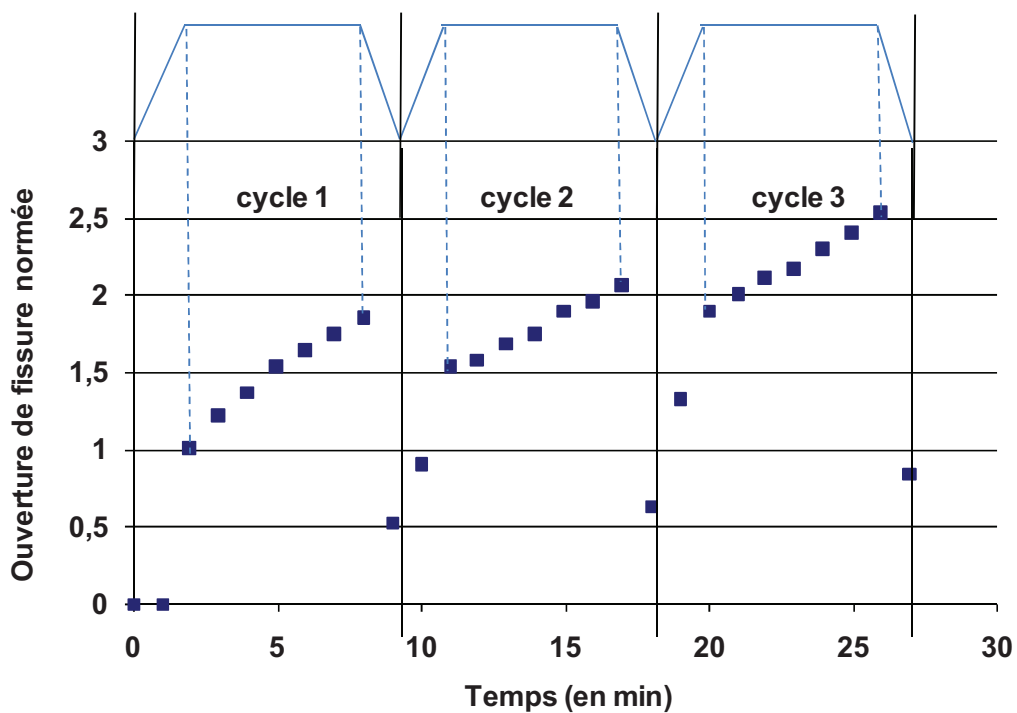


Figure 4.8 : Evolution de l'ouverture d'une fissure au cours des trois premiers cycles de fatigue thermomécanique sur le drapage groupé.

Pour le drapage alterné, après 1100 cycles de fatigue thermomécanique, les observations microscopiques montraient que peu de fissures étaient apparues au cours du cyclage. Un cycle de fatigue thermomécanique durant neuf minutes, le temps d'essai nécessaire pour aller jusqu'à la rupture de l'éprouvette risquait de devenir très long. L'essai pour ce drapage a donc été arrêté à 1100 cycles, avant la rupture de l'éprouvette. Les essais de fatigue thermomécanique sur les drapages groupé et intermédiaire ont été menés jusqu'à

rupture. Les nombres de cycles à rupture obtenus pour ces deux drapages, ainsi que le nombre de cycles atteints en fatigue thermomécanique sur le drapage alterné, sont présentés dans le tableau 4.3.

Les nombres de cycles à rupture montrent que plus les couches A et B sont alternées, plus la durée de vie augmente. Ces résultats montrent également l'influence importante de la séquence d'empilement sur la durée de vie en fatigue thermomécanique de ces multicouches et donc l'importance de l'optimisation de la séquence d'empilement de la partie composite dans les réservoirs bobinés.

	Nombre de cycles à rupture
Drapage groupé	210 cycles
	113 cycles
Drapage intermédiaire	433 cycles
	279 cycles
Drapage alterné	> 1100 cycles

Tableau 4.3 : Nombres de cycles à rupture obtenus pour les essais de fatigue thermomécanique sur les drapages "influence de l'alternance des plis".

4.1.4 Bilan sur l'influence de la séquence d'empilement

Une influence de l'alternance des plis de la partie stratifiée des multicouches a tout d'abord été mise en évidence en traction quasistatique : la présence de couches B épaisses conduit à un seuil d'apparition de l'endommagement plus précoce et à une contrainte à rupture plus faible que dans le cas de couches B plus fines.

Puis, les essais de cyclage thermomécanique sur les drapages "influence de l'alternance des plis" ont également montré l'influence de la séquence d'empilement, avec en plus, la présence d'un phénomène de fatigue. Le suivi par émission acoustique de ces essais est cohérent avec les seuils d'apparition de l'endommagement observés en traction quasistatique. De plus, le développement de l'endommagement dépend, comme en traction quasistatique, de l'alternance des plis. Ainsi, la couche épaisse B du drapage groupé conduit à des endommagements plus sévères que les couches B plus fines des deux autres drapages.

D'autre part, dans le cas du drapage groupé, un suivi de l'ouverture de fissure a montré que les endommagements évoluent à la fois pendant la montée en charge et pendant le palier de maintien à la charge maximale. On peut également noter que l'épaisseur des couches B a une influence sur la cinétique d'endommagement. Ainsi, les drapages intermédiaire et alterné présentent les mêmes types d'endommagements, mais le nombre d'endommagements observés après un même nombre de cycles de fatigue thermomécanique est plus important lorsque l'épaisseur des couches B augmente. Ces résultats montrent l'importance du choix de la séquence d'empilement de la partie composite dans le réservoir bobiné.

4.2 Mise au point d'une éprouvette technologique

Dans le réservoir sous pression, le composite est soumis à une sollicitation biaxiale avec un effort axial et un effort circonférentiel. Or, les essais réalisés sur le banc de fatigue thermomécanique au sein du laboratoire sont des essais où l'effort appliqué est uniaxial. Mais la réalisation d'essais avec un champ de contrainte biaxial n'est pas possible actuellement au sein du laboratoire et est également plus coûteux que la réalisation d'essais uniaxiaux. Pour cela, un nouveau drapage, associé à un chargement uniaxial imposé, a été conçu afin de conduire à des niveaux de contraintes "équivalents" dans les couches, c'est-à-dire voisins de ceux ressentis par le matériau constitutif du réservoir d'hydrogène sous pression.

Après avoir mis en évidence les différences de niveaux de contraintes engendrées par un chargement uniaxial ou biaxial, un "drapage représentatif" des conditions de service sera présenté. Il a été déterminé tout d'abord par un calcul analytique puis validé par un calcul éléments finis. Enfin, le calcul par éléments finis permettra également d'optimiser les éprouvettes de fatigue thermomécanique en mettant en évidence l'influence d'un paramètre structural de l'éprouvette : le collage du liner polyuréthane.

4.2.1 Influence du type de chargement (uniaxial/biaxial)

Afin de calculer les niveaux de contraintes atteints au sein du réservoir sous pression et au sein des éprouvettes testées, un calcul analytique a été effectué. Il consiste à faire l'hypothèse que le calcul est effectué sur une plaque plane infinie. Avec ce calcul analytique, il est donc possible d'appliquer des chargements uniaxiaux et biaxiaux. Dans la suite, les

niveaux de contraintes σ_{11} , σ_{22} et σ_{12} correspondent aux contraintes exprimées dans le repère local lié au pli (figure 4.9).

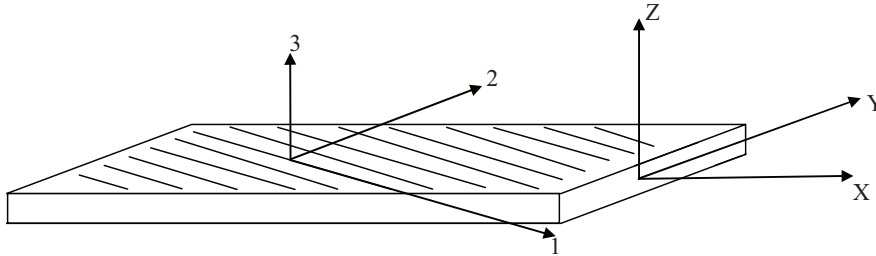


Figure 4.9 : Repères du pli composite.

Les contraintes σ_{11} , σ_{22} et σ_{12} sont calculées dans les différents plis du stratifié composite.

Le calcul analytique étant effectué sur des plaques planes, il faut connaître la contrainte axiale σ_{0x} suivant l'axe x du réservoir et la contrainte circonférentielle σ_{0y} suivant l'axe y du réservoir (figure 4.10). Les valeurs des contraintes dans les axes principaux du réservoir vont dépendre de la géométrie du réservoir (rayon interne R_0 et épaisseur e_0) ainsi que de sa pression interne P_0 .

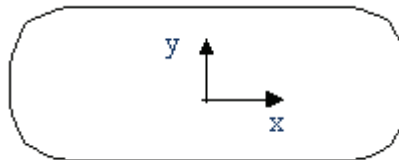


Figure 4.10 : Axes du réservoir.

Afin de calculer les contraintes σ_{0x} , un équilibre des forces sur un fond du réservoir (figure 4.11(a)) entre la force due à la pression interne P_0 et la force de cohésion due à la contrainte σ_{0x} suivant l'axe x a été effectué (Eq.4.3) :

$$\pi R_0^2 \times P_0 = 2\pi R_0 e_0 \times \sigma_{0x} \Rightarrow \sigma_{0x} = \frac{P_0 R_0}{2e_0} \quad (\text{Eq.4.3})$$

De la même manière, un équilibre des forces sur un demi-cylindre (figure 4.11(b)) entre la force due à la pression interne P_0 et la force de cohésion due à la contrainte σ_{0y} suivant l'axe y a été effectué (Eq.4.4) :

$$2R_0l \times P_0 = 2e_0l \times \sigma_{0y} \Rightarrow \sigma_{0y} = \frac{P_0R_0}{e_0} \quad (\text{Eq.4.4})$$

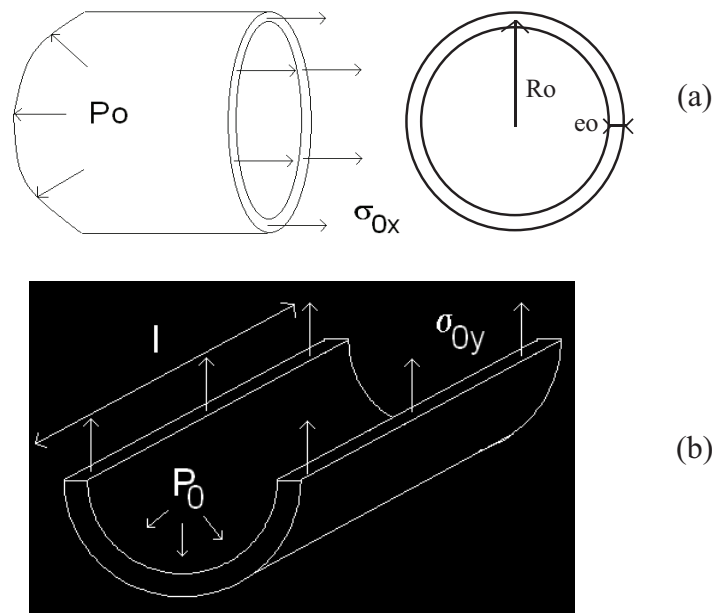


Figure 4.11 : Calcul des contraintes dans un réservoir sous pression par équilibre des forces extérieures et des forces intérieures (a) sur un fond de réservoir pour σ_{0x} et (b) sur un demi-cylindre pour σ_{0y} .

Pour les réservoirs à hydrogène étudié, la pression de remplissage P_0 est de 875 bars afin d'obtenir une pression finale de 700 bars après retour à l'équilibre de l'hydrogène. On peut donc calculer les contraintes subies par le réservoir dans ces axes principaux grâce à sa géométrie. Les valeurs obtenues pour une pression de 875 bars sont récapitulées dans le tableau 4.4.

σ_{0x} (en MPa)	155
σ_{0y} (en MPa)	310

Tableau 4.4 : Contraintes calculées dans les axes principaux du réservoir pour une pression de 875 bars.

Dans un premier temps, le calcul analytique a été utilisé afin de calculer les niveaux de contraintes atteints dans les drapages “influence de la séquence d’empilement” pour un chargement biaxial correspondant à une pression de 875 bars dans le réservoir et pour un chargement uniaxial correspondant uniquement à la composante σ_{0x} de ce chargement biaxial (l’axe x du réservoir correspondant à l’orientation 0° pour les plis de la partie composite). Le calcul analytique sera le même pour les trois séquences d’empilement testées précédemment. En effet, l’alternance des plis n’est pas prise en compte dans ce calcul analytique sur des plaques planes infinies. Le drapage utilisé est donc composé de 6 plis à $+\theta_A$, 6 plis à $-\theta_A$, 4 plis à $+\theta_B$ et 4 plis à $-\theta_B$. Les valeurs des contraintes calculées dans les différents plis pour le chargement biaxial et pour le chargement uniaxial sont récapitulées dans le tableau 4.5.

	Chargement biaxial $P_0=875$ bars		Chargement uniaxial $\sigma_{0X} = 155$ MPa	
	$\pm \theta_A$	$\pm \theta_B$	$\pm \theta_A$	$\pm \theta_B$
σ_{11} (en MPa)	323,8	593,2	300	-100
σ_{22} (en MPa)	38,6	25,8	7,7	26,8
σ_{12} (en MPa)	$\pm 12,3$	± 2	$\pm 18,3$	$\pm 2,9$

Tableau 4.5 : Contraintes calculées dans les plis de la partie composite pour un chargement biaxial correspondant à une pression de 875 bars et un chargement uniaxial σ_{0x} de 155MPa.

Comme attendu, ces résultats montrent que la suppression des contraintes circonférentielles σ_{0y} dues à la pression interne modifie totalement les niveaux de contraintes atteints dans les plis du composite. Par exemple, les plis à $\pm \theta_B$ qui étaient sollicités en traction dans la direction des fibres pour un chargement biaxial sont sollicités en compression dans cette même direction sous un chargement uniaxial suivant l’axe x. Le cisaillement σ_{12} augmente également quand on passe d’un chargement biaxial à un chargement uniaxial. C’est pourquoi il est nécessaire de déterminer un drapage qui ressentirait, en étant sollicité par un chargement uniaxial, des niveaux de contraintes voisins de ceux atteints dans le réservoir sous un chargement biaxial.

4.2.2 Détermination d'un drapage "représentatif"

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

Pour ce dimensionnement, les niveaux de contraintes maximales atteints dans le réservoir ont été fournis par le CEA, partenaire du projet HYBOU. Les contraintes fournies proviennent des valeurs calculées sur un élément de la partie circonférentielle du réservoir. La localisation de l'élément utilisé est présentée sur la figure 4.12. Les valeurs des contraintes correspondent à une pression interne en hydrogène de 875 bars. Le drapage de ce réservoir comporte des plis avec huit angles d'orientations différentes ($\pm \theta_1$, $\pm \theta_2$, $\pm \theta_3$ et $\pm \theta_4$). Les différentes valeurs de E_1 , E_2 , ν_{12} et G_{12} utilisées pour le calcul ont été déterminées préalablement. Les valeurs des contraintes calculées dans les différents plis de la partie composite sont récapitulées dans le tableau 4.6.

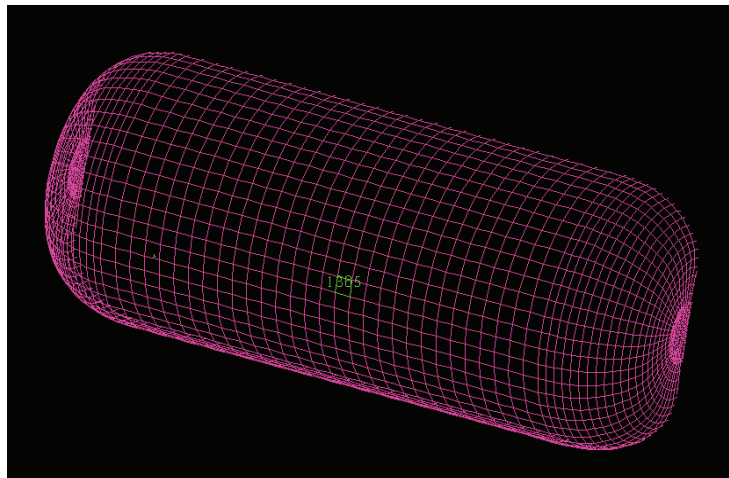


Figure 4.12 : Localisation de l'élément utilisé pour la détermination des contraintes dans le réservoir en conditions de service (calculs CEA).

Angle	Nombre de plis	σ_{11} (en MPa)		σ_{22} (en MPa)		σ_{12} (en MPa)	
		Calcul EF	Calcul Analytique	Calcul EF	Calcul Analytique	Calcul EF	Calcul Analytique
+ θ_1	8	389	370	<u>40,2</u>	37,7	3,7	4,1
- θ_1	7	408	388	39,2	36,8	-4,4	-4,8
+ θ_2	3	420	405	38,6	35,9	<u>4,6</u>	5,1
- θ_2	3	441	425	37,5	34,9	<u>-4,6</u>	-5,1
+ θ_3	5	455	443	36,8	34	4,3	4,8
- θ_3	5	472	460	35,8	33,1	-3,6	-4,1
+ θ_4	17	532	486	34,7	31,7	1,4	1,4
- θ_4	17	<u>535</u>	489	34,6	31,6	0	0

Tableau 4.6 : Contraintes maximales dans les plis du réservoir sous une pression de 875 bars : calcul CEA et calcul analytique sur une plaque infinie.

Les niveaux de contraintes dues à un chargement biaxial, représentatif d'un réservoir sous 875 bars de pression (tableau 4.4), ont été calculés sur le même drapage, avec les huit angles d'orientation différente, avec le calcul analytique sur une plaque plane infinie. Les valeurs obtenues sont récapitulées dans le tableau 4.6. Le but de cette comparaison est de valider ce calcul analytique par rapport aux résultats du calcul par éléments finis du CEA. Les résultats montrent un écart maximal de 9% pour les contraintes σ_{11} et σ_{22} et un écart maximal de 14% pour la contrainte σ_{12} . Le calcul analytique sur plaque plane donne donc des résultats acceptables. Il sera utilisé pour déterminer le drapage "représentatif" des conditions de service.

Afin d'être "conservatif", ce drapage a été déterminé afin de retrouver des valeurs de contraintes maximales voisins des niveaux de contraintes maximales atteints dans le réservoir sous pression (en gras et soulignés dans le tableau 4.6). Afin de simplifier la détermination de ce drapage, seules quatre angles différents d'orientation de pli ont été utilisés lors du calcul d'optimisation. Le drapage finalement proposé, après optimisation itérative, est composé de deux plis à +25°, deux plis à -25°, 8 plis à +65° et 8 plis à -65°. Avec une épaisseur de pli de

0,3mm, cet empilement conduit à une épaisseur totale de 6mm. Le calcul d'optimisation a permis de déterminer un chargement global uniaxial imposé de $\sigma_x = 129\text{MPa}$ qui conduira à des niveaux de contraintes dans le drapage "représentatif" "équivalents" à ceux ressentis dans le multicouche constitutif du réservoir.

Les niveaux de contraintes dans ce drapage ont été calculés avec les différentes valeurs de E_1, E_2, ν_{12} et G_{12} utilisées par le CEA. Dans le tableau 4.7 sont donnés les niveaux de contraintes ($\sigma_{11}, \sigma_{22}, \sigma_{12}$) et les déformations ($\varepsilon_{11}, \varepsilon_{22}, \varepsilon_{12}$) dans le repère lié au pli ainsi que les déformations ($\varepsilon_x, \varepsilon_y$) et les modules E_X, E_Y et G_{XY} dans le repère global pour le chargement global uniaxial appliqué ($\sigma_x = 129\text{MPa}$) déterminé par l'optimisation du drapage "représentatif" du réservoir.

Caractéristiques globales du stratifié						
E_X (en Gpa)	26,2			ε_x		$4,92.10^{-3}$
E_Y (en Gpa)	67,9			ε_y		$-1,27.10^{-3}$
G_{XY} (en Gpa)	23,3					
Contraintes et déformations dans les plis du stratifié						
Angle	σ_{11} (en Mpa)	σ_{22} (en Mpa)	σ_{12} (en Mpa)	ε_{11}	ε_{22}	ε_{12}
+ 25°	<u>536,7</u>	8,3	<u>- 22,8</u>	$3,8.10^{-3}$	$-1,6.10^{-4}$	$- 4,7.10^{-3}$
- 25°	<u>536,7</u>	8,3	<u>+ 22,8</u>	$3,8.10^{-3}$	$-1,6.10^{-4}$	$+ 4,7.10^{-3}$
+ 65°	-13	<u>37,9</u>	<u>- 22,8</u>	$-1,6.10^{-4}$	$3,8.10^{-3}$	$- 4,7.10^{-3}$
- 65°	-13	<u>37,9</u>	<u>+ 22,8</u>	$-1,6.10^{-4}$	$3,8.10^{-3}$	$+ 4,7.10^{-3}$

Tableau 4.7 : Contraintes et déformations analytiques d'un drapage "représentatif" des conditions de service sous un chargement uniaxial de $\sigma_x = 129\text{MPa}$.

On retrouve donc des niveaux de contraintes maximales équivalents à ceux calculés pour un chargement biaxial dans le drapage optimisé proposé par le CEA pour σ_{11} (environ 535 MPa) et σ_{22} (environ 40 MPa). Néanmoins, les valeurs de σ_{12} restent plus élevées que dans le drapage sollicité avec un chargement biaxial (23 MPa contre 5 MPa). Les résultats en particulier en durée de vie seront donc probablement plus faibles qu'en réalité.

Afin de valider ces résultats, une éprouvette a été modélisée sous Abaqus CAE en utilisant un drapage comprenant deux plis à $+25^\circ$, deux plis à -25° , 8 plis à $+65^\circ$ et 8 plis à -65° comme le drapage trouvé par calcul analytique. La séquence d'empilement choisie est : $[(+65^\circ/-65^\circ)_2(+25^\circ/-25^\circ)(+65^\circ/-65^\circ)_2]_8$. La géométrie de la partie composite est présentée sur la figure 4.13 suivante. Cette modélisation ne tient pas compte du liner polyuréthane.

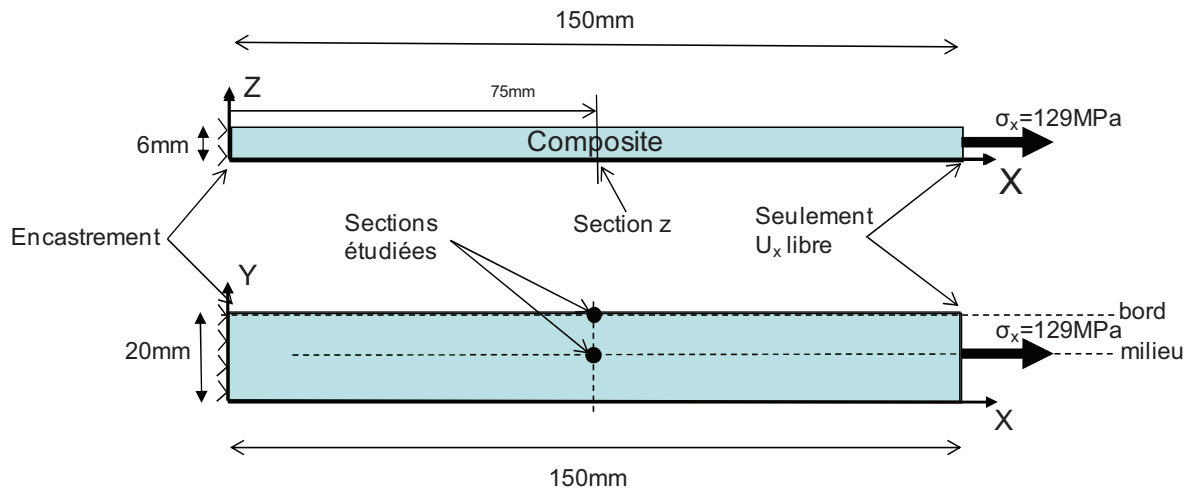


Figure 4.13 : Géométrie des éprouvettes modélisées, conditions aux limites, chargement appliqué et localisation des points de mesures.

Le calcul réalisé est un calcul élastique linéaire avec les caractéristiques matériaux qui ont servies au CEA pour effectuer leur calcul sur le réservoir entier. Des éléments quadratiques C3D20 ont été utilisés pour le maillage qui comporte 346013 nœuds et 80640 éléments. Les conditions aux limites sont appliquées sur la section droite et sur la section gauche de l'éprouvette : la section gauche est encastree, la section droite est libre uniquement suivant l'axe de traction x. Le chargement appliqué est une contrainte globale de 129 MPa suivant l'axe x. Sur la figure 4.13 sont représentés la géométrie des éprouvettes, les conditions aux limites, le chargement appliqué et la localisation des sections étudiées.

Contrairement au calcul analytique, dans le calcul par EF, la géométrie de l'éprouvette modélisée va engendrer des effets de bords. Ainsi, les valeurs de contraintes calculées seront comparées au milieu et sur le bord de l'éprouvette comme présenté sur la figure 4.13. Les valeurs sont prises sur deux sections suivant l'épaisseur de l'éprouvette (axe z) situées au 'milieu' et au 'bord' de l'éprouvette.

Les contraintes maximales atteintes dans les différents plis ont donc été relevées aux deux sections choisies et comparées aux valeurs cibles provenant du calcul du CEA sur le réservoir entier (en gras souligné dans le tableau 4.6). Les résultats pour σ_{11} , σ_{22} et σ_{12} sont présentés respectivement figures 4.14, 4.15 et 4.16. Comme pour le calcul analytique, on retrouve des niveaux de contraintes équivalents aux valeurs cibles déterminées par le calcul du CEA pour σ_{11} et σ_{22} . Les valeurs de σ_{12} restent beaucoup plus élevées que celles calculées par le CEA. De plus, l'évolution des contraintes aux deux points de mesures 'milieu' et 'bord' montre un effet de bord. En effet, la présence du bord de l'éprouvette diminue la contrainte maximale σ_{11} , augmente légèrement la contrainte maximale σ_{22} et accentue l'amplitude des oscillations de la contraintes σ_{12} dans les plis à $\pm 25^\circ$. Le nouveau drapage est donc toujours "conservatif". Mais il est à noter que dans le réservoir utilisé pour stocker l'hydrogène, il n'y aura pas d'effets de bords, la structure étant une structure fermée. Les effets de bords sur les éprouvettes représentatives seront donc a priori pénalisants en particulier sur les résultats en durée de vie.

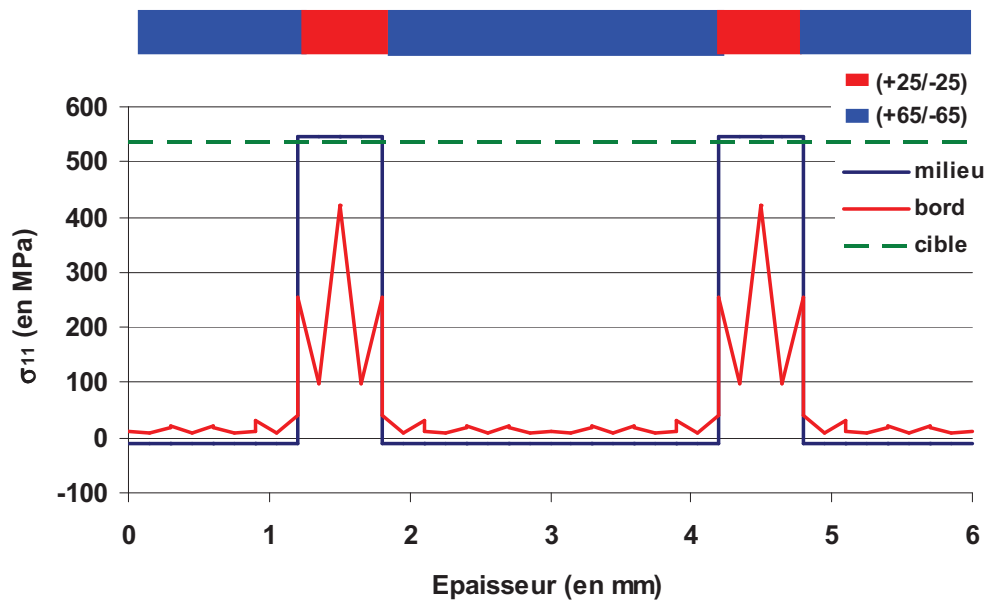


Figure 4.14 : Evolution de la contrainte σ_{11} au bord et au milieu de l'éprouvette "représentative" le long de l'épaisseur (axe z) et valeur cible définie par le calcul du CEA.

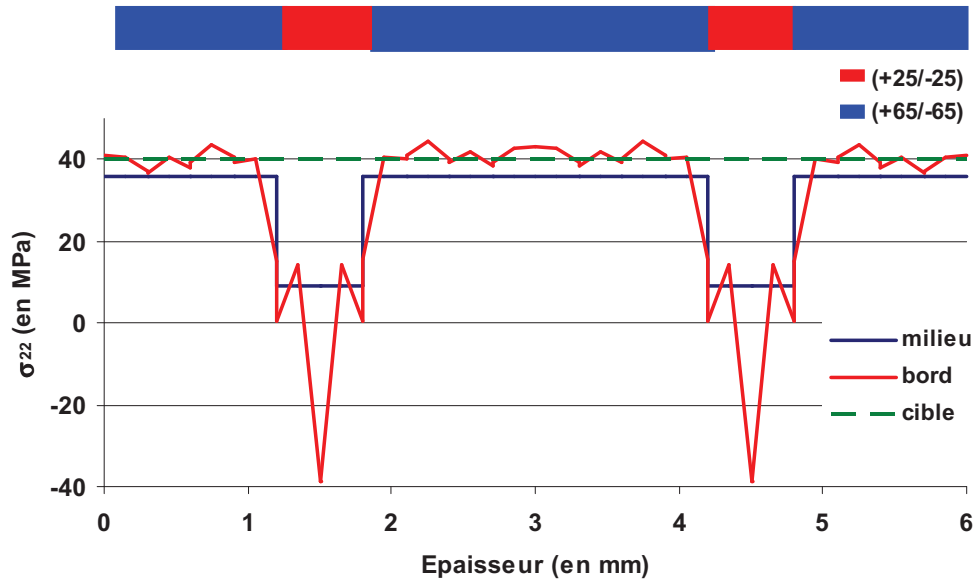


Figure 4.15 : Evolution de la contrainte σ_{22} au bord et au milieu de l'éprouvette "représentative" le long de l'épaisseur (axe z) et valeur cible définie par le calcul du CEA.

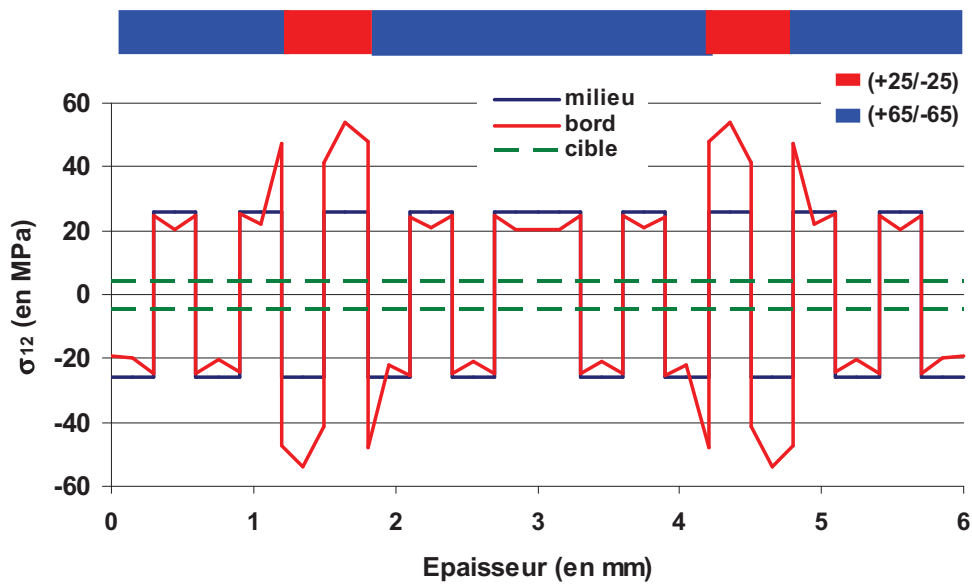


Figure 4.16 : Evolution de la contrainte σ_{12} au bord et au milieu de l'éprouvette "représentative" le long de l'épaisseur (axe z) et valeur cible définie par le calcul du CEA.

4.2.3 Influence du collage du liner polymère

Pour l'étude des drapages "influence de l'alternance des plis", la partie liner polymère en polyuréthane était collée sur la partie composite. Afin de voir l'influence du

collage du liner polymère, un calcul éléments finis a été réalisé sur une éprouvette “représentative” des conditions de services avec liner polymère. Pour cette étude, la couche de colle entre le polymère et le composite n’a pas été modélisée, les nœuds communs aux surfaces du polymère et du composite ont été liés. Un comportement élastique linéaire du liner polymère en polyuréthane a été utilisé. Les caractéristiques élastiques du matériau polymère sont récapitulées dans le tableau 4.8. Elles correspondent à la valeur obtenue au cours de l’étude expérimentale des matériaux constitutifs du multicouche polymère/composite (chapitre 3) pour le module d’Young et pour le coefficient de Poisson à la valeur utilisée par le CEA pour ses calculs.

E (en GPa)	2,15
ν	0,4

Tableau 4.8 : Caractéristiques mécaniques du polyuréthane utilisées pour le calcul par éléments finis.

Les mêmes conditions aux limites ainsi que le même chargement que pour l’étude du drapage “représentatif” ont été utilisées. Sur la figure 4.17 est présentée la déformée globale de l’éprouvette. Cette déformée permet de mettre en évidence un phénomène de flexion dû au collage du liner polymère. En effet, sans le polymère collé, la symétrie du drapage induit un phénomène de traction pure sur la structure testée. Le collage du polyuréthane va casser cette symétrie et induire un phénomène de flexion. Dans le cas du drapage “représentatif”, la flèche maximale calculée est de 0,2 mm pour le chargement global uniaxial de 129 MPa déterminé préalablement.

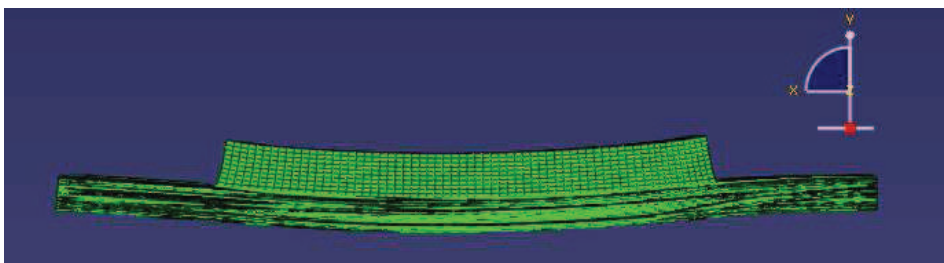


Figure 4.17 : Flexion due au collage du liner polymère sur une éprouvette “représentative” des conditions de service sous un chargement uniaxial (échelle amplifiée).

L'état de flexion va engendrer une dissymétrie des contraintes atteintes dans les différents plis du composite. En effet, les contraintes vont augmenter dans les zones où le rayon de courbure est grand, et diminuer quand le rayon de courbure est petit (figure 4.18). Afin d'éviter ce phénomène, les essais de fatigue thermomécanique sur les éprouvettes "représentatives" des conditions de service du réservoir ont donc été réalisés sans coller la partie liner polymère sur la partie composite. Le contact entre les deux parties est effectué par gel thermique afin de conserver la diffusion de chaleur de la partie liner polymère vers la partie composite. Le maintien est effectué par pression à l'aide de pinces.

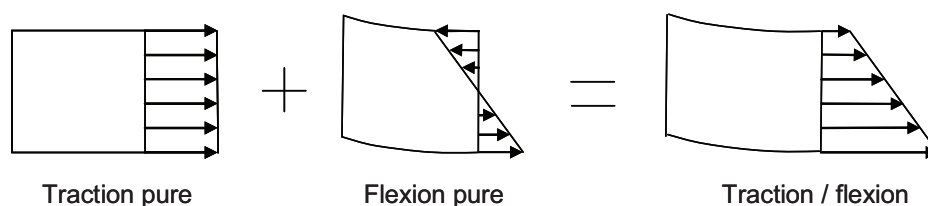


Figure 4.18 : Schéma d'un profil de contrainte d'une section soumise à de la traction / flexion.

4.3 Essais sur éprouvettes "représentatives"

Un drapage "représentatif" des conditions de service a donc été déterminé. Il va être soumis à des essais de traction quasistatique et de fatigue thermomécanique afin de caractériser son comportement. Le but sera de suivre le développement des endommagements au cours des essais. Pour cela, des suivis d'endommagements par observations microscopiques, par radiographie X et par émission acoustique seront mis en place.

4.3.1 Comportement en traction quasistatique.

Dans cette partie sont présentés les essais de traction quasistatique sur le drapage "représentatif" des conditions de service du réservoir. Le but est d'étudier le comportement jusqu'à rupture de ce multicouche et en particulier jusqu'à 129 MPa qui est la contrainte maximale qui sera appliquée au cours des essais de fatigue thermomécanique.

La géométrie des éprouvettes testées est la même que celle des éprouvettes de fatigue thermomécanique présentée dans le chapitre 3 sur la figure 3.2. Le liner polymère n'a pas été utilisé pour ces essais, son rôle étant de servir de barrière thermique au cours des essais de fatigue thermomécanique. Comme pour l'étude des drapages "influence de l'alternance des

plis'', les essais ont été réalisés à une vitesse de déplacement de traverse de 0,5 mm/min sur la machine de fatigue INSTRON 1251 avec les mors à serrage manuel. Les essais ont été suivis par émission acoustique, le seuil de détection des échos ayant été fixé à 30dB.

Sur la figure 4.19 est représentée la courbe contrainte – déformation machine obtenue lors d'un essai de traction quasistatique sur une éprouvette "représentative" avec l'activité acoustique enregistrée au cours de l'essai. Le drapage "représentatif" a un comportement linéaire élastique aux faibles niveaux de contraintes. Le module machine E_{mach} , calculé comme étant la pente de la partie linéaire de la courbe, est de 16 GPa. Puis le comportement devient non linéaire. Comme pour les drapages "influence de l'alternance des plis'', cette perte de linéarité va correspondre à l'apparition de l'endommagement. En effet, la perte de linéarité de la courbe s'accompagne d'une augmentation brutale de l'activité acoustique à partir d'une contrainte d'environ 180 MPa. On peut noter que ce drapage a toujours un comportement élastique linéaire à une contrainte de 129 MPa, valeur qui correspond à la charge maximale qui sera appliquée lors des essais de fatigue thermomécanique. Enfin, l'activité acoustique continue à augmenter jusqu'à la rupture macroscopique de l'éprouvette. Trois essais de traction quasistatique jusqu'à rupture ont été réalisés sur le drapage "représentatif". Le même comportement a été observé sur les trois éprouvettes avec une augmentation de l'activité acoustique entre 170 MPa et 180 MPa. La contrainte à rupture σ_r de ce drapage est de 231 ± 1 MPa. Une photo d'une éprouvette après rupture est présentée sur la figure 4.20.

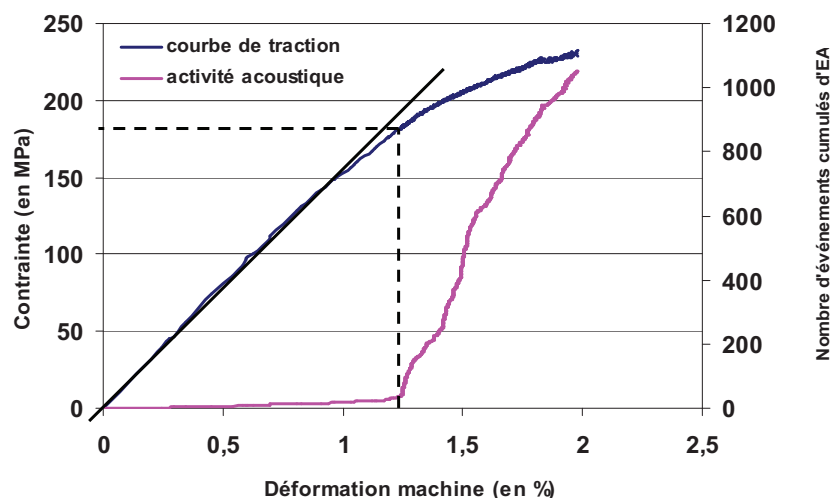


Figure 4.19 : Courbe contrainte – déformation machine et activité acoustique enregistrées au cours d'un essai de traction quasistatique sur une éprouvette "représentative".



Figure 4.20 : Photo d'une éprouvette "représentative" des conditions de service du réservoir après rupture en traction quasistatique.

Suivi de l'endommagement

Afin de caractériser l'endommagement de ce drapage au cours d'un essai de traction quasistatique, un des essais a été réalisé en effectuant des arrêts à différents niveaux de contraintes. Au cours de chaque arrêt, l'éprouvette a été démontée de la machine d'essai afin d'effectuer une radiographie X, le but étant de suivre l'évolution de l'endommagement en fonction des niveaux de contraintes maximum atteints pendant l'essai. A terme, le but sera de relier l'activité acoustique enregistrée au cours de l'essai avec cette évolution de l'endommagement.

Sur la figure 4.21 sont représentées les radiographies X de l'éprouvette "représentative" testée en traction quasistatique pour différents niveaux de contraintes atteints. Ces radiographies montrent une évolution à la fois du type et du nombre d'endommagements au cours de l'essai. Ainsi, avant 170 MPa, aucun endommagement n'est détecté par rayons X. Puis, entre 170 MPa et 200 MPa, des fissures qui traversent les plis d'orientation à $\pm 65^\circ$ apparaissent. Ces fissures sont peu nombreuses et leur nombre augmente entre 200 MPa et 210 MPa. Sur cette plage de contraintes apparaissent également des petits délaminages sur les bords de l'éprouvette. Des fissures courtes dans les plis à $\pm 25^\circ$ sont également présentes au niveau de ces délaminages ce qui permet de localiser ces délaminages au niveau des interfaces entre les plis à $\pm 65^\circ$ et $\pm 25^\circ$ ou des interfaces entre les plis à $+25^\circ$ et -25° . Ensuite, entre 210 MPa et 225 MPa, les délaminages progressent vers le centre de l'éprouvette et le nombre de fissures dans les plis à $\pm 65^\circ$ continue d'augmenter. Un des délaminages s'étend plus que les autres et c'est celui-ci qui conduit à la rupture macroscopique de l'éprouvette à une contrainte de 230 MPa. Les densités de fissures dans les différents plis ainsi que la surface délaminée ont été estimées à partir des radiographies X. Les

valeurs sont récapitulées dans le tableau 4.9. Elles montrent bien tout d'abord des fissures dans les plis à $\pm 65^\circ$ puis ensuite l'apparition simultanée des fissures dans les plis à $\pm 25^\circ$ avec les délaminages.

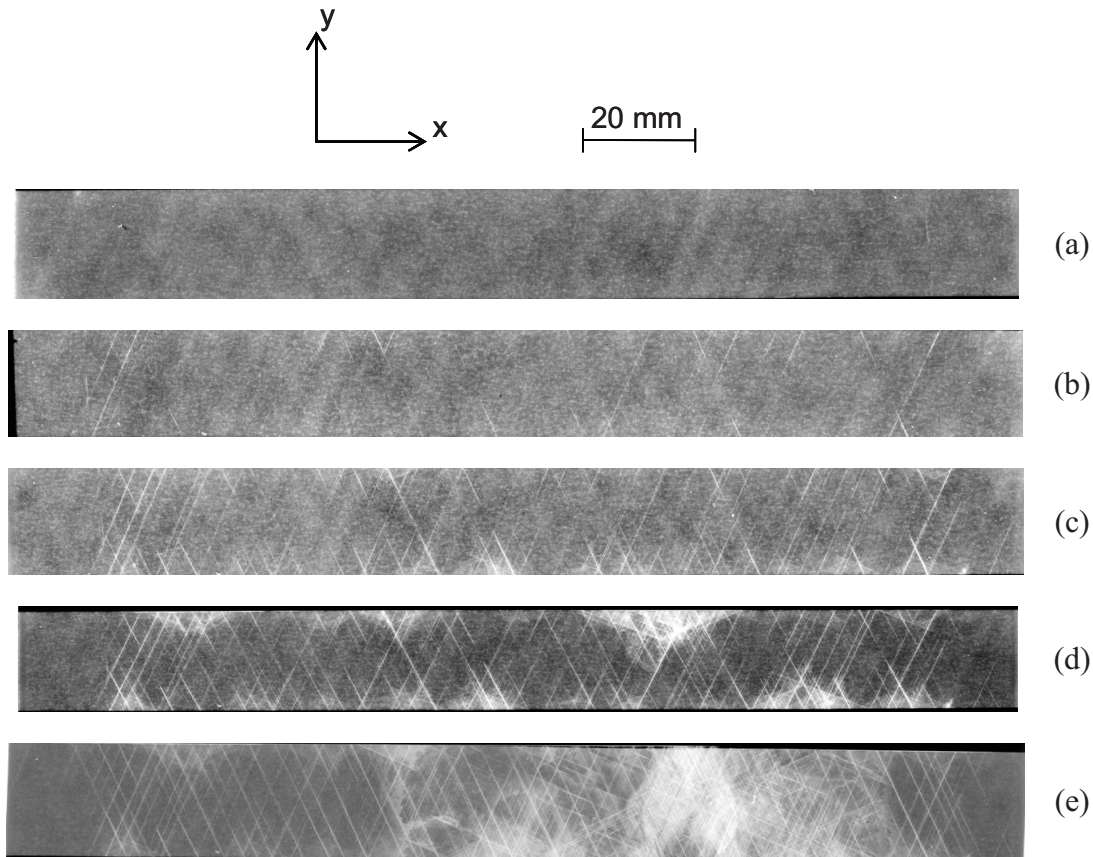


Figure 4.21 : Radiographies X d'une éprouvette "représentative" des conditions de service d'un réservoir sollicitée en traction quasistatique (a) à 170 MPa, (b) à 200 MPa, (c) à 210 MPa, (d) à 225 MPa et (e) après rupture macroscopique.

Contrainte maximale atteinte	Densité de fissures dans les plis à $\pm 65^\circ$	Densité de fissures dans les plis à $\pm 25^\circ$	Pourcentage de surface délaminée
170 MPa	0/mm	0/mm	0%
200 MPa	0,19/mm	0/mm	0%
215 MPa	0,47/mm	0,07/mm	1,5%
225 MPa	0,75/mm	0,28/mm	10%
Après rupture	0,75/mm	0,48/mm	35%

Tableau 4.9 : Estimation des densités de fissures et de la surface délaminée sur une éprouvette "représentative" en fonction de la contrainte atteinte en traction quasistatique.

L'augmentation brutale de l'activité acoustique correspond donc à une évolution non seulement du nombre d'endommagements mais aussi du type d'endommagement. Il serait donc intéressant de pouvoir relier l'évolution de l'endommagement aux paramètres des salves d'émission acoustique enregistrées.

Pour cela, les amplitudes des échos d'émission acoustique enregistrés au cours de l'essai sont représentées sur la courbe contrainte – déformation machine (figure 4.22). Ce graphique montre une évolution des amplitudes des échos enregistrés au cours de l'essai. En effet, l'augmentation brutale de l'activité acoustique, à partir de 1,25% de déformation machine, correspond tout d'abord à une augmentation du nombre d'échos ayant une amplitude comprise entre 30 dB et environ 50 dB, puis, à partir d'une déformation machine de 1,4%, des échos sont détectés avec une plage d'amplitude allant de 30 dB jusqu'à 100 dB.

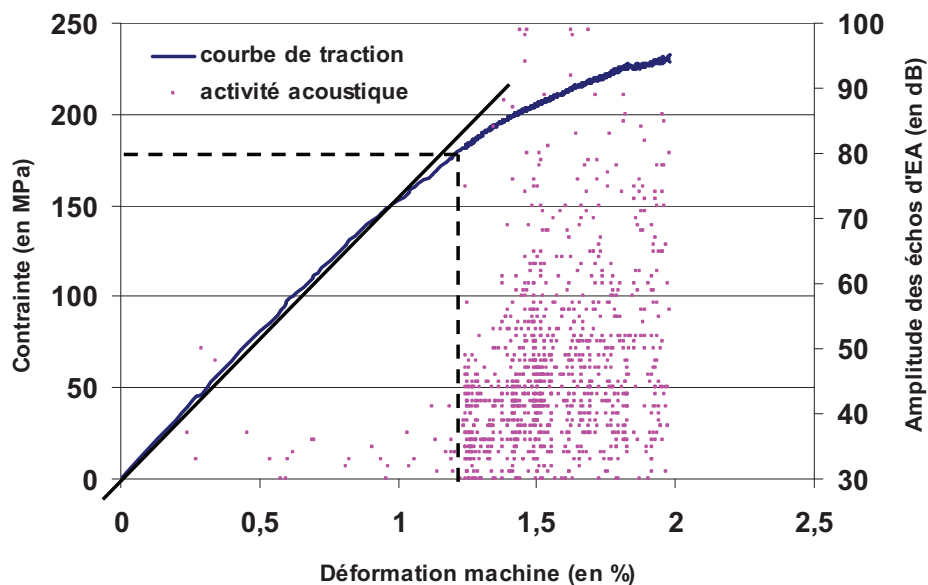


Figure 4.22 : Courbe contrainte – déformation machine et amplitude des échos d'émission acoustique enregistrés au cours d'un essai de traction quasistatique sur une éprouvette "représentative".

Etude statistique multiparamétrique des données acoustiques.

Afin de séparer les échos en différentes classes, une étude statistique multi-variable a été réalisée. La méthode de classification utilisée est la méthode des k-moyennes. Le principe de cette méthode est présenté sur la figure 4.23. Cette méthode consiste à choisir un nombre de classes avant la segmentation des données d'essai. Chaque centre de classe est initialisé

aléatoirement puis les différents échos sont affectés dans la classe dont le centre est le plus proche. La distance utilisée pour le calcul est la distance euclidienne :

$$d(X_1, X_2) = \sqrt{\sum_{j=1}^n (x_1^j - x_2^j)^2} \quad (\text{Eq.4.5})$$

Après affectations des différents échos, les nouveaux centres des classes sont calculés. Puis les échos sont à nouveau classifiés avec ces nouveaux centres. Après plusieurs itérations, lorsque les centres sont stables, la classification est terminée. Les paramètres de salves utilisés pour la classification sont : l'amplitude des échos, le temps de montée, la durée de la salve, l'énergie et le nombre de coups. Chaque écho est donc représenté par un vecteur X_i comprenant ces cinq composantes normalisées de manière à ce qu'elles varient entre 0 et 1.

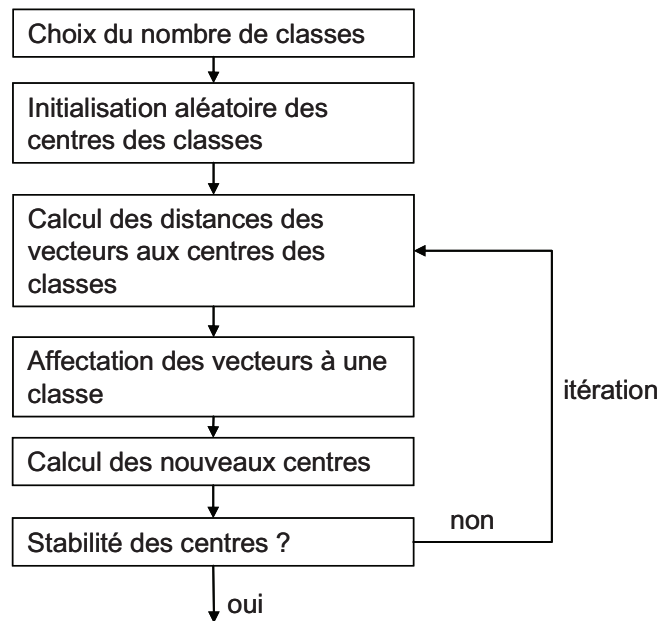


Figure 4.23 : Schéma de principe de la méthode de classification des k-moyennes.

Un programme en Visual Basic a été développé afin d'appliquer cette méthode sur les échos d'émission acoustique détectés au cours d'un essai de traction. Il permet de séparer les données en un nombre de classes k choisi par l'utilisateur. Les données d'une classe sont répertoriées au final sur une feuille Excel. Pour une série de donnée, la classification a été lancée pour différents nombres de classes allant de deux à six. Une classification des mêmes données acoustiques a été effectuée avec différentes positions initiales des centres des classes

afin de mettre en évidence un effet de ce paramètre. Aucune variation dans la classification n'a été observée.

Une classification en trois classes a permis de pouvoir faire un parallèle entre l'évolution de l'endommagement observée par radiographie X et l'évolution de l'activité acoustique pendant l'essai. Les trois classes correspondant aux trois gammes d'amplitude sont récapitulées dans le tableau 4.10.

	Valeur moyenne d'amplitude (en dB)	Plage d'amplitude (en dB)	Nombre d'échos (% du nombre total d'échos)
Classe 1	38,7	30 - 49	646 (61%)
Classe 2	53,9	45 - 72	325 (31%)
Classe 3	77,6	61 - 99	81 (8%)

Tableau 4.10 : Gammes d'amplitude des événements d'émission acoustique obtenues par la méthode de classification des *k*-moyennes sur un essai de traction quasistatique sur éprouvette "représentative".

Sur la figure 4.24 est représentée l'évolution du nombre cumulé d'échos pour les trois classes en fonction de la contrainte appliquée. On peut voir que l'augmentation brutale de l'activité acoustique de la classe des échos de faible amplitude correspond à l'apparition des échos de la classe des moyennes amplitudes. De la même manière, l'augmentation brutale de l'activité de la classe des échos de moyenne amplitude correspond à l'apparition des échos de la classe des hautes amplitudes. Cette évolution montre donc que l'apparition d'échos d'une classe d'amplitudes donnée a une répercussion sur les autres classes d'amplitudes.

Analyse des mécanismes d'endommagement.

Si on compare maintenant l'activité acoustique des différentes classes avec les radiographies X, on peut voir que la classe des échos de faible amplitude correspond à l'apparition de la fissuration matricielle et que l'apparition de la classe des échos d'amplitude moyenne correspond à l'apparition des délaminages. Néanmoins, l'apparition de la classe des hautes amplitudes ne s'accompagne pas de l'apparition d'un nouveau type d'endommagement sur les radiographies X. Mais la gamme d'amplitude de cette dernière classe est proche de la

gamme d'amplitude mise en évidence au cours des essais de traction sur rubans de fibres de carbone dans le chapitre 3. En effet, les essais sur rubans de fibres avaient conduit à associer les ruptures de fibres aux événements d'émission acoustique de la gamme d'amplitude 70dB-90dB. La classe des hautes amplitudes détectée au cours des essais de traction quasistatique sur les éprouvettes "représentatives" des conditions de service du réservoir correspondrait donc aux ruptures de fibres dans le stratifié, endommagements non détectables par radiographie X. Ces résultats nous permettent donc d'identifier trois types d'endommagements correspondant aux trois classes d'échos d'émission acoustique : fissuration matricielle, délaminages et ruptures de fibres. Grâce à cette identification, on peut donc maintenant suivre au cours d'un essai sur ce matériau l'évolution de chaque type d'endommagement, ce qui va être utilisé dans l'étude du comportement de ce drapage en fatigue thermomécanique.

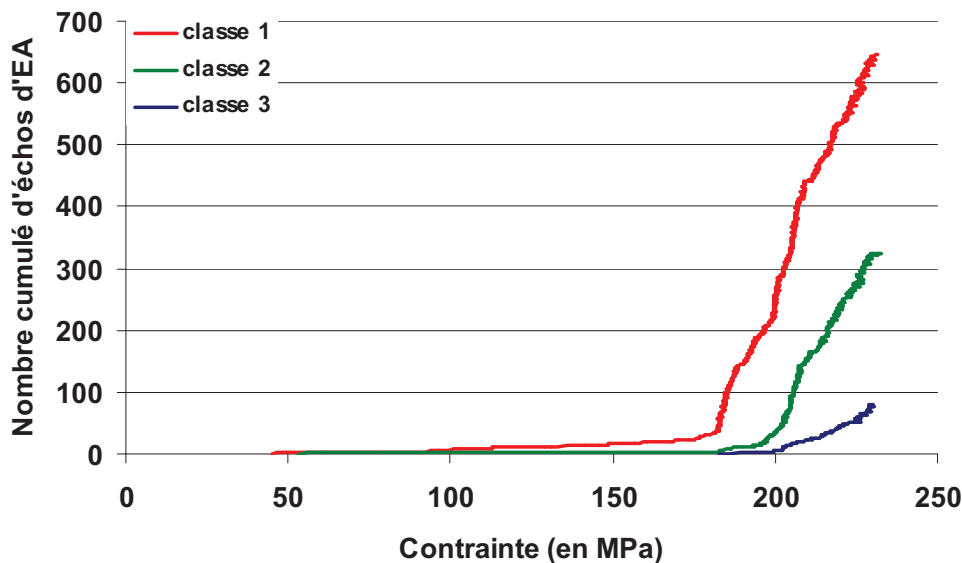


Figure 4.24 : Evolution du nombre cumulé d'événements d'émission acoustique des trois classes déterminées par la méthode de classification des k-moyennes en fonction de la contrainte appliquée pour une éprouvette "représentative" sollicitée en traction quasistatique.

Bilan sur le comportement en traction quasistatique du drapage "représentatif".

Des essais de traction quasistatique jusqu'à rupture sur des éprouvettes "représentatives" des conditions de service du réservoir ont donc été réalisés. Un suivi de l'endommagement par rayons X couplé à une étude statistique des échos d'émission

acoustique enregistrés en cours d'essai a permis d'associer certaines gammes d'amplitude des échos à certains endommagements. Les premiers endommagements qui apparaissent pendant l'essai sont des fissures matricielles qui sont associées à des échos de faible amplitude. Ensuite, des délaminages se développent à partir des bords de l'éprouvette en même temps que la détection d'échos de moyenne amplitude. Enfin, en fin d'essai, des échos de plus forte amplitude sont détectés, la gamme d'amplitude de ces échos correspondant à la gamme d'amplitude des ruptures de fibres obtenue lors des essais de traction quasistatique à rupture sur des rubans de fibres de carbone.

De plus, ces essais ont montré que ce drapage ne s'endommageait pas encore à une contrainte de 129 MPa, contrainte maximale appliquée en fatigue thermomécanique déterminée lors du choix du drapage "représentatif" du réservoir. L'étude se portera donc maintenant sur le comportement de ce drapage en fatigue thermomécanique.

4.3.2 Comportement en fatigue thermomécanique

Des essais de fatigue thermomécanique ont été réalisés sur les éprouvettes "représentatives" afin d'étudier le comportement du multicouche polymère/composite dans les conditions de remplissage du réservoir.

Pour ces essais, le banc de fatigue thermomécanique instrumenté a été utilisé. Afin d'éviter le phénomène de flexion parasite dû au collage du liner polymère sur la partie composite, le contact entre les deux parties est effectué par pression via une pâte thermique. Le cycle de fatigue thermomécanique appliqué, présenté figure 4.25, se compose du cycle de température utilisé pour la validation thermique du banc de fatigue couplé à un cycle de charge trapézoïdal. Comme pour les essais de fatigue thermomécanique sur les drapages "influence de l'alternance des plis", le cycle de charge trapézoïdal se compose d'une montée à la charge maximale en deux minutes, d'un maintien à cette charge six minutes et d'un retour à la charge initiale en une minute. La différence avec les essais sur l'influence de l'alternance des plis est la valeur de la contrainte maximale appliquée. Pour le drapage testé dans cette partie, la contrainte maximale a été déterminée lors du choix de la séquence d'empilement par calcul analytique puis par calcul éléments finis et vaut 129 MPa ($\sigma_{fatmax} = 56\% \sigma_r$).

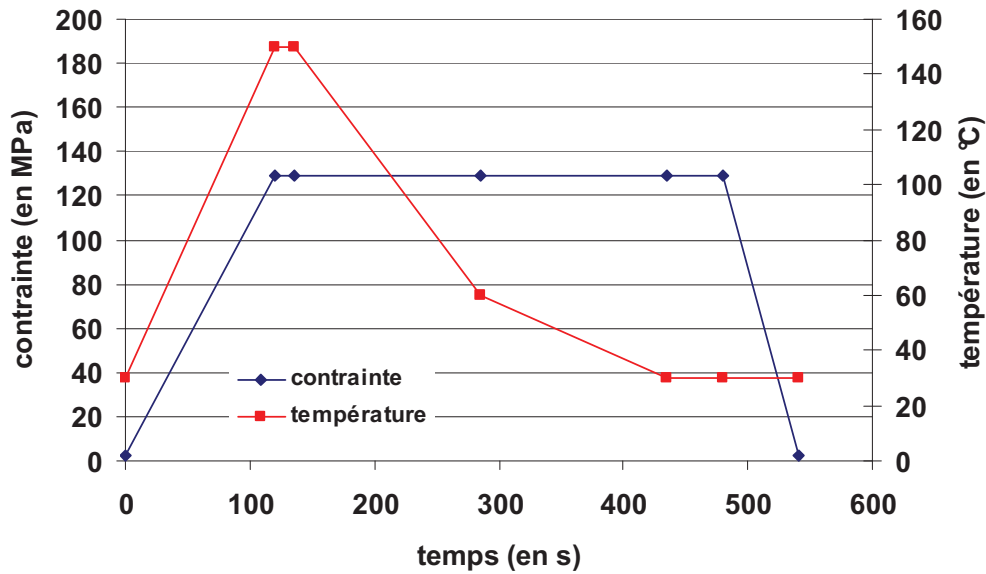


Figure 4.25 : Cycle de fatigue thermomécanique appliqué pour l'étude du drapage "représentatif" des conditions de service du réservoir.

4.3.2.1 Endommagement

Ces essais ont été suivis par émission acoustique. Le seuil de détection des échos a été fixé à 35 dB. Des arrêts ont été effectués au cours des essais afin de suivre le développement de l'endommagement par observations microscopiques sur la tranche polie de l'éprouvette et par radiographie X.

Des observations microscopiques ont été réalisées sur une éprouvette après 300, 600 et 900 cycles de fatigue thermomécanique. Quasiment aucun endommagement n'a été observé après 300 cycles. Des endommagements ont été observés à partir de 600 cycles. Ce sont des fissures qui se trouvent dans les plis à $\pm 65^\circ$ (figure 4.26(a)), principalement dans ceux voisins des plis à $\pm 25^\circ$. Ces endommagements sont localisés au milieu de l'éprouvette sous la zone où il y a du PU, et donc là où le cyclage thermique est le plus important. Une représentation schématique de la localisation des endommagements après 600 cycles de fatigue thermomécanique est présentée sur la figure 4.27. Elle a été réalisée en observant les endommagements sur la tranche de l'éprouvette et en relevant leur position. Les endommagements ont ensuite été reportés sur le schéma. Les résultats montrent la localisation préférentielle des fissures dans les plis à $\pm 65^\circ$ voisins de ceux à $\pm 25^\circ$ et sous la zone couverte par le liner polyuréthane. Aucun autre endommagement que ceux présentés sur le schéma n'a

été observé. L'observation fine des fissures (figure 4.26(b)) montre des empreintes de fibres le long des lèvres de la fissure, témoins de décohésions fibres/matrice. Des délaminages ont aussi été observés. Certains sont localisés entre les plis à $\pm 65^\circ$ et $\pm 25^\circ$. Ces délaminages ont pour origine les extrémités de fissures qui traversent les plis à $\pm 65^\circ$. Un long délaminage est aussi présent sur toute la longueur de l'éprouvette entre les plis à $+25^\circ$ et à -25° (figure 4.26(a)).

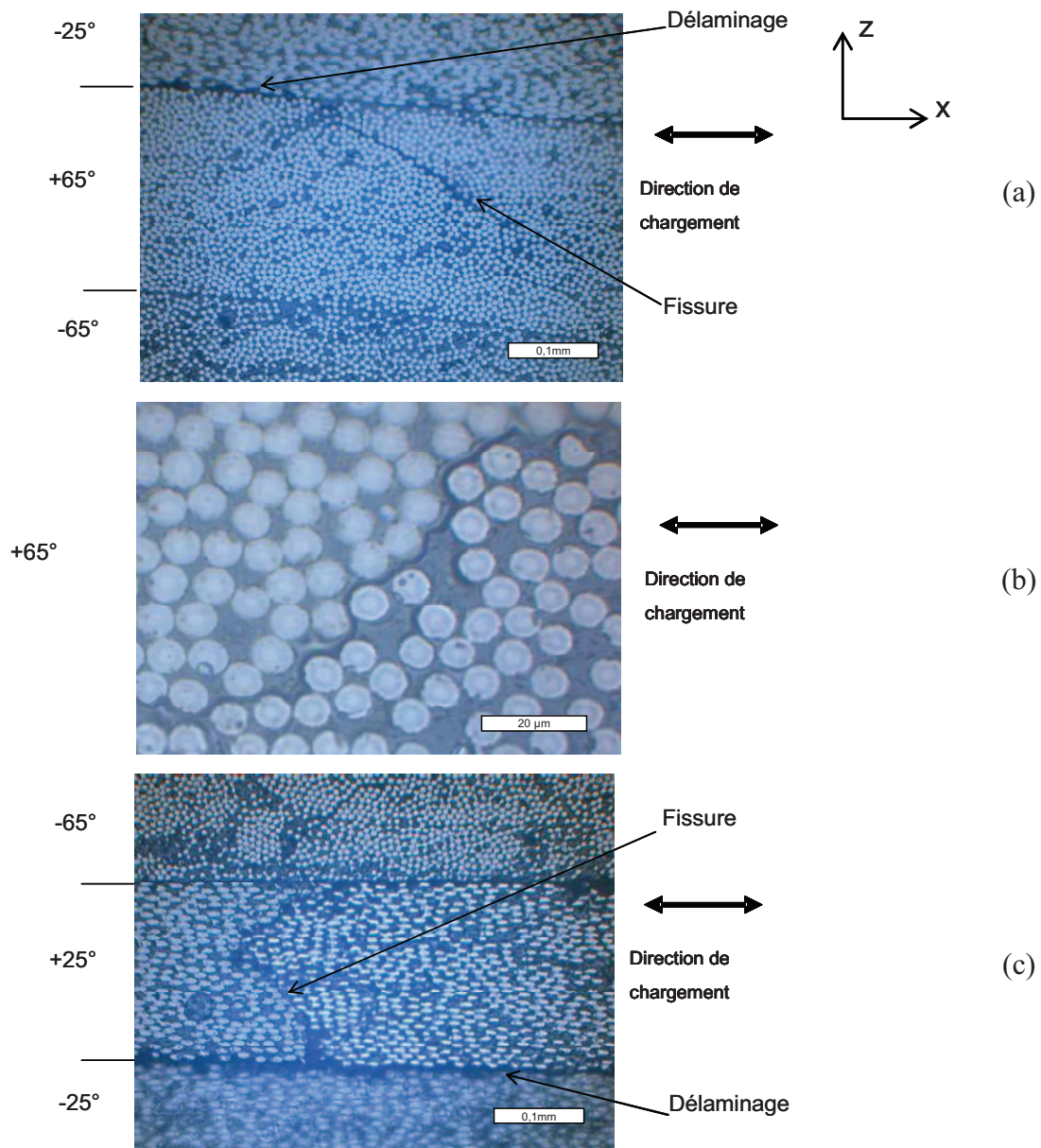


Figure 4.26 : Observations microscopiques, pour une sollicitation en fatigue thermomécanique sur une éprouvette "représentative" du réservoir, (a) après 600 cycles : une fissure matricielle traversant un pli à $+65^\circ$ dans son épaisseur ainsi que d'un délaminage entre les plis à $+65^\circ$ et -25° partant de l'extrémité de la fissure, (b) une fissure matricielle et des décohésions fibres/matrice et (c) après 900 cycles : une fissure matricielle traversant un pli à $+25^\circ$ dans son épaisseur et un délaminage entre les plis à $+25^\circ$ et -25° .

Après 900 cycles de fatigue thermomécanique, les mêmes types d'endommagements qu'après 600 cycles ont été observés. Néanmoins, les fissures dans les plis à $\pm 65^\circ$ sont plus nombreuses, environ 34 fissures après 600 cycles pour environ 65 fissures après 900 cycles. De plus, quelques fissures traversant les plis à $\pm 25^\circ$ ont été observées (figure 4.26(c)). Il est à noter que la rupture macroscopique de l'éprouvette a eu lieu après 947 cycles de fatigue thermomécanique.

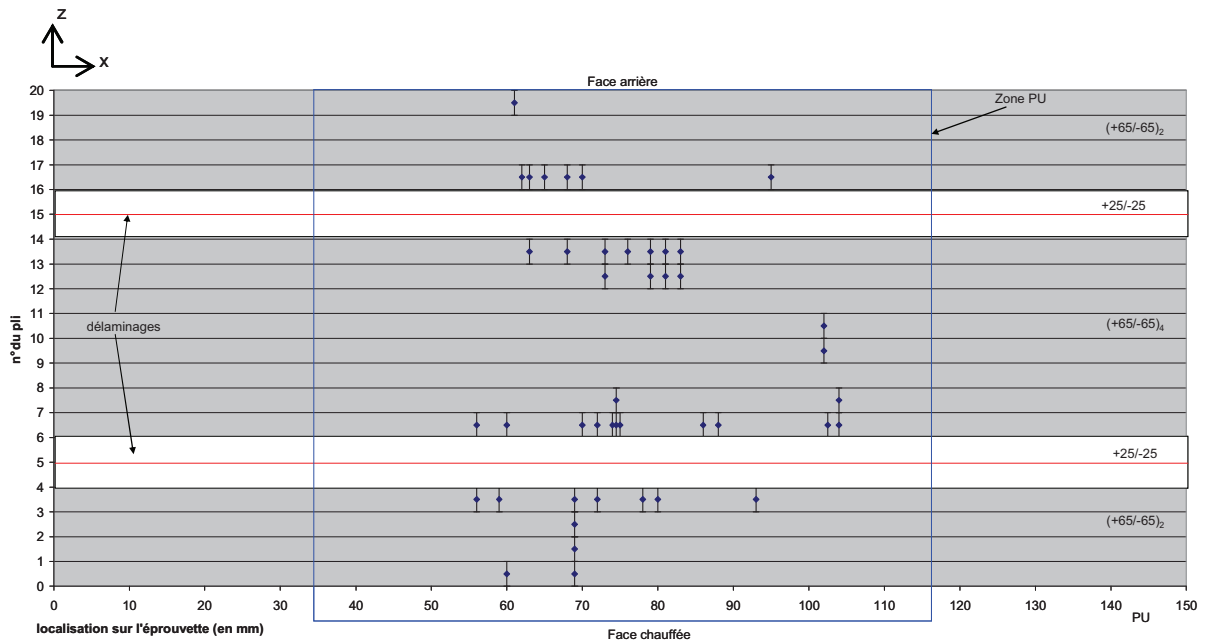


Figure 4.27 : Représentation schématique de la localisation des endommagements après 600 cycles de fatigue thermomécanique sur une éprouvette "représentative" du réservoir.

Afin de compléter ces observations microscopiques, des radiographies X d'une deuxième éprouvette "représentative" du réservoir ont été réalisées au cours d'arrêts d'un essai de fatigue thermomécanique. Les radiographies X à différents nombres de cycles sont présentées sur la figure 4.28. Jusqu'à 500 cycles, aucun endommagement n'a été observé. Les premiers endommagements ont été observés sur le cliché effectué à 900 cycles. Ce sont quelques fissures dans les plis à $\pm 65^\circ$ qui ne traversent pas l'éprouvette dans toute sa largeur. Des délaminationes sont également présents sur les bords de l'éprouvette. Ils sont délimités par des fissures dans les plis à $\pm 25^\circ$ et incluent également des fissures dans les plis à $\pm 65^\circ$. Ces délaminationes se situent donc soit à l'interface entre les plis à $\pm 65^\circ$ et ceux à $\pm 25^\circ$, soit à l'interface entre les plis à $+25^\circ$ et à -25° . Comme pour les observations microscopiques, la plupart sont localisés au milieu de l'éprouvette dans la zone couverte par le liner polymère. Néanmoins, les délaminationes entre les plis à $+25^\circ$ et -25° observés sur toute la longueur de

l'éprouvette au microscope optique ne sont pas visibles sur les radiographies X. Ces délaminages doivent donc être très superficiels. Les radiographies montrent également que la rupture macroscopique est due à deux délaminages, présents de part et d'autre de l'éprouvette, qui se rejoignent. Cette rupture a eu lieu après 1880 cycles de fatigue thermomécanique. Ce résultat montre qu'il y a une certaine dispersion sur les durées de vie en fatigue thermomécanique.

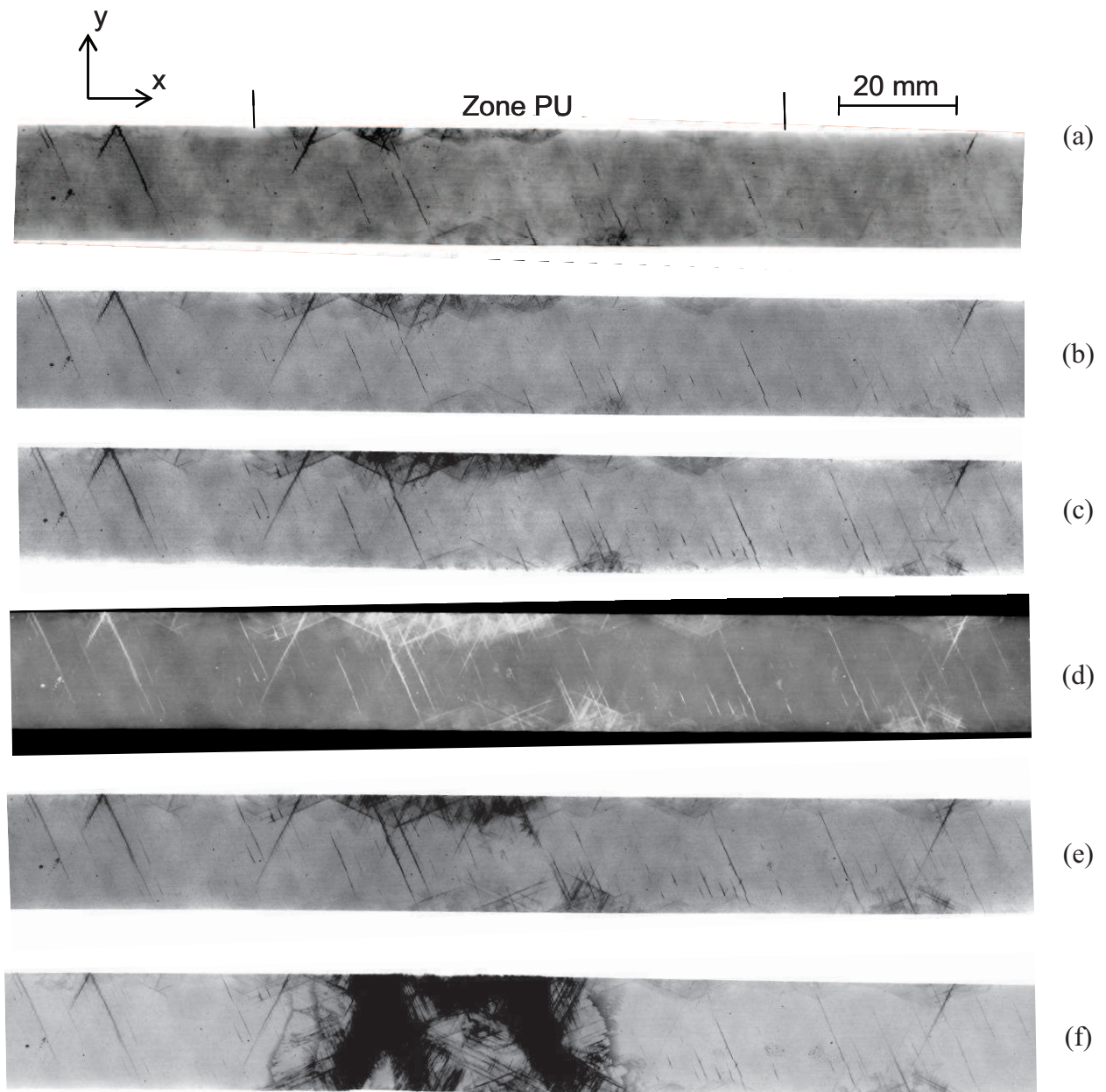


Figure 4.28 : Radiographies X d'une éprouvette "représentative" des conditions de service d'un réservoir sollicitée en fatigue thermomécanique (a) après 900 cycles, (b) après 1300 cycles, (c) après 1700 cycles, (d) après 1875 cycles, (e) après 1879 cycles et (f) après rupture macroscopique (1880 cycles).

Les observations microscopiques et les radiographies X montrent donc que les endommagements sont localisés surtout dans les plis à $\pm 25^\circ$ et dans les plis à $\pm 65^\circ$ voisins des plis à $\pm 25^\circ$. De plus, peu de fissures sont observées par rapport au nombre de fissures observées au cours des essais de traction quasistatique. La fatigue thermomécanique conduit donc préférentiellement à un endommagement par délaminage comparativement à la fissuration matricielle. Pour expliquer ce phénomène, l'observation des clichés montre que ceci doit être relié à la présence du cyclage thermique car les endommagements se situent préférentiellement sous la zone où il y a le liner polymère, et donc où le cyclage thermique est le plus important.

Le même traitement statistique par la méthode des k-moyennes que pour les essais de traction quasistatique a été appliqué sur l'activité acoustique enregistrée au cours de l'essai de fatigue thermomécanique sur l'éprouvette qui a servi pour les observations par radiographie X. Une séparation des données en trois classes a été effectuée. Le but est de comparer les niveaux d'amplitude des échos entre les essais de traction quasistatique et les essais de fatigue thermomécanique pour les différentes classes. Les amplitudes caractéristiques des classes sont représentées dans le tableau 4.11. Les gammes d'amplitudes obtenues sont proches de celles obtenues lors des essais de traction quasistatique sur les éprouvettes "représentatives" du réservoir. Seule la gamme des hautes amplitudes présentent une amplitude moyenne plus faible qu'en traction quasistatique (72 dB en fatigue thermomécanique pour 78 dB en traction quasistatique). Néanmoins, on peut considérer que l'on retrouve les mêmes classes qu'en traction quasistatique et on peut donc à nouveau associer la gamme des faibles amplitudes à la fissuration matricielle, la gamme des moyennes amplitudes aux délaminages et la gamme des hautes amplitudes aux ruptures de fibres. Il est à noter que le nombre d'événements acoustiques enregistrés est beaucoup plus important qu'en traction quasistatique. Cela peut s'expliquer par le fait que, pendant cet essai de fatigue thermomécanique, les endommagements se développent petit à petit alors qu'en traction quasistatique, l'apparition de l'endommagement est beaucoup plus brutale et conduit donc à un nombre d'échos acoustiques plus faible. Sur la figure 4.29 est représentée la répartition en amplitude des échos d'émission acoustique enregistrés au cours de l'essai de fatigue thermomécanique. Cette courbe montre que les échos de faibles amplitudes sont plus nombreux, avec un maximum pour une amplitude de 41 dB.

Sur la figure 4.30 est représentée l'évolution du nombre cumulé d'échos pour les trois classes en fonction du nombre de cycles de fatigue thermomécanique. On constate sur cette figure que l'activité acoustique de la classe 1 commence dès le début de l'essai. L'activité acoustique de la classe 2 débute après environ 600 cycles. Peu d'échos de la classe 3 ont été détectés et ils sont apparus vers la fin de l'essai. Pendant les derniers cycles, avant la rupture macroscopique de l'éprouvette, l'activité acoustique des trois classes s'accélère.

Mais l'apparition d'échos de faible amplitude au début de l'essai ne correspond pas à l'observation de fissures matricielles par rayons X. En effet, il n'y a pas d'endommagement observable avant 900 cycles pour cette éprouvette. Les endommagements détectés par émission acoustique en début d'essai pourraient correspondre à des décohésions fibres-matrice qui conduiront à des fissures plus tard dans l'essai. Ceci peut aussi expliquer pourquoi le pourcentage d'échos de chaque classe est voisin entre l'essai de traction quasistatique (tableau 4.10) et l'essai de fatigue thermomécanique (tableau 4.11) alors que les endommagements observés sont différents : la fatigue thermomécanique conduit préférentiellement à des délaminages comparativement à la fissuration matricielle, ce qui n'est pas le cas en traction quasistatique. L'augmentation d'activité de la gamme des amplitudes moyennes vers 600 cycles peut, elle, correspondre à l'apparition des premiers délaminages observés après 900 cycles. Puis à la fin, l'activité des trois classes d'échos s'accélère pour mener à la rupture macroscopique de l'éprouvette. Cette rupture est brutale, l'augmentation rapide de l'activité acoustique n'a lieu que pendant les derniers cycles de l'essai.

	Valeur moyenne d'amplitude (en dB)	Plage d'amplitude (en dB)	Nombre d'échos (% du nombre total d'échos)
Classe 1	41	35 - 52	5420 (67%)
Classe 2	56	43 - 70	2482 (30%)
Classe 3	72	64 - 86	226 (3%)

Tableau 4.11 : Gammes d'amplitude des événements d'émission acoustique obtenues par la méthode de classification des k-moyennes sur un essai de fatigue thermomécanique sur le drapage "représentatif".

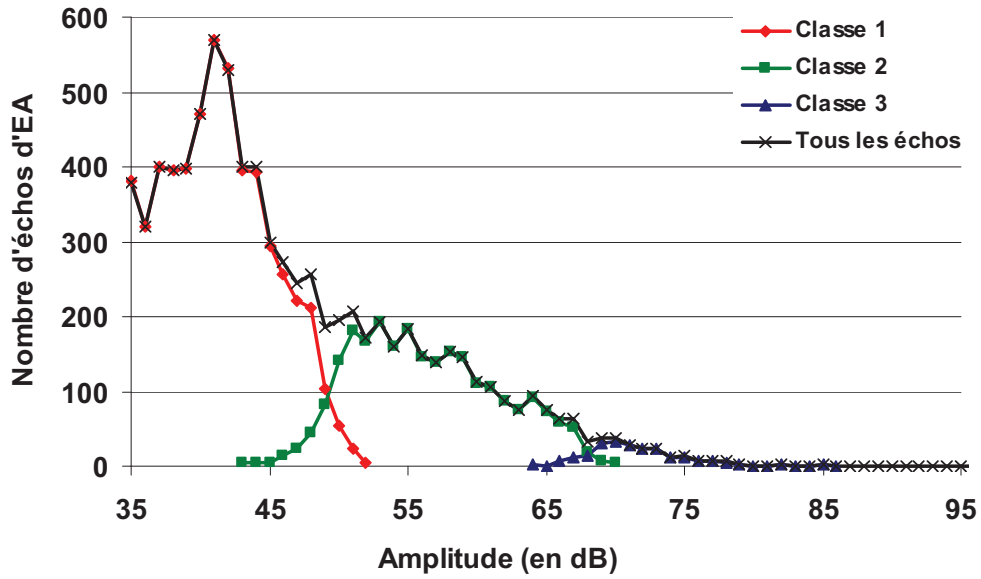


Figure 4.29 : Répartition des amplitudes des échos d'émission acoustique enregistrés au cours d'un essai de fatigue thermomécanique sur le drapage "représentatif" du réservoir.

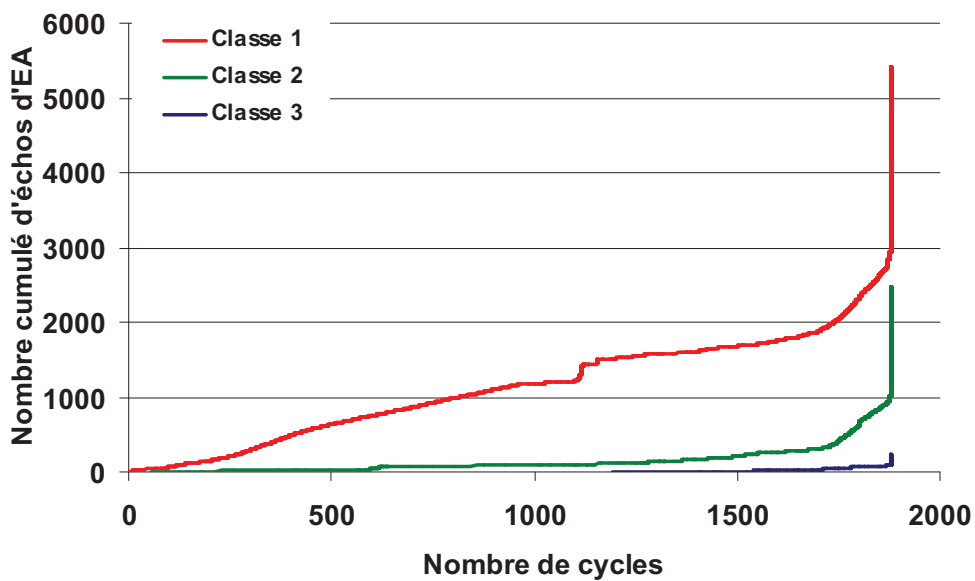


Figure 4.30 : Evolution du nombre cumulé d'événements d'émission acoustique des trois classes déterminées par la méthode de classification des k-moyennes en fonction du nombre de cycles de fatigue thermomécanique pour le drapage "représentatif".

4.3.2.2 Durée de vie

Afin de vérifier la reproductibilité des essais, quatre tests de fatigue thermomécanique ont été menés jusqu'à rupture sur le drapage "représentatif" du réservoir. Les nombres de cycles à rupture pour ces essais sont récapitulés dans le tableau 4.12. Mis à part l'essai 2, il y a peu de dispersion pour les durées de vie du drapage "représentatif" sollicité en fatigue thermomécanique. La durée de vie est donc de l'ordre de 1950 cycles. La rupture des éprouvettes, malgré l'application d'une faible valeur de contrainte mécanique ($56\% \sigma_r$), met donc en évidence un phénomène de fatigue sous ce type de sollicitation.

Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4
1765 cycles	947 cycles	1880 cycles	2235 cycles

Tableau 4.12 : Nombre de cycles à rupture obtenus pour les essais de fatigue thermomécanique sur le drapage "représentatif" du réservoir.

4.3.2.3 Bilan des essais de fatigue thermomécanique sur le drapage représentatif.

Les essais de fatigue thermomécanique ont donc permis de caractériser l'endommagement du drapage "représentatif" du réservoir. Il se localise dans les plis à $\pm 25^\circ$ et dans les plis à $\pm 65^\circ$ voisins des plis à $\pm 25^\circ$. De plus, les endommagements se situent surtout dans la zone sous le liner polymère mettant donc en avant un effet du cyclage en température. Les endommagements sont des fissures matricielles, présentes surtout dans les plis à $\pm 65^\circ$, et des délaminages entre les plis à $+25^\circ$ et -25° et entre les plis à $\pm 25^\circ$ et à $\pm 65^\circ$. Les fissures matricielles sont peu nombreuses par rapport au nombre de fissures matricielles observées en traction quasistatique. De plus, la part des délaminages par rapport à la fissuration matricielle est plus élevée en fatigue thermomécanique qu'en traction quasistatique. La rupture des éprouvettes est brutale, comme le montre l'emballement de l'activité acoustique en fin d'essai. La durée de vie de ce drapage sous sollicitation thermomécanique est de l'ordre de 1950 cycles.

4.4 Conclusion

Cette partie de notre étude concernait l'influence de la séquence d'empilement sous sollicitation thermomécanique. Tout d'abord, l'influence de l'alternance des plis de la partie

composite a été mise en évidence en traction quasistatique. Sous ce type de sollicitation, les différents drapages “influence de l’alternance des plis” ont montré le même comportement aux faibles niveaux de contrainte, mais la présence de couches épaisses conduit ensuite à une apparition plus précoce de l’endommagement et à une rupture plus rapide. De même, l’alternance des plis a une influence sur le comportement en fatigue thermomécanique. En effet, les différents drapages testés ne présentent pas les mêmes types d’endommagement lorsque qu’ils sont soumis à la même sollicitation thermomécanique. La faible épaisseur des couches dans les drapages alternés et intermédiaires conduit à des endommagements moins sévères et moins nombreux que pour le drapage groupé. De plus, un suivi de l’ouverture de délaminage pour le drapage groupé a montré qu’en fatigue thermomécanique, le délaminage s’ouvre pendant la montée en charge et également pendant le palier de maintien à la charge maximale. Enfin, l’alternance des plis conduit à des durées de vies plus longues. Ces résultats montrent donc l’effet bénéfique de l’alternance des plis sur le comportement en traction quasistatique et en fatigue thermomécanique.

L’objectif final de cette étude est de pouvoir caractériser la coque composite du réservoir. Cette coque composite étant sollicitée par des efforts biaxiaux (effort dans l’axe du réservoir et effort circonferentiel), les niveaux de contraintes atteints avec le banc de fatigue thermomécanique ne sont pas représentatifs, le chargement étant uniaxial. Une éprouvette “représentative” du réservoir a donc été déterminée. Le principe est d’atteindre les mêmes niveaux de contraintes maximales (σ_{11} , σ_{22} , σ_{12}) dans une éprouvette sollicitée par un effort uniaxial que dans le réservoir sollicité de manière biaxiale par une pression interne de 875 bars. Après avoir déterminé, par calcul d’optimisation itératif, un drapage “représentatif” du réservoir par rapport aux niveaux de contraintes atteints dans la structure réelle, une éprouvette “représentative” a été modélisée par éléments finis sous Abaqus. Les résultats montrent que le drapage “représentatif” atteint les mêmes niveaux de contraintes maximales σ_{11} et σ_{22} que dans le réservoir mais que les contraintes σ_{12} y sont plus élevées. De plus, les calculs ont montré des effets de bord et une influence du collage du liner polymère sur la partie composite.

Ce drapage représentatif a ensuite été testé en traction quasistatique et en fatigue thermomécanique. L’endommagement de ce drapage en traction quasistatique, observé par radiographie X, consiste en l’apparition de fissures dans les plis à $\pm 65^\circ$ puis de délaminages sur les bords de l’éprouvette accompagnés de petites fissures dans les plis à $\pm 25^\circ$ qui permettent de localiser ces délaminages entre les plis à $\pm 65^\circ$ et $\pm 25^\circ$ ou entre les plis à $+25^\circ$ et

-25°. Un traitement statistique des données d'émission acoustique enregistrées au cours des essais de traction a permis de mettre en évidence trois classes d'échos caractérisées par leur gamme d'amplitudes. L'observation du développement de l'endommagement au cours de l'essai couplée à l'évolution de l'activité acoustique des trois classes de faibles, moyennes et hautes amplitudes permettent d'associer ces classes respectivement à la fissuration matricielle, au délaminage et aux ruptures de fibres. Les endommagements qui se développent sous sollicitation de fatigue thermomécanique dans le drapage représentatif ont également été caractérisés. Les observations ont montré des fissures matricielles dans les plis à $\pm 65^\circ$ qui se situent préférentiellement dans les plis à $\pm 65^\circ$ voisins des plis à $\pm 25^\circ$. Des délaminages ont également été observés entre les plis à $\pm 65^\circ$ et à $\pm 25^\circ$ et entre les plis à $+25^\circ$ et à -25° . Les endommagements sont surtout localisés dans la partie composite qui se trouve sous le liner polymère, et donc dans la zone la plus chauffée. Le suivi par émission acoustique a permis de suivre au cours de l'essai l'évolution des différents types d'endommagements et montre une rupture macroscopique brutale, l'augmentation de l'activité acoustique ne s'emballant que dans les derniers cycles de fatigue thermomécanique. Le nombre moyen de cycles à rupture pour ce multicouche a été déterminé égal à 1950 cycles.

L'étude de l'influence de la séquence d'empilement sous sollicitation thermomécanique a donc permis de mettre en évidence un phénomène de fatigue pour ce multicouche ainsi que l'effet de l'alternance des plis sur la tenue en fatigue. L'effet de la température a également été mis en évidence par une localisation de l'endommagement. Afin de comprendre l'effet du facteur température, des travaux spécifiques ont donc été effectués sur les différents drapages pour découpler les paramètres mécaniques et thermiques et sont décrits dans le chapitre suivant.

CHAPITRE V

COMPREHENSION DES MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT EN FATIGUE THERMOMECHANIQUE : COMPARAISON A LA FATIGUE MECANIQUE

Afin de comprendre le rôle de la température sur le comportement du multicouche polymère/composite, des essais de fatigue mécanique pure ont été réalisés sur des éprouvettes avec les drapages “influence de l’alternance des plis” et le drapage “représentatif” des conditions de service du réservoir. Le but est de découpler les différents paramètres du cycle de fatigue thermomécanique (température, palier de maintien à la charge maximale) afin de mettre en évidence l’influence de chacun d’entre eux. Pour cela, différents type d’essais de fatigue ont été effectués sur les multicouches polymère/composite.

Tout d’abord, des essais de fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale ont été réalisés. Le cycle de charge appliqué (figure 5.1(a)) est le même cycle trapézoïdal que pour les essais de fatigue thermomécanique (figure 5.1(b)). Il est composé d’une montée en charge jusqu’à σ_{\max} puis d’un maintien à contrainte constante d’une durée de 6 minutes et enfin d’un retour à la charge initiale. Les valeurs de σ_{\max} seront les mêmes que celles appliquées au cours des essais de fatigue thermomécanique, c'est-à-dire 150 MPa pour les essais sur les drapages “influence de l’alternance des plis” et 129 MPa pour les essais sur le drapage “représentatif” du réservoir. La fréquence de ces essais est donc de $1,9 \cdot 10^{-3}$ Hz. La comparaison entre les essais de fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale et ceux de fatigue thermomécanique permet en particulier de montrer l’influence de la température sur le comportement des multicouches polymère/composite.

Enfin, des essais de fatigue mécanique à 1 Hz ont été effectués. Le cycle de charge appliqué (figure 5.1(c)) est un cycle triangulaire allant d’une charge nulle à une contrainte égale à σ_{\max} . Il est à noter que ce type de chargement n’est pas du tout représentatif de la phase de remplissage rapide d’un réservoir à hydrogène. En effet, la fréquence de sollicitation est beaucoup trop élevée pour ce type d’application. Néanmoins, la comparaison entre les essais de fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale et ceux de fatigue mécanique à 1 Hz permet en particulier de montrer l’influence du palier de maintien à la charge maximale et/ou de la fréquence d’essai sur le comportement des multicouches polymère/composite.

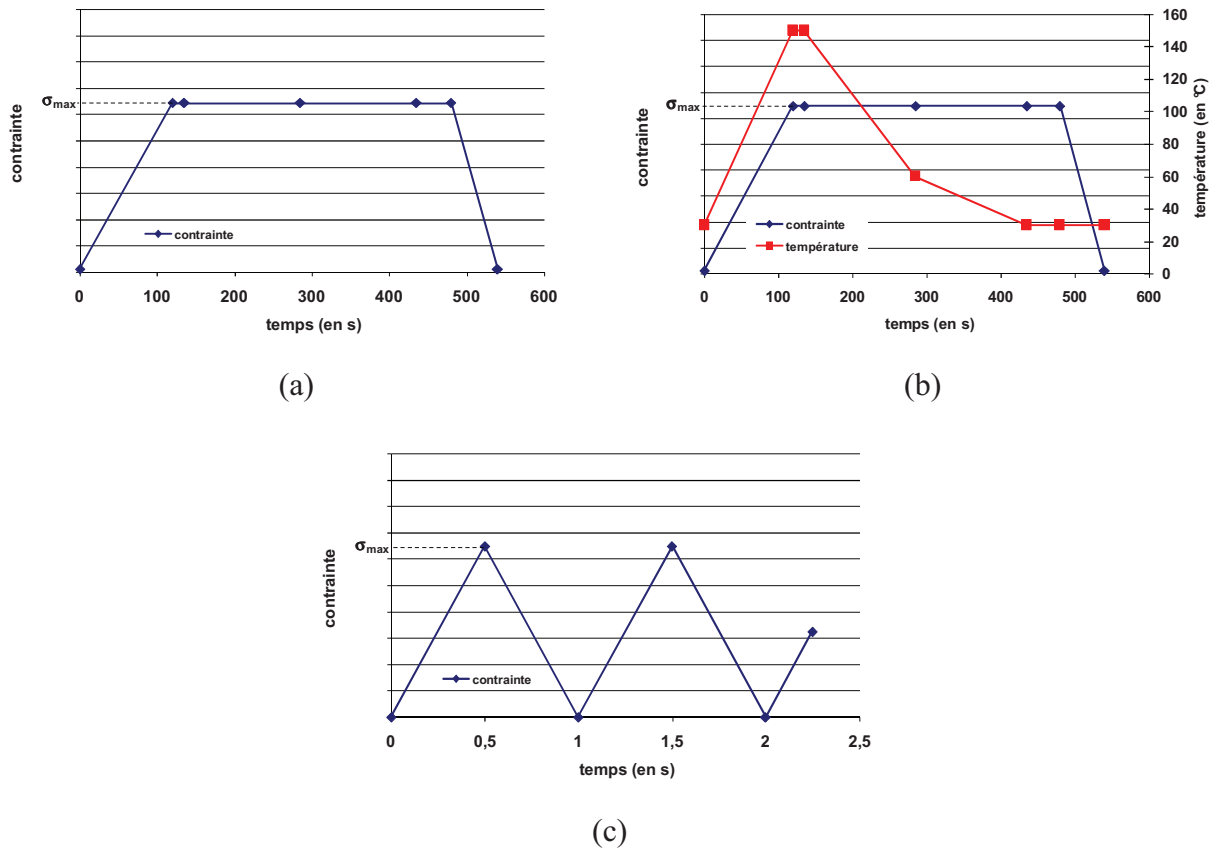


Figure 5.1 : (a) cycle de fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale, (b) cycle de fatigue thermomécanique et (c) cycle de fatigue mécanique à 1 Hz

Une sollicitation mécanique à 1 Hz du multicouche peut provoquer un auto-échauffement de la partie composite. Afin de quantifier cette augmentation de température, un essai de fatigue mécanique à 1 Hz a été suivi par caméra infrarouge. Cet essai a été effectué sur une éprouvette ‘‘représentative’’ du réservoir. La température mesurée est la température moyenne sur une face de l’éprouvette. L’évolution de la température ambiante au cours de l’essai a été retranchée à la température mesurée de manière à obtenir l’élévation de température due au seul cyclage mécanique à 1 Hz. Sur la figure 5.2 est représentée l’élévation de température de l’éprouvette en fonction du nombre de cycles. Ce graphique montre une augmentation rapide de la température pendant les 500 premiers cycles et une stabilisation de l’élévation de température au bout d’environ 3000 cycles. La valeur maximale de cette élévation de température est inférieure à 2°C. Ces 2°C sont négligeables par rapport à l’élévation de température de la partie composite due au cyclage thermique représentatif du remplissage rapide du réservoir.

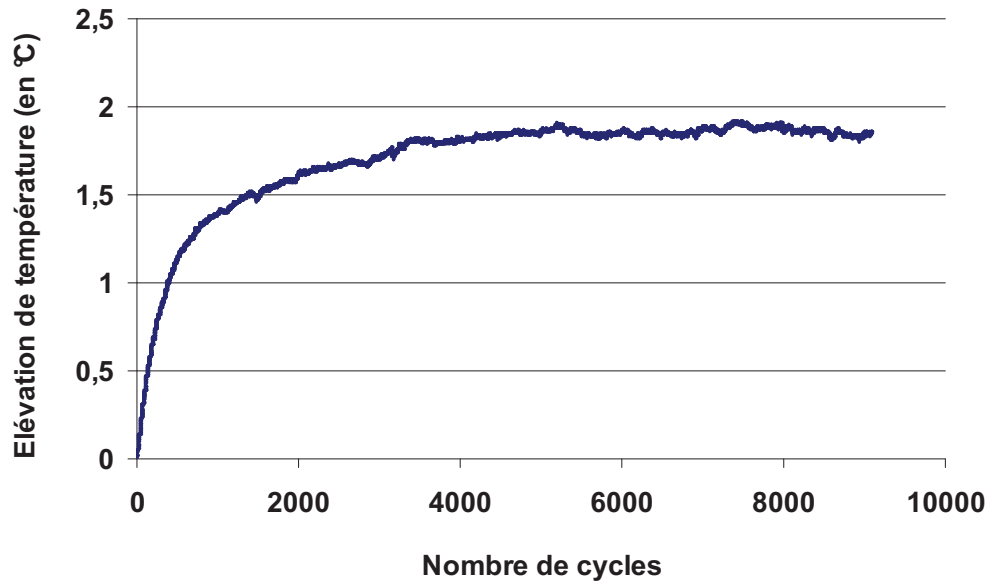


Figure 5.2 : Elévation moyenne de température mesurée sur une éprouvette “représentative” sollicitée en fatigue mécanique à 1 Hz.

Des comparaisons des durées de vie pour les différents types de fatigue appliqués vont donc être effectuées. Des observations de l’endommagement par radiographie X et par microscopie optique seront présentées. Le but sera de comparer les types d’endommagement ainsi que leur cinétique de développement. Des mesures de déformations sur la tranche d’une éprouvette “représentative” au cours d’un essai de fatigue thermomécanique seront également présentées afin de mettre en évidence un effet de la température sur le comportement du multicouche polymère/composite.

5.1 Cas des drapages “influence de l’alternance des plis”

Les différents essais de fatigue mécanique et thermomécanique ont été effectués sur des éprouvettes avec les drapages “influence de l’alternance des plis”. Pour rappel, ces drapages sont composés des mêmes couches A et B (avec $A = (+\theta_A/-\theta_A)$ et $B = (+\theta_B/-\theta_B)$). Seule l’alternance de ces couches A et B diffère selon les drapages. Le drapage groupé est $[A_3B_2]_s$, le drapage intermédiaire $[A_2B_2A]_s$ et le drapage alterné $[ABABA]_s$. La géométrie des éprouvettes est celle présentée sur la figure 3.2 du chapitre 3. Pour ces drapages, le liner polymère en polyuréthane est collé sur la partie composite du multicouche grâce à une colle époxy.

5.1.1 Durée de vie

Les trois drapages “influence de l’alternance des plis” ont donc subi différents essais de fatigue thermomécanique et mécanique jusqu’à rupture. Les nombres de cycles à rupture de tous les essais réalisés sont récapitulés dans le tableau 5.1. Sur une colonne du tableau, il est possible de mettre en évidence l’effet de l’alternance des plis pour une sollicitation donnée. Sur une ligne, il est possible de montrer l’influence du type de fatigue appliquée pour un drapage donné.

Les résultats montrent que, quelque soit le type de fatigue appliqué, l’alternance des plis a un effet bénéfique sur la tenue en fatigue. De la même manière, quelque soit le drapage testé, la fatigue mécanique à 1 Hz conduit à des durées de vie plus longues qu’en fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale conduisant elle-même à des durées de vies plus longues qu’en fatigue thermomécanique. De plus, certains essais ont été doublés ou triplés. Les résultats montrent peu de dispersion pour la fatigue mécanique à 1 Hz et les essais de fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale. La dispersion est un plus importante pour les essais de fatigue thermomécanique (jusqu’à un facteur deux) ce qui peut s’expliquer par les faibles durées de vie obtenues sous ce type de sollicitation.

	Fatigue thermomécanique	Fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale	Fatigue mécanique à 1 Hz
Drapage groupé	210 cycles 113 cycles	912 cycles 777 cycles	13150 cycles
Drapage intermédiaire	433 cycles 279 cycles	> 1000 cycles	42719 cycles
Drapage alterné	>1100 cycles	aucun essai	74049 cycles 80400 cycles 75085 cycles

Tableau 5.1 : Nombres de cycles à rupture obtenus pour les essais de fatigue thermomécanique, de fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale et de fatigue mécanique à 1 Hz sur les drapages “influence de l’alternance des plis”

Afin d'expliquer les différences de durée de vie, les endommagements ont été observés par microscopie optique et suivis par émission acoustique.

5.1.2 Cinétiques d'endommagement

Après avoir étudié l'activité acoustique des premiers cycles des différents essais, les observations directes de l'endommagement seront analysées. Le but est de comparer le comportement des trois drapages sous les différentes sollicitations appliquées et donc de mettre en évidence un effet de la séquence d'empilement et du type de fatigue appliqué.

5.1.2.1 Suivi par émission acoustique

Comme pour les essais de fatigue thermomécanique, les premiers cycles des essais de fatigue mécanique ont été suivis par émission acoustique. Le seuil de détection des événements acoustiques était fixé à 50 dB pour ces essais. Sur les figures 5.3 et 5.4, sont présentés les nombres cumulés d'échos d'émission acoustique enregistrés pendant les 400 premiers cycles en fonction des séquences d'empilement et des différents types de fatigue appliqués sauf pour l'essai de fatigue thermomécanique sur le drapage groupé où un seul cycle est représenté, pour l'essai de fatigue mécanique avec maintien sur ce même drapage où seulement 100 cycles sont représentés et pour l'essai de fatigue mécanique à 1Hz sur le drapage alterné où 15000 cycles sont représentés.

Quelque soit le type de fatigue appliqué, la figure 5.3 montre qu'il n'y a pas ou peu d'activité acoustique pendant les 100 premiers cycles pour les drapages intermédiaires et alternés. Au contraire, des échos d'émission acoustique sont détectés dès le premier cycle pour les essais sur le drapage groupé. Ces résultats sont en accord avec les seuils d'apparition de l'endommagement déterminés avec les essais de traction quasistatique. En effet, la contrainte maximale appliquée au cours des essais de fatigue est supérieure au seuil pour le drapage groupé et inférieure au seuil pour les deux autres drapages.

De plus, quelque soit le type de fatigue appliqué, le nombre d'événements acoustiques augmente plus rapidement pour le drapage groupé que pour le drapage intermédiaire. De la même manière, le nombre d'événements acoustiques augmente plus rapidement pour le drapage intermédiaire que pour le drapage alterné. Par exemple, en fatigue mécanique à 1 Hz,

après 400 cycles, 712 échos d'émission acoustique sont détectés dans le drapage groupé, 120 pour le drapage intermédiaire et aucun pour le drapage alterné (figure 5.3(a)).

Ces résultats mettent donc en évidence, comme en fatigue thermomécanique, un effet significatif de la séquence d'empilement sur le développement de l'endommagement. Pour chaque type de fatigue, l'alternance des couches d'orientation différente est bénéfique pour la résistance aux endommagements du stratifié.

D'un autre coté, quelque soit la séquence d'empilement, la comparaison des suivis par émission acoustique des différents types de fatigue appliqués montre un effet néfaste de la température et du maintien à la charge maximale. Par exemple, pour le drapage intermédiaire, après 400 cycles, 120 échos d'émission acoustique ont été détectés en fatigue mécanique à 1 Hz, 232 en fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale et 360 en fatigue thermomécanique (figure 5.4(b)).

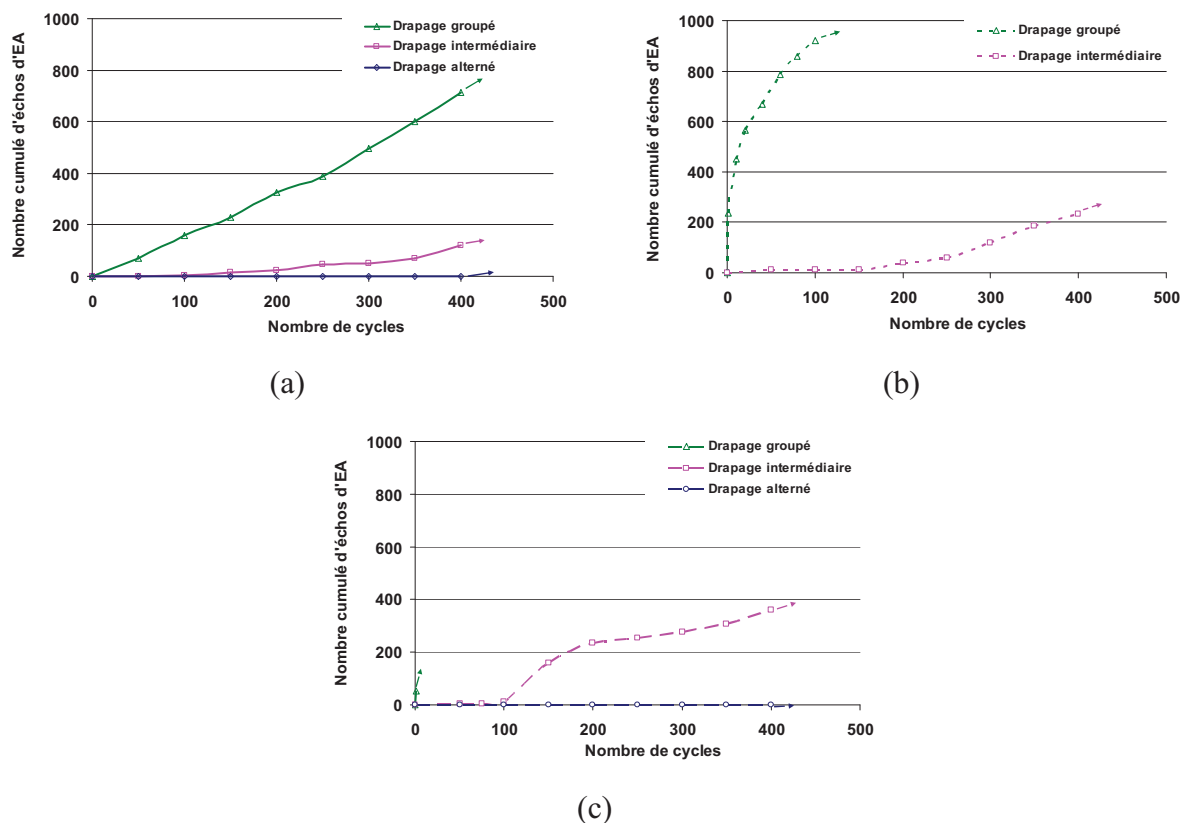


Figure 5.3 : Nombre cumulé d'événements d'émission acoustique détectés pendant les essais (a) de fatigue mécanique à 1Hz, (b) de fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale et (c) de fatigue thermomécanique

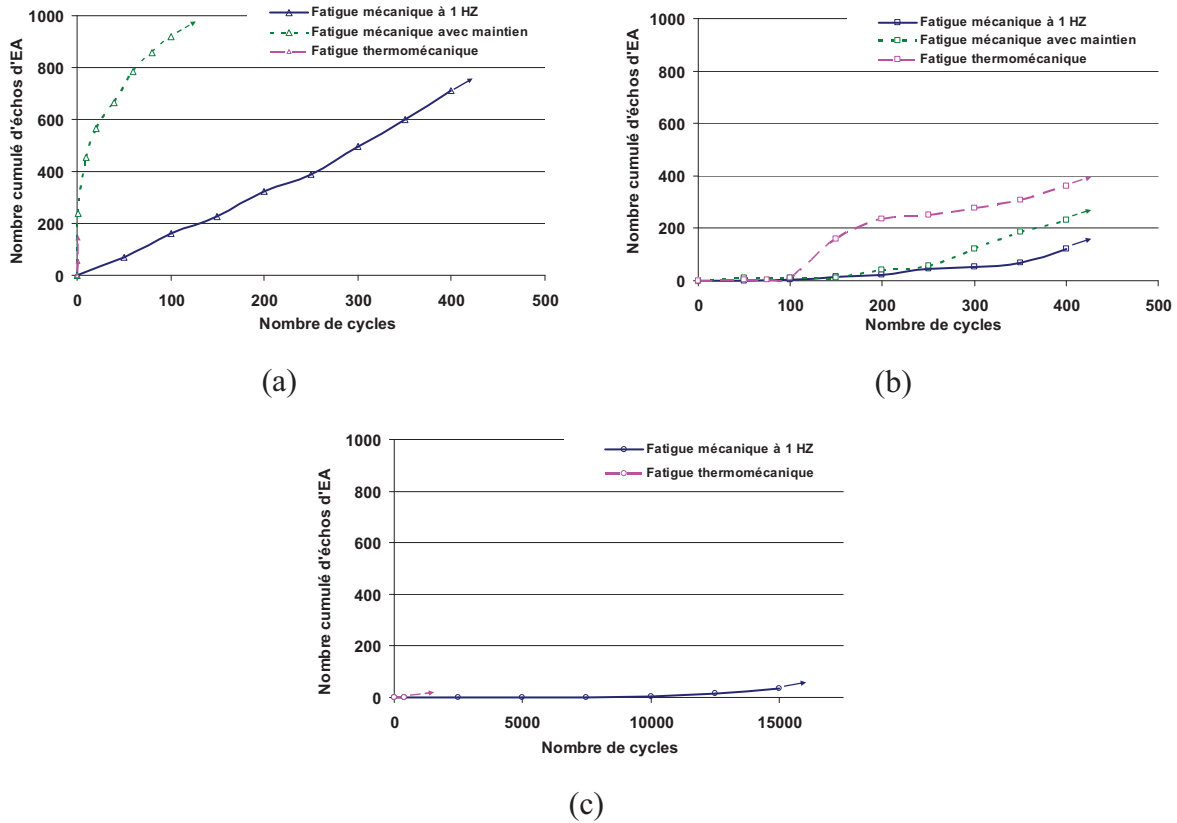


Figure 5.4 : Nombre cumulé d'événements d'émission acoustique détectés pendant les essais de fatigue (a) sur le drapage groupé, (b) le drapage intermédiaire et (c) le drapage alterné

Afin d'expliquer ces évolutions de l'activité acoustique, des observations microscopiques de l'endommagement ont été effectuées, le but étant de relier la cinétique d'endommagement au suivi acoustique de l'essai.

5.1.2.2 Observations microscopiques de l'endommagement.

Les observations des endommagements ont été réalisées au cours d'arrêts des essais. Les endommagements observés au cours des essais de fatigue mécanique pure seront comparés à ceux observés au cours des essais de fatigue thermomécanique présentés dans le chapitre 4 afin de mettre en évidence les différences de comportement des drapages selon le type d'essai de fatigue appliqué. Pour rappel, des observations microscopiques sur la tranche des éprouvettes ont été réalisées au cours du premier cycle de fatigue thermomécanique pour le drapage groupé $[A_3B_2]_s$ et après 400 cycles pour les drapages intermédiaires $[A_2B_2A]_s$ et alternés $[ABABA]_s$. Les endommagements observés étaient des fissures traversant l'épaisseur des couches B dans le cas des drapages alternés et intermédiaires et une couche centrale B

morcelée dans le cas du drapage groupé. Des délaminages entre les couches A et B avaient également été observés pour les drapages groupés et intermédiaires.

Au cours des essais de fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale, des observations microscopiques sur la tranche des éprouvettes ont été réalisées après 100 et 200 cycles pour les deux drapages groupés et intermédiaires et également après 400 cycles pour le drapage intermédiaire. Comme en fatigue thermomécanique, dans tous les échantillons, les seuls endommagements observés se trouvent dans les couches B ou aux interfaces A/B.

Les mêmes types d'endommagement sont présents : des fissures traversant les couches B dans leur épaisseur dans le cas du drapage intermédiaire $[A_2B_2A]_s$ et une couche centrale B morcelée dans le cas du drapage groupé $[A_3B_2]_s$, avec des délaminages dans le prolongement des fissures entre les couches A et B (figure 5.5). Comme en fatigue thermomécanique, l'observation fine des fissures dans les couches B montre des décohésions fibres/matrice le long de ces fissures.

Dans le cas du drapage intermédiaire, le nombre de fissures observées au cours de l'essai de fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale dans les couches B progresse de 33 pour 100 cycles, à 46 pour 200 cycles, puis 57 pour 400 cycles. L'ouverture de ces fissures évolue également (respectivement $8\mu\text{m}$, $9\mu\text{m}$ et $11\mu\text{m}$ pour les différents stades d'observation pour l'une d'entre elles). Les fissures observées dans les couches B après 400 cycles sont plus ouvertes en fatigue thermomécanique que dans le cas de la fatigue mécanique avec maintien : de l'ordre de $20\mu\text{m}$ en fatigue thermomécanique pour environ $10\mu\text{m}$ en fatigue mécanique avec maintien. A 400 cycles, il y a apparition des délaminages, ouverts seulement de quelques micromètres entre les couches A et B (figure 5.5(a)) alors qu'en fatigue thermomécanique, un délaminage important était présent entre les plis A et B sous la zone où le liner polymère est collé. Il était plus ouvert au centre de l'éprouvette avec une ouverture allant jusqu'à $150\mu\text{m}$.

Dans le cas du drapage groupé, les observations microscopiques effectuées à 100 et 200 cycles de l'essai de fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale montrent une couche centrale B de plus en plus morcelée. De plus, des délaminages entre les plis A et B ont été observés dès le 100^{ème} cycle avec une ouverture passant par exemple de $65\mu\text{m}$ à $100\mu\text{m}$ pour un de ces délaminages entre le 100^{ème} et le 200^{ème} cycle.

Les observations réalisées en fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale sur les drapages $[A_3B_2]_s$ et $[A_2B_2A]_s$ présentent donc les mêmes tendances qu'en fatigue

thermomécanique: les mêmes types d'endommagement ont été observés et le drapage $[A_3B_2]_s$ est plus endommagé que le drapage $[A_2B_2A]_s$. Cependant, ces essais de fatigue mécanique avec maintien montrent que pour un même nombre de cycles, les deux drapages $[A_3B_2]_s$ et $[A_2B_2A]_s$ présentent des couches B moins endommagées qu'en fatigue thermomécanique. Ces résultats mettent en évidence un effet néfaste de la température sur l'endommagement de la partie composite du multicouche. De plus, ces résultats montrent, comme en fatigue thermomécanique, l'influence de la séquence d'empilement en fatigue mécanique avec maintien, l'alternance des couches A et B de la partie composite étant bénéfique pour le multicouche.

En fatigue mécanique à 1Hz, des observations microscopiques ont été réalisées sur la tranche des échantillons après 400 cycles pour les multicouches avec les drapages $[A_3B_2]_s$ et $[A_2B_2A]_s$, et après 15000 cycles pour le drapage $[ABABA]_s$. Pour tous ces drapages, des endommagements n'ont été observés que dans les couches B.

Comme pour les deux autres types de fatigue, les mêmes types d'endommagement sont présents : des fissures traversant les couches B dans leur épaisseur dans le cas des drapages intermédiaires et alternés et une couche centrale B morcelée dans le cas du drapage groupé, avec des délaminages dans le prolongement des fissures entre les couches A et B. Comme en fatigue thermomécanique, l'observation fine des fissures dans les couches B montre des décohésions fibres/matrice le long de ces fissures (figure 5.5(b)). De plus, le nombre de fissures observées dans le multicouche avec le drapage intermédiaire est supérieur à celui observé dans le multicouche avec le drapage alterné bien que les observations aient été effectuées après 15000 cycles pour ce drapage contre 400 cycles pour le drapage intermédiaire. La couche centrale B du multicouche avec le drapage groupé est moins morcelée qu'avec les autres types de fatigue pour un nombre de cycles plus élevé.

Les observations microscopiques de la tranche des multicouches réalisées au cours des essais de fatigue mécanique à 1Hz, montrent donc aussi une influence marquée de la séquence d'empilement, les drapages étant d'autant plus endommagés que les couches B sont épaisses. Par comparaison avec les essais de fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale, ces résultats mettent également en évidence un effet néfaste de ce maintien et/ou de la fréquence d'essai sur l'endommagement de la partie composite du multicouches. De plus, les observations microscopiques sont en accord avec le suivi par émission acoustique des essais,

le nombre d'endommagements observés expliquant les nombres d'événements acoustiques enregistrés.

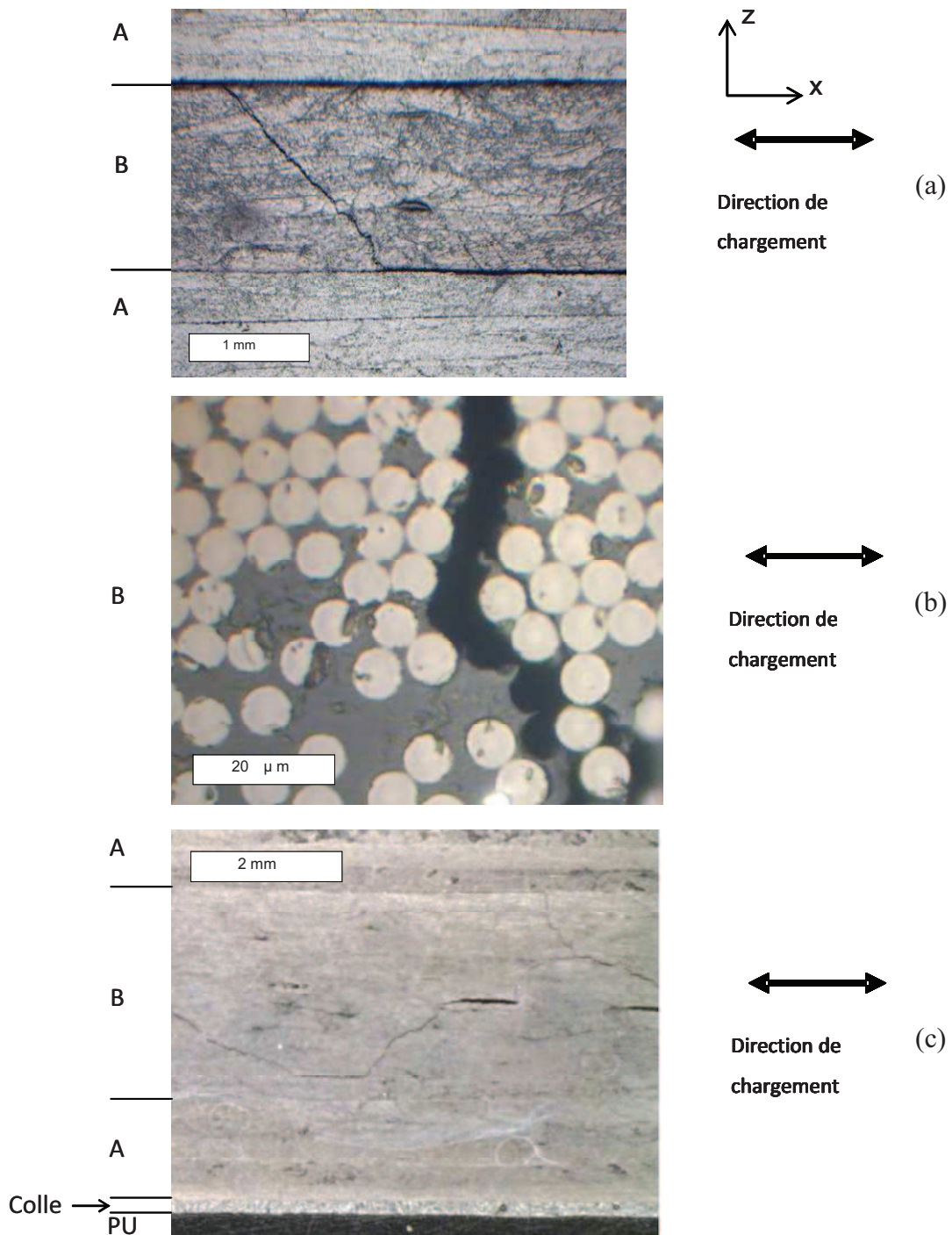


Figure 5.5 : Observations microscopiques (a) d'une fissure matricielle traversant la couche B dans son épaisseur ainsi que de délaminages partant des pointes de fissure observés après 400 cycles sur le drapage intermédiaire sollicité en fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale, (b) d'une fissure matricielle et de décohésions fibres/matrice observées après 15000 cycles sur le drapage alterné sollicité en fatigue mécanique à 1 Hz, et (c) de l'aspect morcelé de la couche centrale B observé après 400 cycles sur le drapage groupé sollicité en fatigue mécanique à 1 Hz

Un autre essai de fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale a été effectué sur le drapage groupé. Le but était, comme en fatigue thermomécanique, de suivre l'évolution de l'ouverture d'un délaminage au cours du cyclage. Ce suivi a été effectué en cours d'essai à l'aide d'une caméra haute résolution. Des photos prises au cours de ce cycle sont présentées sur la figure 5.6. Les premiers endommagements apparaissent au bout de 90 s ce qui correspond à une contrainte de 112 MPa. Cette contrainte est du même ordre de grandeur que le seuil d'apparition de l'endommagement observé au cours des essais de traction quasistatique sur ce drapage. Ensuite les fissures continuent de s'ouvrir jusqu'à la fin de la montée en charge (2^{ème} photo). Il ne semble pas y avoir d'évolution importante de l'ouverture de fissure jusqu'à la fin du palier de maintien à la charge maximale (3^{ème} photo). Enfin, la 4^{ème} photo montre l'ouverture résiduelle de l'endommagement à la fin du premier cycle.

Afin de comparer le comportement en fatigue thermomécanique et celui en fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale, l'évolution de l'ouverture de délaminage, normée par rapport à la valeur atteinte à la fin de la première montée en charge, est présentée sur la figure 5.7. Ce graphique montre une différence de comportement entre les deux éprouvettes. En effet, l'éprouvette ayant subi de la fatigue thermomécanique présente des endommagements qui continuent de s'ouvrir au cours du maintien à la charge maximale contrairement à celle ayant subi de la fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale. De plus, les mesures d'ouverture résiduelle en fin de cycle montrent peu d'évolution en fatigue mécanique contrairement aux mesures en fatigue thermomécanique. Ce suivi d'ouverture de délaminage permet donc de mettre en évidence un effet de la température, celle-ci favorisant le développement de l'endommagement au cours du maintien à la charge maximale, dans cet exemple par la propagation d'un délaminage.

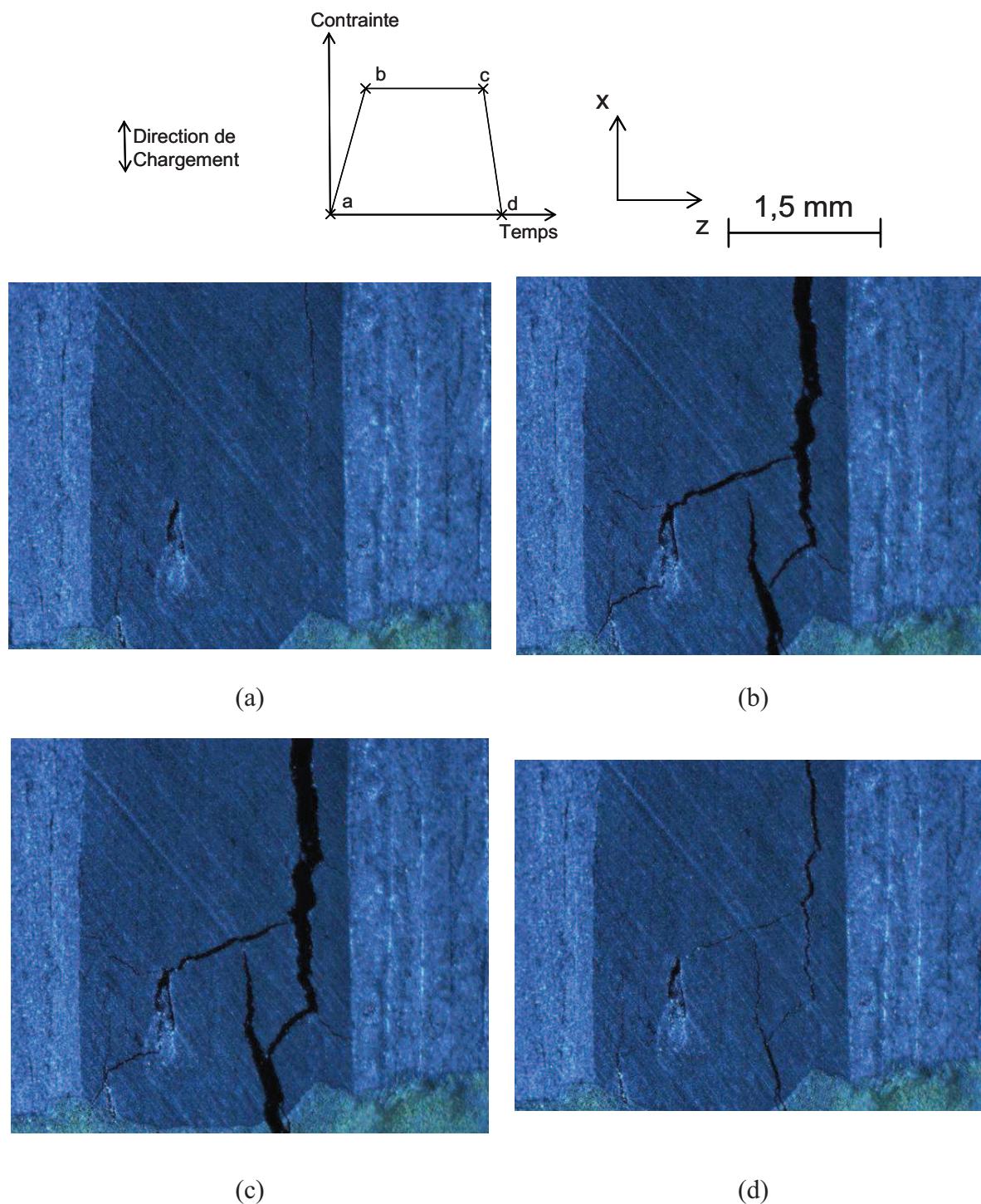


Figure 5.6 : Photos prises au cours du premier cycle de fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale sur le drapage groupé $[A_3B_2]_s$ à différents instants du cycle : (a) apparition des premiers endommagements ($t=90s$), (b) fin de la montée en charge ($t=120s$), (c) fin du palier de maintien à la charge maximale ($t=480s$) et (d) après la décharge ($t=540s$)

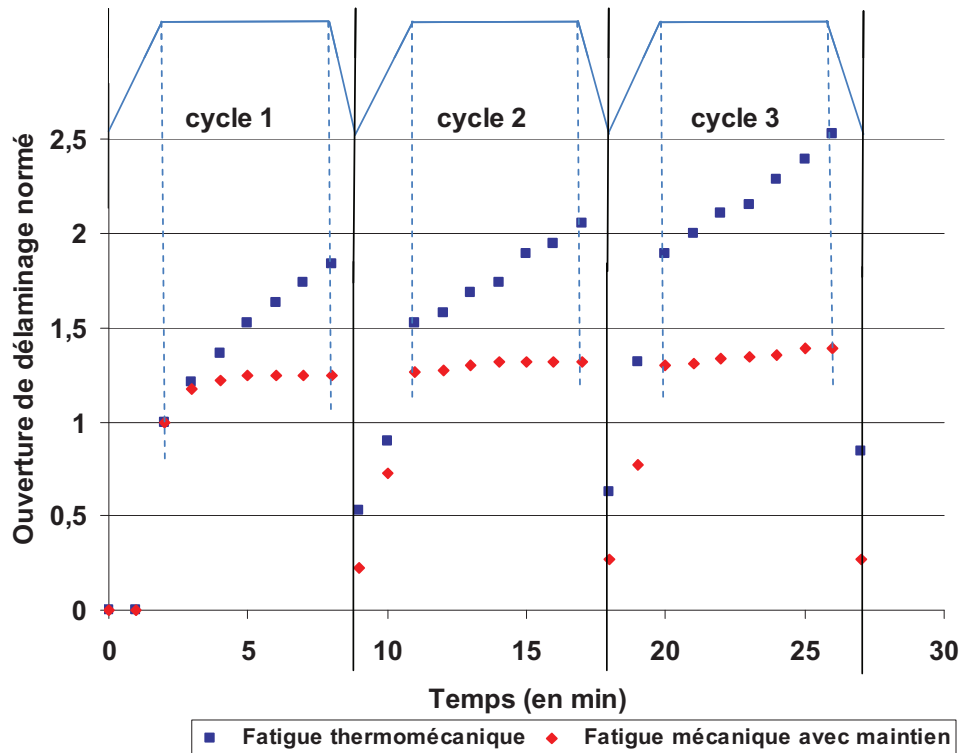


Figure 5.7 : Evolution de l'ouverture de délaminage au cours des trois premiers cycles de fatigue thermomécanique et de fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale sur le drapage groupé.

Le suivi des essais par émission acoustique ainsi que les observations de l'endommagement mettent donc en évidence l'effet bénéfique de l'alternance des couches A et B sur la résistance au développement de l'endommagement, quelque soit le type de fatigue appliquée. De même, ces essais ont montré l'effet néfaste de la température ainsi que du maintien à la charge maximale sur la cinétique de développement de l'endommagement.

5.2 Cas du drapage "représentatif" du réservoir

Dans cette partie sont présentés les essais de fatigue thermomécanique et de fatigue mécanique à 1Hz sur le drapage "représentatif" et notamment les durées de vie obtenues, le suivi de l'endommagement et des mesures de déformations, par la technique de corrélation d'images, sur la tranche d'une éprouvette au cours d'un essai de fatigue thermomécanique.

5.2.1 Durée de vie

Deux essais de fatigue mécanique à 1 Hz jusqu'à rupture ont été réalisés sur des éprouvettes "représentatives" du réservoir. Les nombres de cycles à rupture obtenus au cours

des essais de fatigue sont présentés dans le tableau 5.2. Comme pour les essais sur les drapages “influence de l’alternance des plis”, la durée de vie du drapage “représentatif” du réservoir est beaucoup plus élevée en fatigue mécanique à 1 Hz qu’en fatigue thermomécanique. Ici encore, ces résultats mettent en évidence un effet néfaste de la température et/ou du maintien à la charge maximale pour les essais de fatigue sur ce drapage. Afin d’expliquer ces différences de durées de vie, les endommagements subis par ce drapage en fatigue mécanique à 1 Hz ont été étudiés.

	Fatigue thermomécanique	Fatigue mécanique à 1 Hz
Nombre de cycles à rupture	1765 cycles	47445 cycles 38358 cycles
	947 cycles	
	1880 cycles	
	2235 cycles	

Tableau 5.2 : Nombres de cycles à rupture obtenus pour les essais de fatigue thermomécanique et de fatigue mécanique à 1 Hz sur le drapage “représentatif” du réservoir.

5.2.2 Suivi des mécanismes d’endommagement

Comme en fatigue thermomécanique (chapitre 4), le développement de l’endommagement lors des essais de fatigue mécanique à 1 Hz sur des éprouvettes “représentatives” du réservoir a été caractérisé par radiographie X et par observations microscopiques.

5.2.2.1 Suivi par radiographie X

Un premier essai a été effectué afin de réaliser des observations par radiographie X. Pour cela, l’essai a été arrêté pour différents nombres de cycles de fatigue. Les clichés obtenus sont présentés sur la figure 5.8. Ces radiographies X montrent, qu’après 5000 cycles de fatigue mécanique à 1Hz, des endommagements sont apparus. Ce sont des fissures dans les plis à $\pm 65^\circ$. La plupart traversent l’éprouvette dans toute sa largeur. Le nombre de fissures dans les plis à $\pm 65^\circ$ continue ensuite d’augmenter au cours du cyclage. A partir de 25000 cycles, des fissures dans les plis à $\pm 25^\circ$ apparaissent. Ces fissures ne traversent pas l’éprouvette dans sa largeur. Elles sont courtes et se situent sur les bords de l’éprouvette. De

plus, elles sont peu nombreuses par rapport aux fissures dans les plis à $\pm 65^\circ$. Leur nombre va continuer à augmenter au cours du cyclage. A partir de 45000 cycles, des petits délaminages apparaissent sur les bords de l'éprouvette. Enfin, la rupture a lieu après 47445 cycles.

Pour rappel, les radiographies X prises au cours de l'essai de fatigue thermomécanique sur le drapage "représentatif" sont présentées à nouveau sur la figure 5.9. Les endommagements observés en fatigue mécanique à 1 Hz sont totalement différents de ceux observés en fatigue thermomécanique. En effet, dans le premier cas, ce sont principalement des fissures matricielles qui apparaissent tout d'abord dans les plis à $\pm 65^\circ$ puis dans les plis à $\pm 25^\circ$ alors que dans le deuxième cas, ce sont surtout des délaminages entre les plis à $\pm 65^\circ$ et ceux à $\pm 25^\circ$ ou entre les plis à $+25^\circ$ et ceux à -25° . De plus, on n'observe pas de localisation des endommagements sur la longueur de l'éprouvette sollicitée en fatigue mécanique à 1Hz alors qu'en fatigue thermomécanique, les endommagements se situent surtout au milieu de l'éprouvette, dans la zone sous le liner polymère.

L'évolution au cours du cyclage en fatigue mécanique à 1Hz des densités de fissures dans les différents plis de la partie composite est présentée dans le tableau 5.3. On retrouve les mêmes niveaux de densité de fissures qu'en traction quasistatique (tableau 4.9 du chapitre 4). De plus, les fissures dans les plis à $\pm 25^\circ$ apparaissent à partir d'une même densité de fissures dans les plis à $\pm 65^\circ$: de 0,5/mm en fatigue mécanique à 1Hz pour 0,47/mm en traction quasistatique.

Densité de fissures :	après 5000 cycles	après 15000 cycles	après 25000 cycles	après 35000 cycles	après 45000 cycles
plis à $\pm 65^\circ$	0,18/mm	0,36/mm	0,5/mm	0,58/mm	0,79/mm
plis à $\pm 25^\circ$	0/mm	0/mm	0,09/mm	0,19/mm	0,35/mm

Tableau 5.3 : Estimation des densités de fissures dans les différents plis du drapage "représentatif" en fonction de nombre de cycles de fatigue mécanique à 1 Hz.

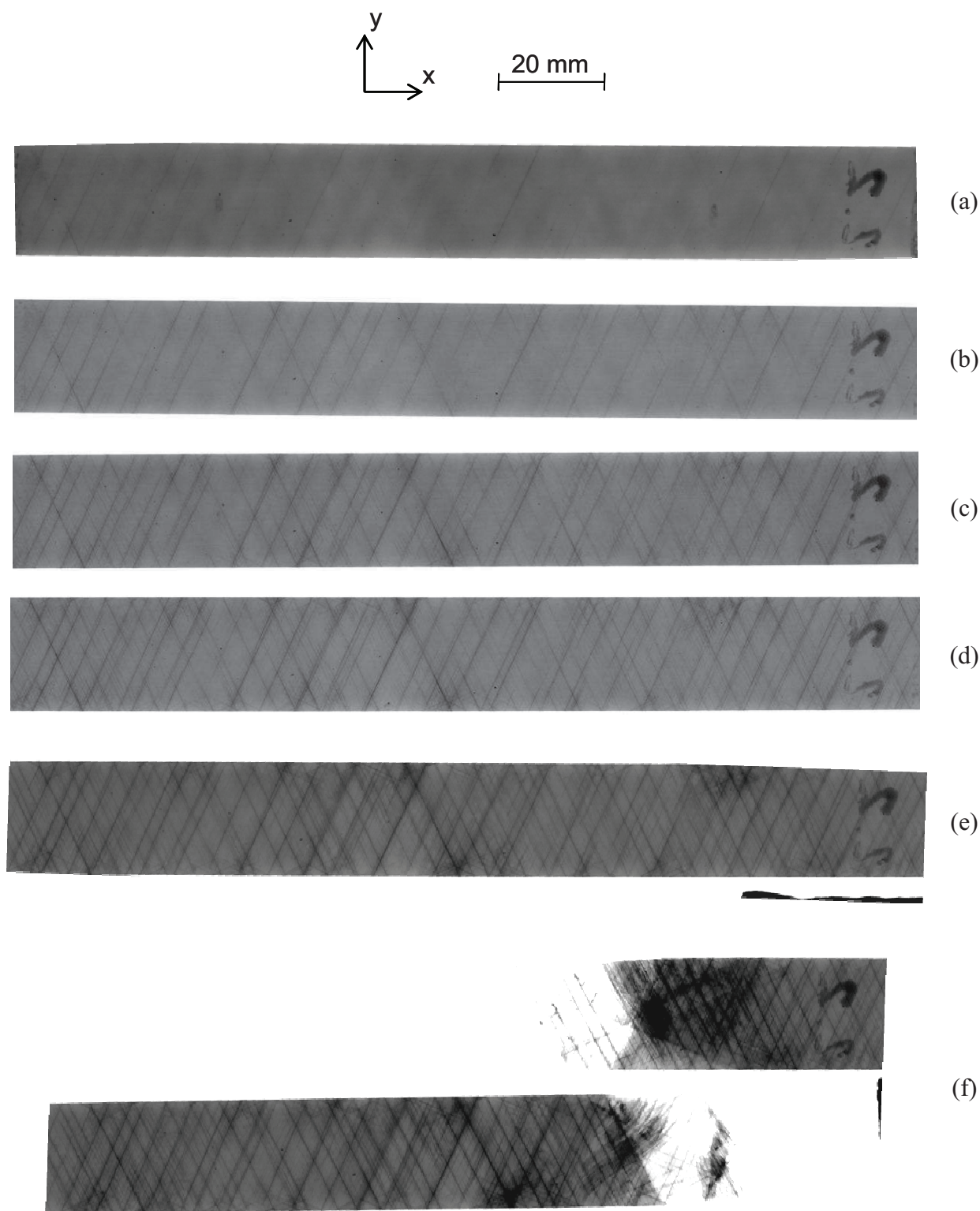


Figure 5.8 : Radiographies X d'une éprouvette "représentative" des conditions de service d'un réservoir sollicitée en fatigue mécanique à 1 Hz (a) après 5000 cycles, (b) après 15000 cycles, (c) après 25000 cycles, (d) après 35000 cycles, (e) après 45000 cycles et (f) après rupture macroscopique (47445 cycles).

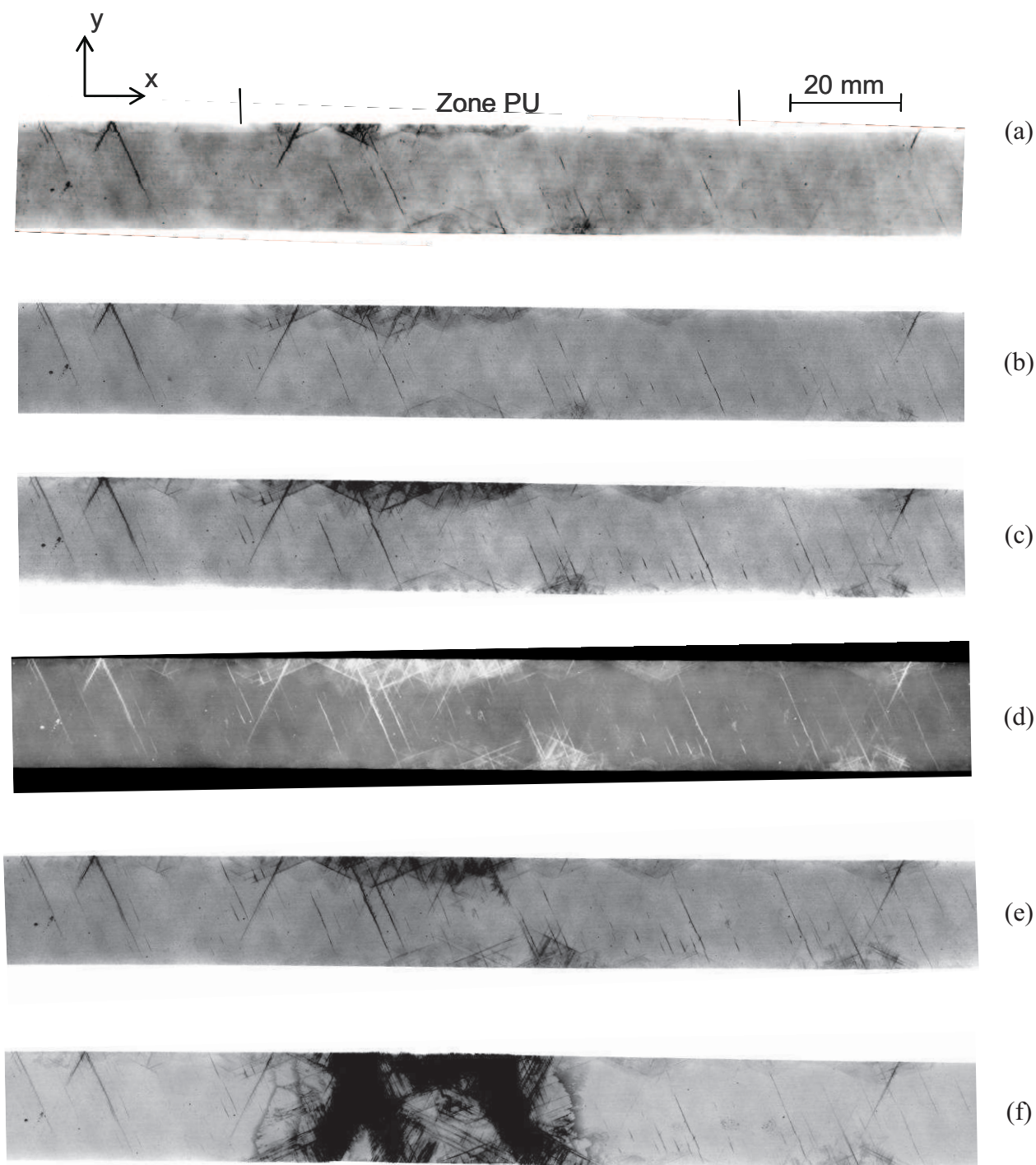


Figure 5.9 : Radiographies X d'une éprouvette "représentative" des conditions de service d'un réservoir sollicitée en fatigue thermomécanique (a) après 900 cycles, (b) après 1300 cycles, (c) après 1700 cycles, (d) après 1875 cycles, (e) après 1879 cycles et (f) après rupture macroscopique (1880 cycles).

5.2.2.2 Suivi par observations microscopiques

Afin de compléter le suivi d'endommagement par radiographie X, des observations microscopiques sur une tranche de l'éprouvette ont été effectuées. Pour cela, un essai de fatigue mécanique à 1 Hz a été réalisé sur une deuxième éprouvette "représentative" du réservoir. Les observations ont été effectuées au cours d'arrêts de l'essai après 11500 cycles, 20000 cycles, 30000 cycles et après la rupture macroscopique de l'éprouvette qui a eu lieu après 38358 cycles.

Les observations montrent des fissures matricielles dans les plis à $\pm 65^\circ$. Ces fissures traversent toute la couche de plis à $\pm 65^\circ$ (figure 5.10(a)). De plus, des délaminages partant des pointes de fissures sont présents entre les plis à $\pm 65^\circ$ et les plis à $\pm 25^\circ$. Des délaminages entre les plis à $+25^\circ$ et les plis à -25° (figure 5.10(b)) ont également été observés dès 11500 cycles. Néanmoins, les délaminages observés sur la tranche de l'éprouvette n'ont pas été détectés par radiographie X. Ils doivent donc être assez superficiels et donc non décelables par cette méthode.

Les nombres de fissures observées par cette méthode dans les différents plis en fonction du nombre de cycles de fatigue mécanique à 1Hz sont récapitulés dans le tableau 5.4. Ces valeurs montrent que les fissures dans les plis à $\pm 65^\circ$ sont plus nombreuses dans la couche centrale que dans les couches externes. Des fissures dans plis à $\pm 25^\circ$ apparaissent également à partir de 30000 cycles.


Nombre de fissures :		après 11500 cycles	après 20000 cycles	après 30000 cycles	après rupture (38358 cycles)
	$(+65^\circ/-65^\circ)_2$	2	9	23	18
	$(+25^\circ/-25^\circ)$	0	0	17	24
	$(+65^\circ/-65^\circ)_4$	8	26	43	50
	$(+25^\circ/-25^\circ)$	0	0	25	25
	$(+65^\circ/-65^\circ)_2$	3	12	23	26

Tableau 5.4 : Nombre de fissures et localisation dans les différents plis du drapage "représentatif" en fonction de nombre de cycles de fatigue mécanique à 1 Hz.

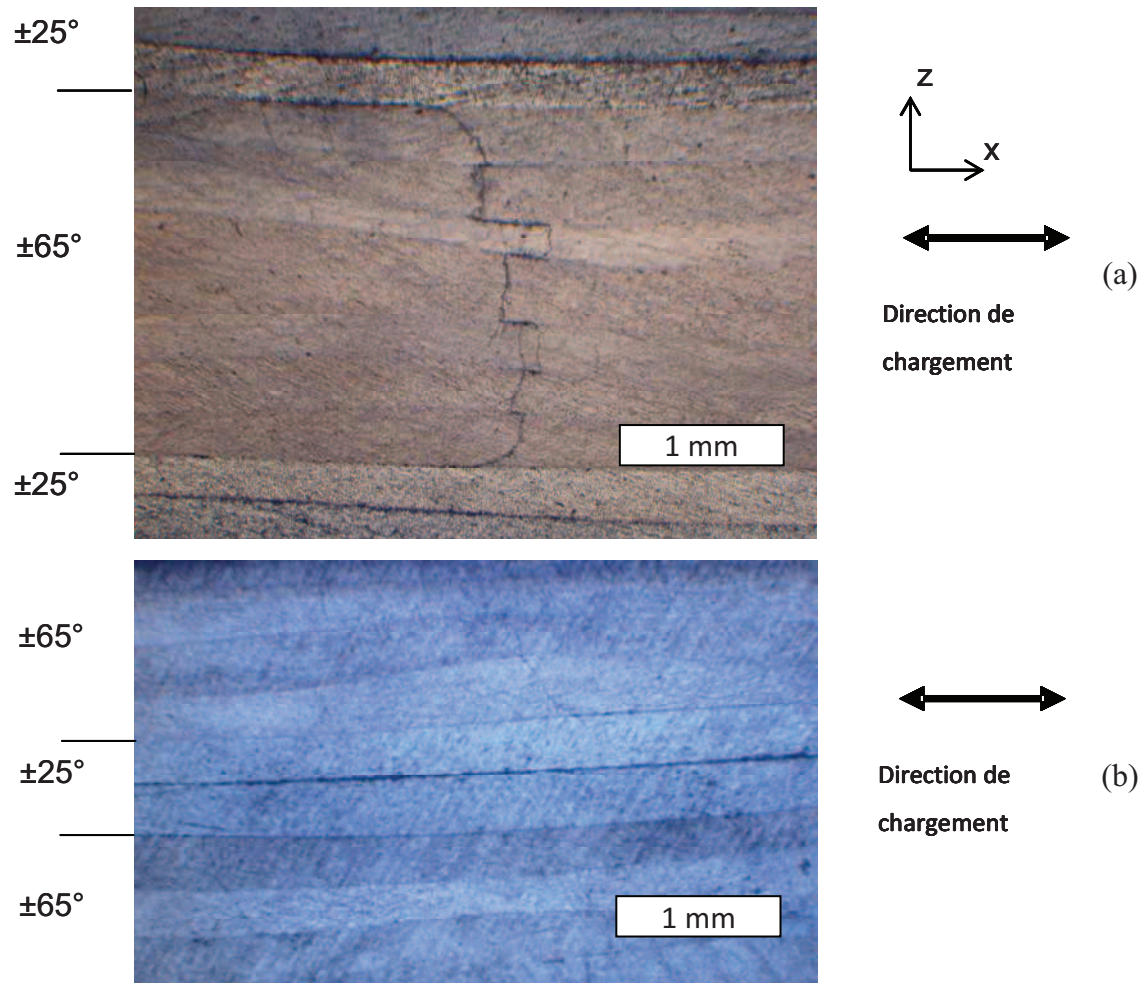


Figure 5.10 : Observations microscopiques sur le drapage “représentatif” du réservoir sollicité en fatigue mécanique à 1 Hz (a) d’une fissure matricielle traversant les plis centraux à $\pm 65^\circ$ dans leur épaisseur ainsi que de délaminages entre les plis à $\pm 65^\circ$ et ceux à $\pm 25^\circ$ partant des pointes de fissure observés après 20000 cycles et (b) d’un délaminage entre les plis à $+25^\circ$ et à -25° observé après 11500 cycles.

Les endommagements observés sur la tranche de l’éprouvette en fatigue mécanique à 1 Hz sont donc différents de ceux observés en fatigue thermomécanique. En effet, les fissures traversent toutes les couches à $\pm 65^\circ$ dans leur épaisseur alors qu’en fatigue thermomécanique, les plis à $\pm 65^\circ$ endommagés sont préférentiellement ceux voisins des plis à $\pm 25^\circ$.

Le suivi de l’endommagement du drapage “représentatif” du réservoir par radiographie X et par observations microscopiques a donc mis en évidence des différences au niveau des endommagements entre les essais de fatigue thermomécanique et ceux de fatigue mécanique à 1 Hz. Les résultats montrent des différences à la fois dans le type d’endommagement observé mais aussi dans leur localisation. Ces endommagements

conduisent à des durées de vie beaucoup plus élevées en fatigue mécanique à 1 Hz. Afin de comprendre ces différences de comportement, l'évolution des déformations sur la tranche des éprouvettes a été mesurée au cours d'un essai de fatigue thermomécanique.

5.2.3 Evolution des niveaux de déformation

Un essai de fatigue thermomécanique sur le drapage "représentatif" a été suivi par la technique de corrélation d'images afin de mesurer les champs de déplacement sur la tranche de l'éprouvette au cours du cyclage. Puis, par dérivation de ces champs de déplacement, les champs de déformation ont été calculés. Le but est d'analyser l'évolution des déformations sur la tranche pour expliquer les endommagements obtenus sur ce drapage sous ce type de sollicitation. De plus, quatre cycles (les cycles 1, 651, 1201 et 1801) ont été effectués sans cyclage thermique, c'est-à-dire en appliquant uniquement un cycle de fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale. Une comparaison entre les niveaux de déformations mesurés et ceux calculés par éléments finis sera également réalisée.

5.2.3.1 Méthode de mesure par corrélation d'images.

Les champs de déplacements ont donc été mesurés sur la tranche de l'éprouvette. Pour cela, un mouchetis a été déposé sur cette tranche préalablement polie. Une photo du mouchetis est présentée sur la figure 5.11. Un pixel représente $2,6 \mu\text{m}$. La taille de la fenêtre de corrélation est de 60px par 60px. Une fenêtre de corrélation est également représentée sur la figure 5.11.

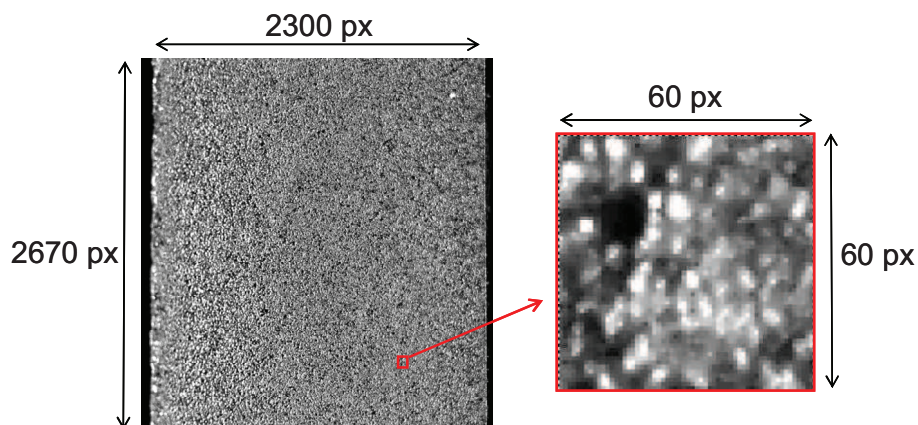


Figure 5.11 : Tranche de l'éprouvette "représentative" mouchetée pour mesurer les champs de déplacements par corrélation d'images et zoom sur une fenêtre de corrélation.

Pour une mesure en un "point", le déplacement a été obtenu par interpolation parabolique de la fonction de corrélation, déterminée sur un quadrillage de 5px par 5px autour du maximum du pic. Un exemple de pic de corrélation, en perspective et en coupe, obtenu pour une mesure de déplacement en un "point" au cours de l'essai de fatigue thermomécanique est présenté sur la figure 5.12.

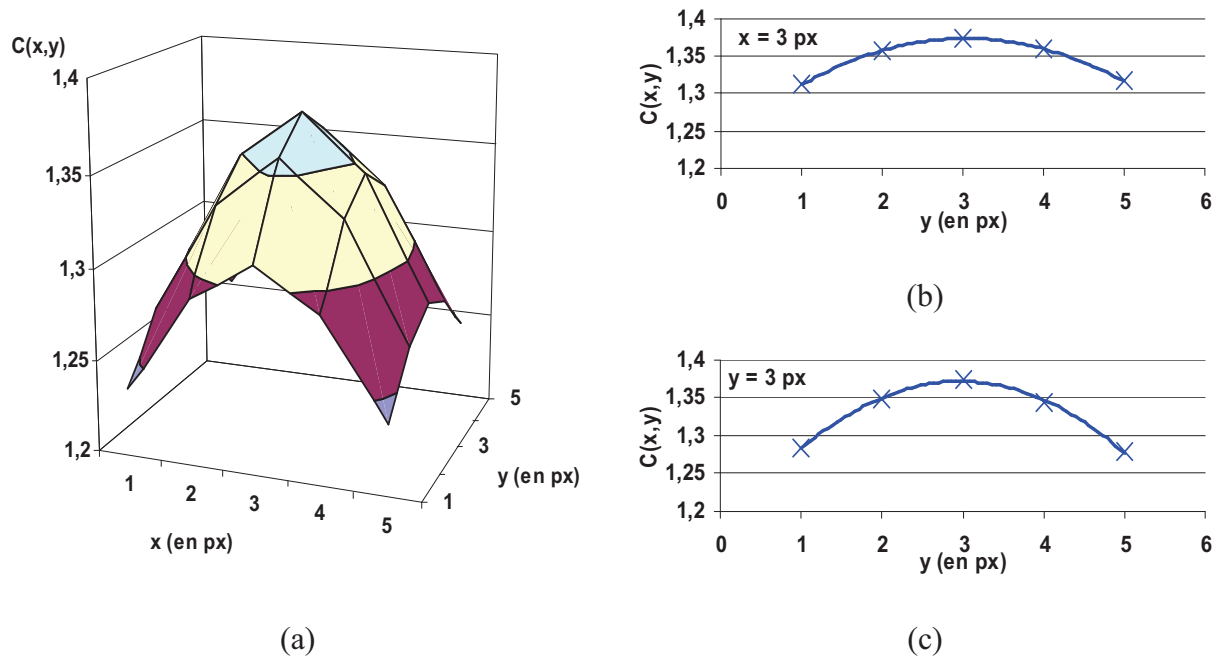


Figure 5.12 : Exemple de pic de corrélation obtenu au cours de l'essai de fatigue thermomécanique sur "éprouvette "représentative" pour la mesure de déplacement en un "point" sur une zone de $5 \times 5 \text{ px}^2$ autour du maximum du pic avec une fenêtre de corrélation de $60 \times 60 \text{ px}^2$: (a) vue en perspective, (b) coupe en $x = 3 \text{ px}$ et interpolation parabolique, (c) coupe en $y = 3 \text{ px}$ et interpolation parabolique.

Un maillage a été réalisé sous Abaqus CAE : les points de mesures de déplacement correspondent aux nœuds de ce maillage. Le maillage utilisé est présenté sur la figure 5.13. Les nœuds sont espacés de 25 px suivant l'épaisseur z et de 50 px suivant l'axe de traction x. Les champs de déformations sont obtenus par dérivation des champs de déplacements. Les mesures des déformations ont été effectuées suivant l'épaisseur z du composite. Les valeurs de déformation obtenues pour une abscisse z donnée correspondent à la moyenne des valeurs obtenues à cette même abscisse pour les trois lignes de mesures (figure 5.13).

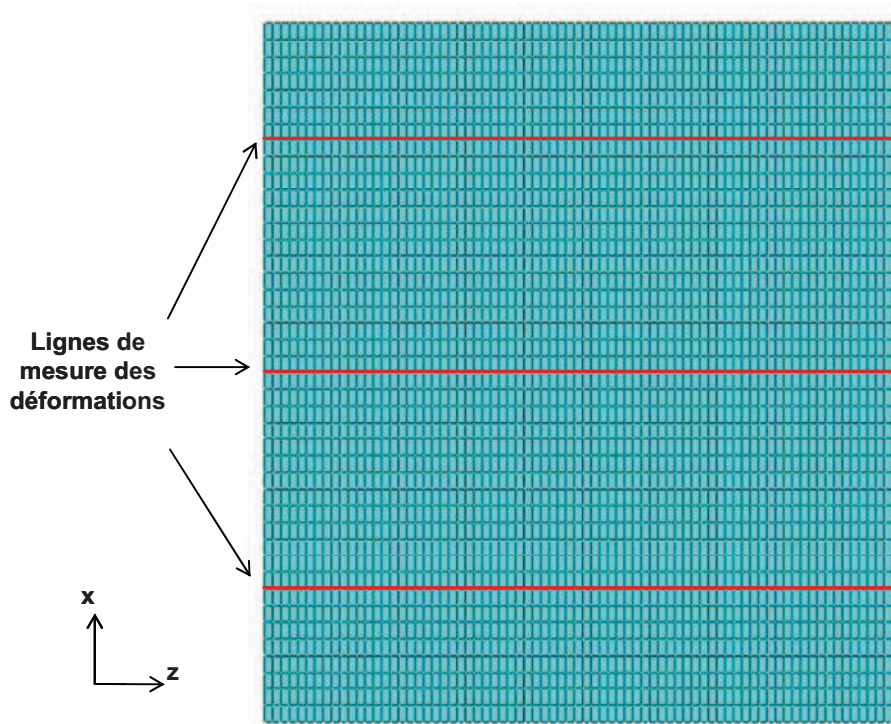


Figure 5.13 : Maillage et lignes de mesures utilisés pour les mesures de déplacements par corrélation d'images au cours de l'essai de fatigue thermomécanique sur éprouvette "représentative".

Sur la figure 5.14 est présenté un schéma représentant l'évolution de la contrainte et de la déformation au cours d'un cycle de fatigue avec maintien à la charge maximale avec ou sans température. Le but est d'étudier différentes évolutions de la déformation :

- l'évolution de la déformation $\Delta\varepsilon^{AB}$ au début du palier de charge ($t=120s$) et $\Delta\varepsilon^{AC}$ à la fin du palier ($t=480s$) en fonction du nombre de cycles de fatigue réalisé avec ou sans cyclage thermique,
- l'évolution $\Delta\varepsilon^{BC}$ au cours du palier de maintien à la charge maximale avec ou sans cyclage thermique,
- l'évolution de la déformation résiduelle ($t=540s$) $\Delta\varepsilon^{AD}$ avec ou sans cyclage thermique.

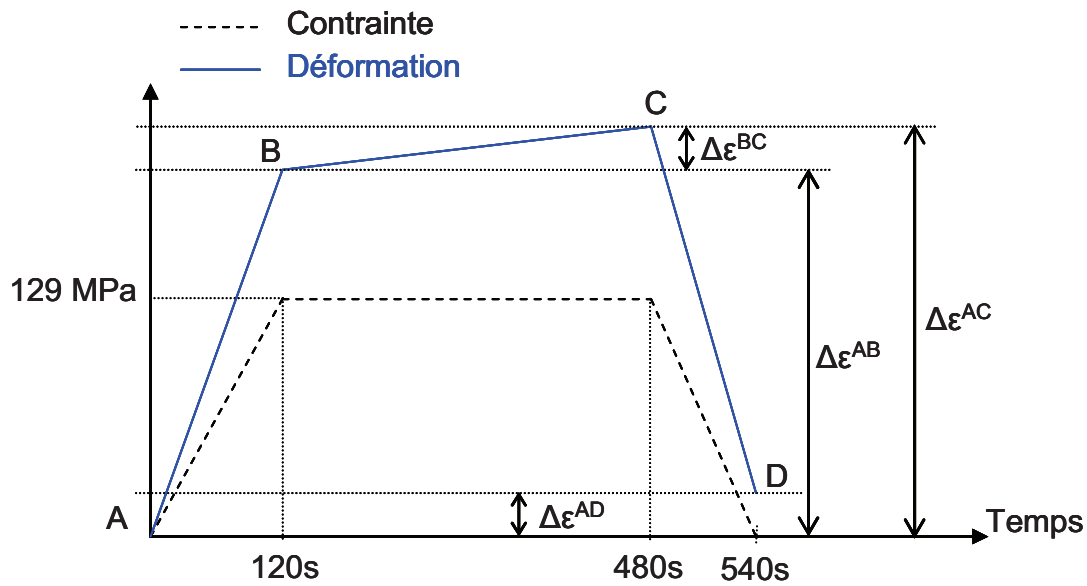


Figure 5.14 : Schéma d'évolution des contraintes et des déformations au cours d'un cycle avec maintien à la charge maximale.

5.2.3.2 Mesures au cours du deuxième cycle de fatigue thermomécanique.

Les champs de déformations ϵ_{xx} , ϵ_{zz} et ϵ_{xz} obtenus au cours du deuxième cycle de fatigue thermomécanique sur éprouvette "représentative" sont présentés sur les figures 5.15, 5.16 et 5.17. Les champs présentés correspondent aux déformations à la fin de la montée en charge (a), à la fin du palier de maintien à la charge maximale (b) et à la fin du cycle (c). La figure 5.15 montre que la déformation ϵ_{xx} est à peu près homogène sur la surface étudiée. Seuls quelques points de mesures n'ont pas corrélé sur le champ de déformation obtenu à la fin du palier de maintien à la charge maximale. Les déformations résiduelles à la fin du cycle sont quasiment nulles. Les cartographies des déformations ϵ_{zz} montrent un maximum de déformation, en valeur absolue, aux interfaces $+25^\circ/-25^\circ$ (en bleu). Cette déformation semble évoluer peu au cours du cycle. Les déformations résiduelles à la fin du cycle sont proches de zéro. Enfin, les cartographies des déformations ϵ_{xz} montrent également une concentration de déformations de cisaillement au niveau des interfaces $+25^\circ/-25^\circ$ (en bleu foncé et rouge sur la figure 5.16(b)). A ces interfaces, les déformations ϵ_{xz} augmentent au cours du palier de maintien à la charge maximale et des déformations résiduelles persistent à la fin du cycle. Ces cartographies montrent également une concentration de déformations de cisaillement au niveau des interfaces $25^\circ/65^\circ$ (en bleu et jaune clair sur la figure 5.17(b)). Néanmoins, les niveaux de déformations ϵ_{xz} aux interfaces $25^\circ/65^\circ$ restent plus faibles qu'aux interfaces

+25°/-25°. De plus, les valeurs de déformations maximales de cisaillement atteintes sont beaucoup plus élevées que les déformations ϵ_{xx} et ϵ_{zz} (de l'ordre de 8% pour les déformations ϵ_{xz} pour des valeurs respectivement de l'ordre de 0,55% et -1% pour les déformations ϵ_{xx} et ϵ_{zz}).

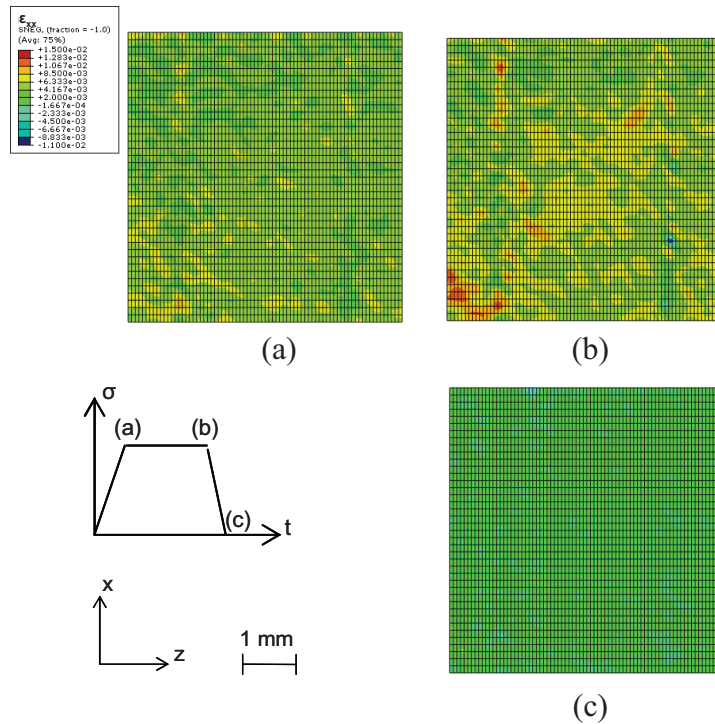


Figure 5.15 : Champs des déformations ϵ_{xx} mesurés par corrélation d'images sur éprouvette "représentative" au cours du deuxième cycle de fatigue thermomécanique : (a) entre le début du cycle et la fin de la montée en charge ($t=120s$), (b) entre le début du cycle et la fin du palier de maintien à la charge maximale ($t=480s$) et (c) entre le début et la fin du cycle ($t=540s$).

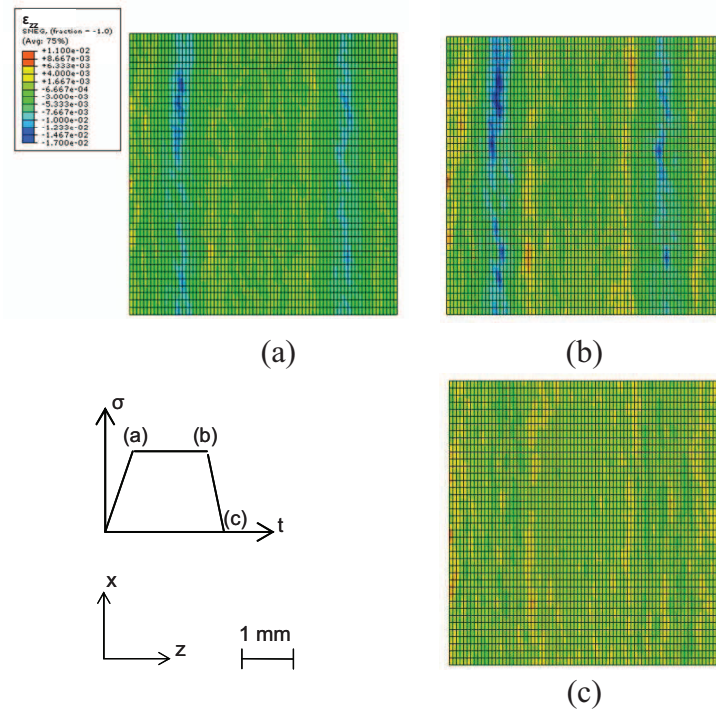


Figure 5.16 : Champs des déformations ϵ_{zz} mesurés par corrélation d'images sur éprouvette "représentative" au cours du deuxième cycle de fatigue thermomécanique : (a) entre le début du cycle et la fin de la montée en charge ($t=120s$), (b) entre le début du cycle et la fin du palier de maintien à la charge maximale ($t=480s$) et (c) entre le début et la fin du cycle ($t=540s$).

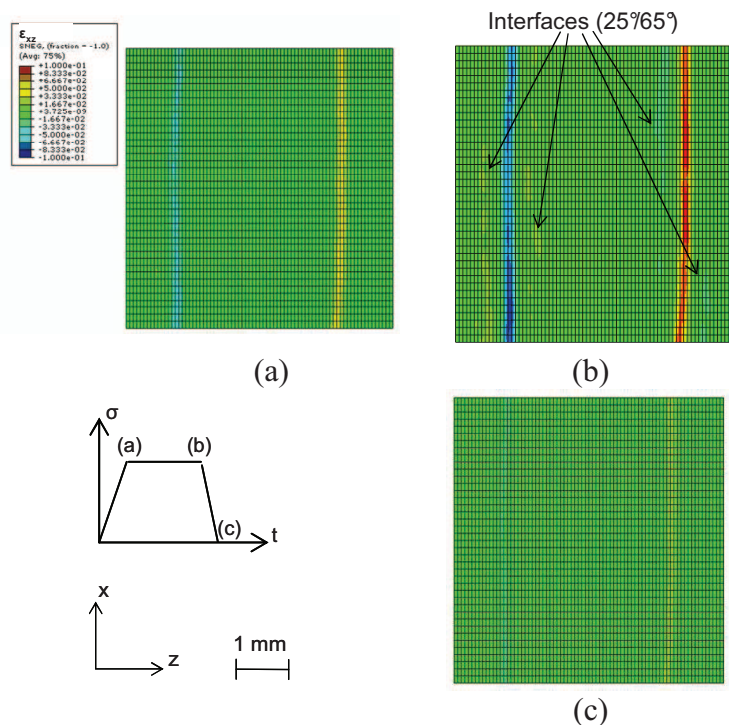


Figure 5.17 : Champs des déformations ϵ_{xz} mesurés par corrélation d'images sur éprouvette "représentative" au cours du deuxième cycle de fatigue thermomécanique : (a) entre le début du cycle et la fin de la montée en charge ($t=120s$), (b) entre le début du cycle et la fin du palier de maintien à la charge maximale ($t=480s$) et (c) entre le début et la fin du cycle ($t=540s$).

La corrélation d'images avec ce mouchetis permet donc de mesurer l'évolution des déformations dans les plis du composite. Les déformations ϵ_{xz} présentent des niveaux maximums environ dix fois plus élevés que pour les déformations ϵ_{xx} et ϵ_{zz} . Les cartographies obtenues montrent également que les champs de déformations sont homogènes sur la longueur de l'éprouvette (axe x). Les mesures de déformations par corrélation d'images vont maintenant être comparées aux résultats du calcul par éléments finis.

5.2.3.3 Comparaison avec le calcul numérique

Des mesures de champ de déplacement ont donc été effectuées par corrélation d'images. Une première série de mesures a été réalisée sur une éprouvette vierge au cours de sa première montée en charge. Le cycle de fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale a été appliqué, la première partie du cycle correspondant à une traction jusqu'à 129MPa. Le champ de déplacement a été mesuré entre l'instant $t = 0$ s du cycle et l'instant $t = 120$ s, soit entre le début et la fin de cette montée en charge. Les déformations obtenus ont été comparées aux déformations calculées par éléments finis lors de la détermination du drapage "représentatif" du réservoir. Pour cela, chaque déformation mesurée (ϵ_{xx} , ϵ_{zz} et ϵ_{xz}) a été relevée sur trois lignes (figure 5.13) et c'est la moyenne de ces trois lignes qui a été comparée à la déformation déterminée par le calcul éléments finis élastique (chapitre 4). Les résultats des comparaisons pour ϵ_{xx} , ϵ_{zz} et ϵ_{xz} sont présentés respectivement sur les figures 5.18, 5.19 et 5.20.

Il y a une bonne adéquation entre les résultats expérimentaux et les résultats numériques. Pour la déformation ϵ_{xx} , les mesures expérimentales oscillent autour de la valeur calculée numériquement. Ces oscillations permettent de quantifier le bruit qui est donc, avec cette méthode, de l'ordre de 0,1%. La déformation ϵ_{zz} est minimum au niveau de l'interface des plis à $+25^\circ$ et à -25° . Elle est de l'ordre de -0,65% à cet endroit. Sinon, elle est proche de 0% dans les plis à $\pm 65^\circ$. Enfin, la déformation ϵ_{xz} présente une amplitude maximale (de l'ordre de 3%) au niveau de l'interface entre les plis à $+25^\circ$ et ceux à -25° . Par ailleurs, les valeurs de déformation ϵ_{xz} sont faibles dans les plis à $\pm 65^\circ$ mis à part dans les plis à $\pm 65^\circ$ voisins des plis à $\pm 25^\circ$ où la déformation maximale est de l'ordre de 1%. Pour toutes ces quantités, les comparaisons entre les valeurs mesurées par corrélation d'images au cours de la première montée en charge et les valeurs calculées par éléments finis sont très satisfaisantes.

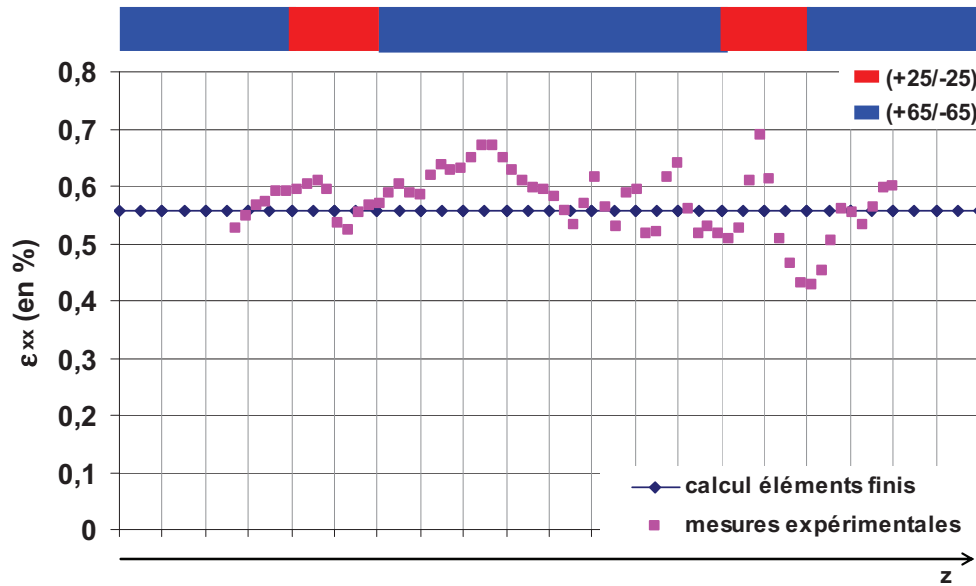


Figure 5.18 : Comparaison des déformations ϵ_{xx} obtenues par calcul éléments finis et par mesures par corrélation d'images sur la tranche d'une éprouvette avec un drapage "représentatif" lors d'une traction à 129MPa.

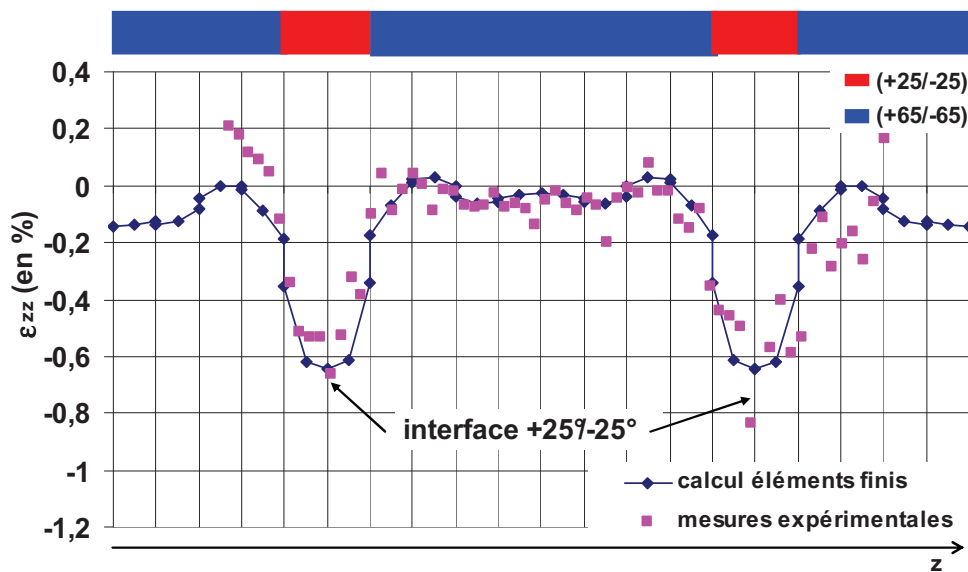


Figure 5.19 : Comparaison des déformations ϵ_{zz} obtenues par calcul éléments finis et par mesures par corrélation d'images sur la tranche d'une éprouvette avec un drapage "représentatif" lors d'une traction à 129MPa.

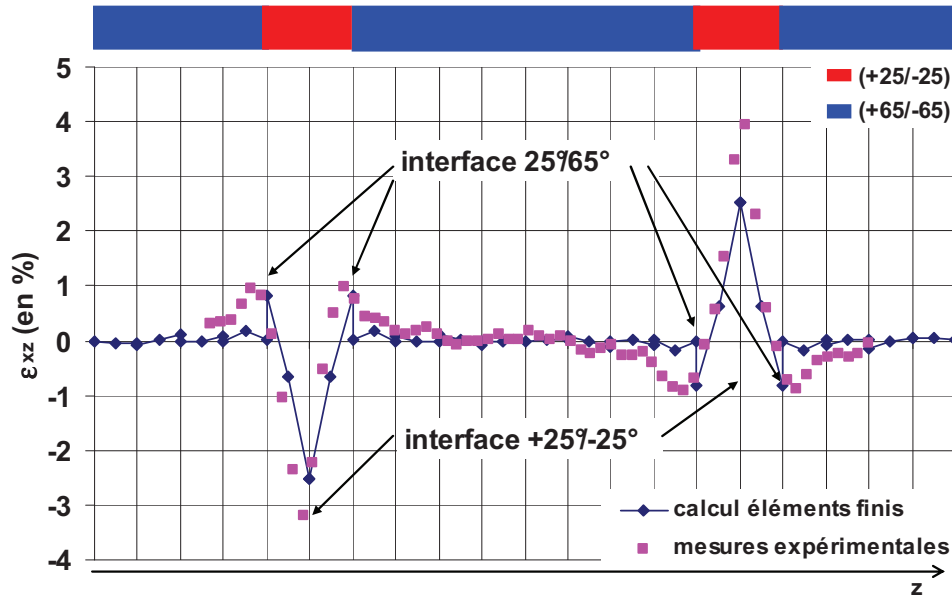


Figure 5.20 : Comparaison des déformations ε_{xz} obtenues par calcul éléments finis et par mesures par corrélation d'images sur la tranche d'une éprouvette avec un drapage "représentatif" lors d'une traction à 129MPa.

L'évolution des déformations a ensuite été mesurée au cours du cyclage. Ces évolutions ont été étudiées en des points particuliers sur le drapage, où des maximums de déformation ont été observés. Des comparaisons seront effectuées entre des cycles de charge appliqués avec ou sans cyclage thermique.

5.2.3.4 Mesure des déformations au cours du cyclage.

Des mesures des champs de déformations ont été effectuées sur la tranche d'une éprouvette "représentative" au cours d'un essai de fatigue thermomécanique. Ces mesures ont été réalisées après différents nombres de cycles. Les déformations ont été mesurées au début du palier de maintien à la charge maximale ($t = 120s$), à la fin de ce palier ($t = 480s$) et à la fin du cycle ($t = 540s$) (figure 5.14). Pour un cycle donné, les déformations sont toujours calculées par rapport à l'état initial de l'éprouvette au début du cycle considéré et non pas par rapport au début de l'essai (c'est-à-dire au début du cycle 1). Par exemple, des mesures réalisées au cours du cycle 200 correspondent aux déformations par rapport au début du cycle 200 et non pas par rapport au cycle 1. Ainsi, les mesures effectuées ne tiennent pas compte des déformations cumulées au cours des cycles précédents.

A chaque cycle, le même maillage que sur la figure 5.13 a été utilisé pour la corrélation d'images. Sur la figure 5.21 sont représentées les cartographies du champ de déformation ϵ_{xz} à la fin du palier de maintien à la charge maximale pour différents nombres de cycles. L'évolution moyenne (sur trois lignes (figure 5.13)) de cette déformation dans l'épaisseur du composite est présentée sur la figure 5.22. Les résultats montrent notamment une augmentation des niveaux de déformation de cisailement (passant d'environ 7% à environ 20%) atteints au niveau de l'interface $+25^\circ/-25^\circ$ en fonction du nombre de cycles de fatigue thermomécanique effectués.

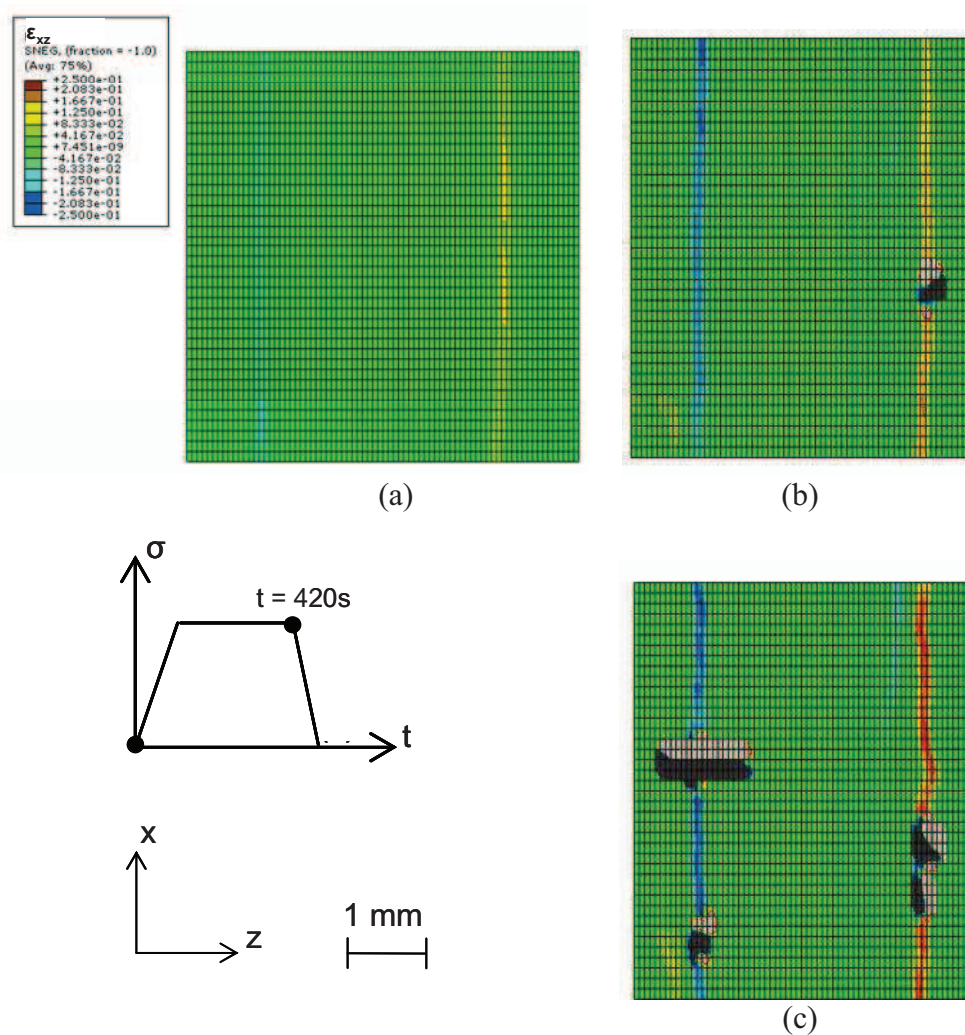


Figure 5.21 : Champs des déformations ϵ_{xz} mesurés par corrélation d'images entre le début du cycle et la fin du palier de maintien à la charge maximale ($t = 420s$) sur éprouvette "représentative" au cours d'un essai de fatigue thermomécanique (a) après 2 cycles, (b) après 652 cycles et (c) après 1202 cycles.

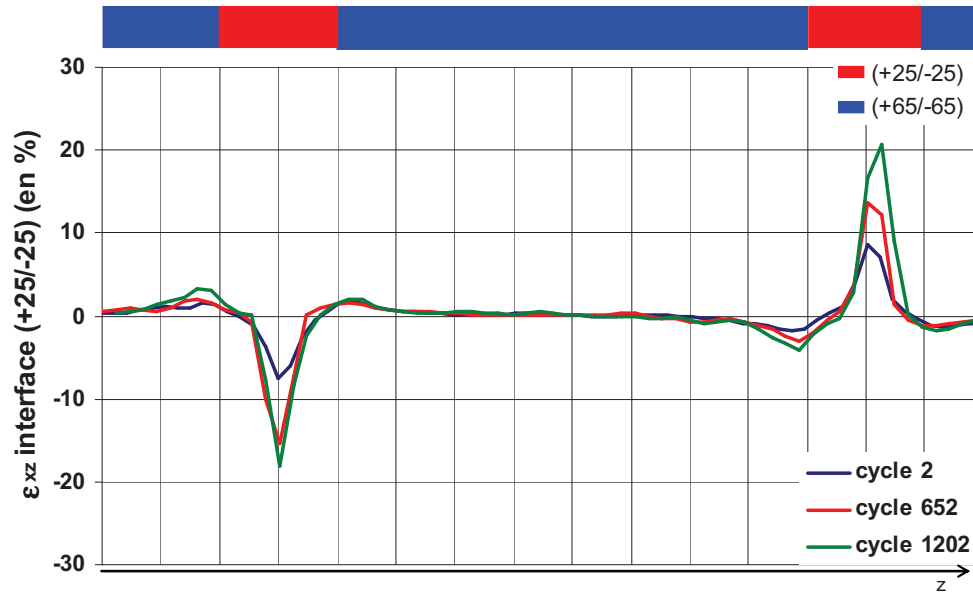


Figure 5.22 : Déformations ϵ_{xz} mesurées par corrélation d'images entre le début du cycle et la fin du palier de maintien à la charge maximale ($t = 420s$) dans l'épaisseur d'une éprouvette "représentative" pour différents nombres de cycles de fatigue thermomécanique.

Au cours de cet essai de fatigue thermomécanique, certains cycles ont également été suivis par caméra infrarouge. Les champs de température ont été mesurés sur la tranche de l'éprouvette utilisée pour mesurer les champs de déplacement par corrélation d'images. Sur la figure 5.23 sont représentées les cartographies du champ de température lorsque celle-ci est maximale à l'interface polymère/composite pour différents nombres de cycles. L'évolution du gradient de température dans l'épaisseur du composite suivant l'axe du flux d'air régulé en température est présentée en figure 5.24. Les résultats montrent qu'il n'y a pas d'évolution des niveaux de température atteints au cours de l'essai de fatigue thermomécanique. Et s'il y a des phénomènes thermiques au sein des plis du composite, ils sont dissimulés par le gradient de température dû au cyclage thermique ainsi que par la faible résolution spatiale de la caméra thermique.

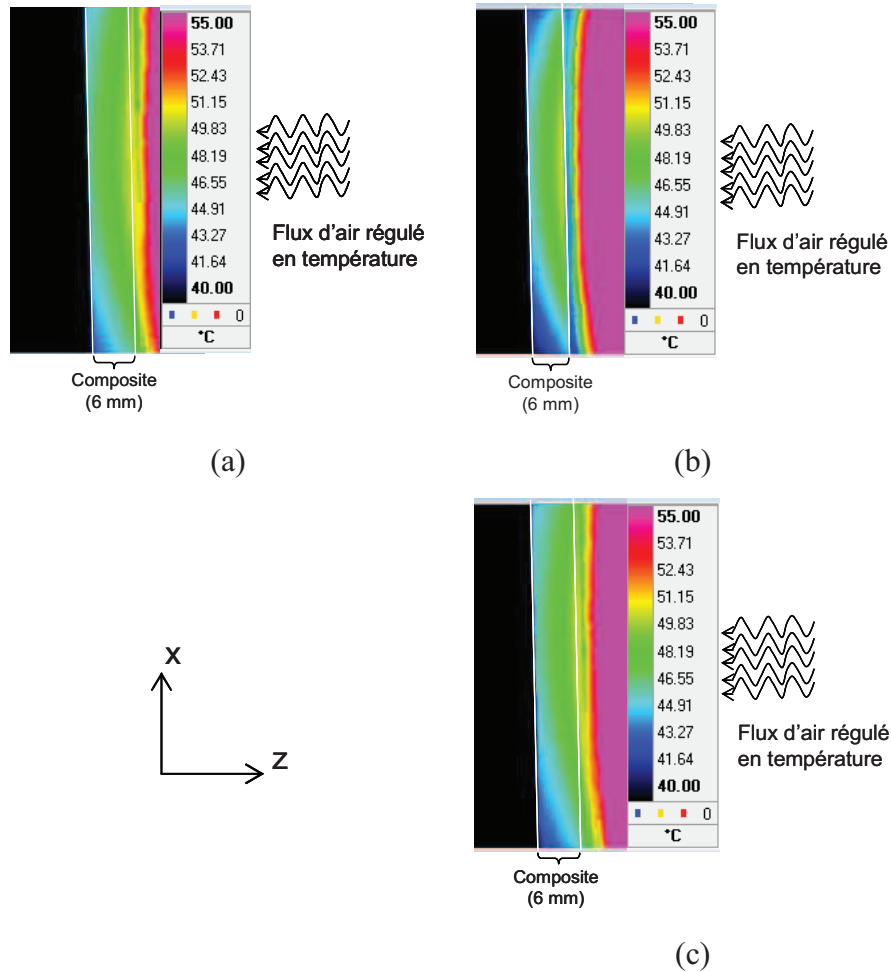


Figure 5.23 : Cartographies du champ de température lorsque celle-ci est maximale à l'interface polymère/composite mesuré par caméra infrarouge sur la tranche d'une éprouvette représentative au cours de l'essai de fatigue thermomécanique après (a) 8 cycles, (b) 659 cycles et (c) 1209 cycles.

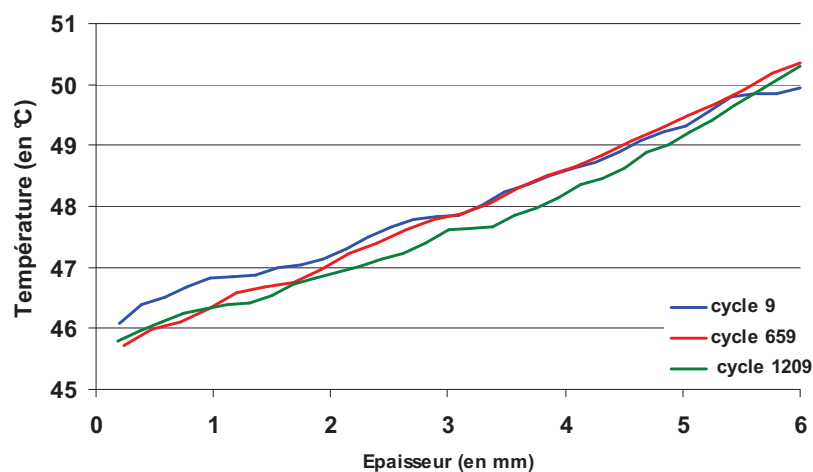


Figure 5.24 : Gradient de température mesuré par caméra infrarouge dans l'épaisseur du composite d'une éprouvette "représentative" lorsque la température est maximale à l'interface polymère/composite au cours de différents cycles de l'essai de fatigue thermomécanique.

Déformation moyenne ε_{xx}

Les valeurs de déformations ε_{xx} présentées dans ce paragraphe correspondent à la moyenne de toutes les valeurs relevées sur trois lignes de mesures (soit la moyenne de 225 points de mesures), comme présenté sur la cartographie de la figure 5.25, en excluant les points de non-corrélation.

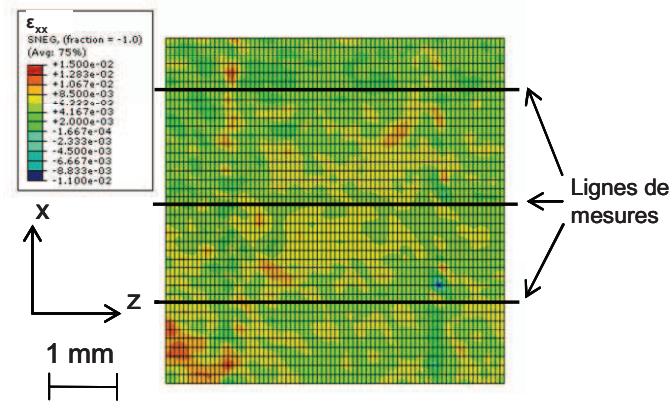


Figure 5.25 : Lignes de mesures utilisées pour le dépouillement des champs de déformation ε_{xx} présentées sur une cartographie des déformations ε_{xx} mesurées par corrélation d'images entre le début du cycle et la fin du maintien à la charge maximale au cours du deuxième cycle de fatigue thermomécanique sur une éprouvette "représentative".

Les résultats sont équivalents avec ou sans température et ne montrent aucune évolution au cours du cyclage. Les mesures effectuées fluctuent autour de la valeur calculée par éléments finis (0,55%) (figure 5.26(a)). Néanmoins, il semblerait qu'il y ait une légère évolution de la déformation ε_{xx} au cours du palier de maintien à la charge maximale. La figure 5.26(b) montre en effet que $\Delta\varepsilon_{xx}^{BC}$ reste toujours positive. Toutefois, les valeurs atteintes restent inférieures au bruit de mesure qui est de 0,1%. Enfin, avec ou sans cyclage thermique, une valeur résiduelle $\Delta\varepsilon_{xx}^{AD}$ positive a été obtenue mais elle reste également inférieure au bruit de mesure (figure 5.26(c)).

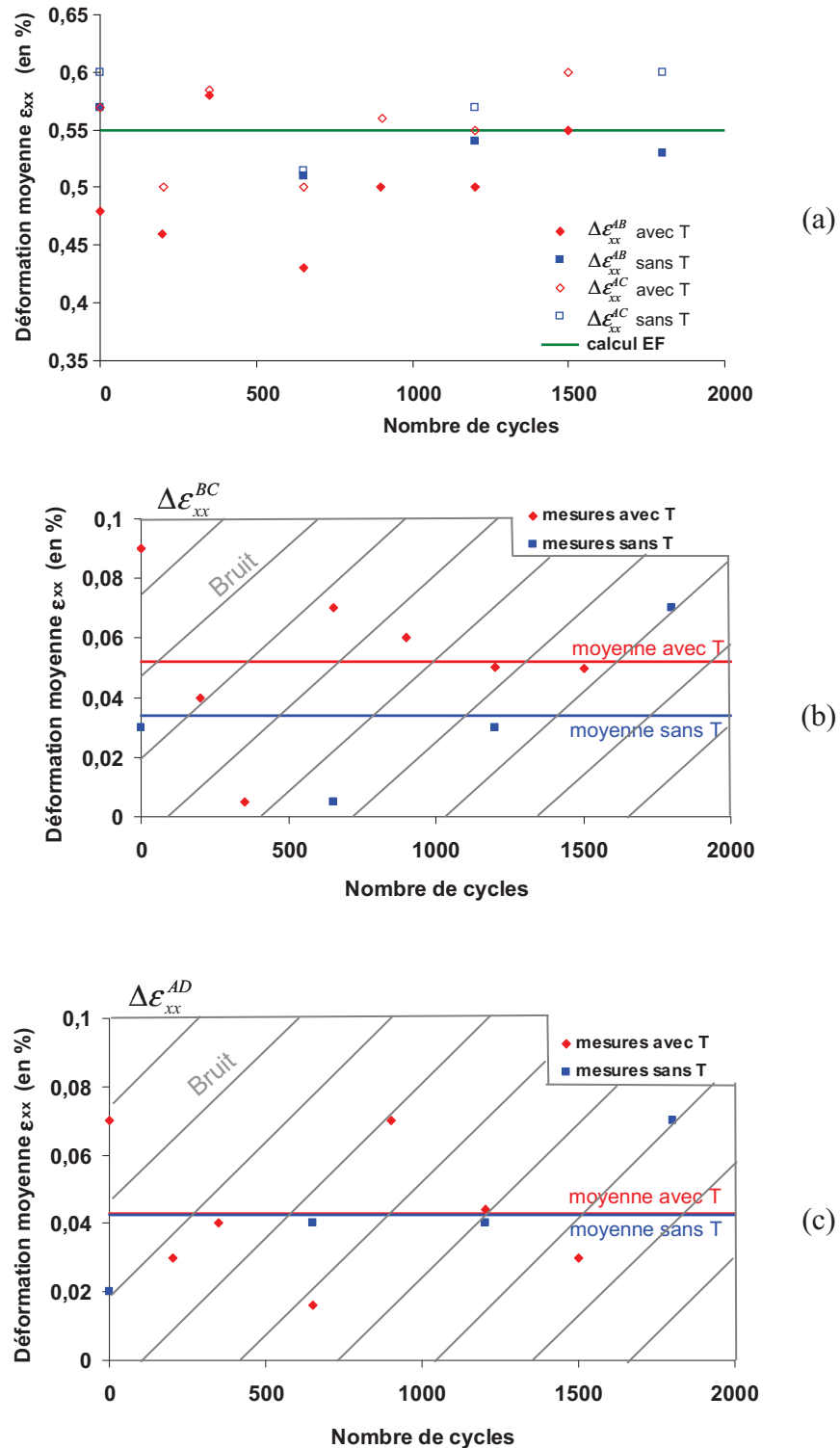


Figure 5.26 : Déformation ε_{xx} moyenne mesurée par corrélation d'images sur la tranche d'une éprouvette avec un drapage "représentatif" au cours de cycles avec ou sans cyclage thermique (avec ou sans T) : (a) évolution pendant le cycle (mesures par rapport au début du cycle), (b) évolution au cours du palier de maintien à la charge maximale et (c) déformation résiduelle à la fin des différents cycles.

Déformation ε_{zz} à l'interface (+25°/-25°)

De la même manière que pour ε_{xx} , les valeurs de déformations ε_{zz} présentées dans ce paragraphe correspondent à la moyenne de toutes les valeurs relevées sur trois lignes de mesures aux interfaces +25°/-25° (soit la moyenne de 6 points de mesures) (figure 5.27), les points de non-corrélation étant toujours exclus.

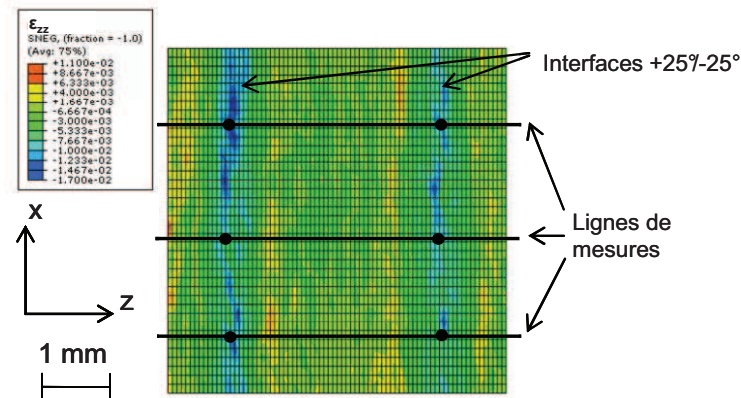


Figure 5.27 : Points de mesures utilisés pour le dépouillement des champs de déformation ε_{zz} à l'interface +25°/-25° présentés sur une cartographie des déformations ε_{zz} mesurées par corrélation d'images entre le début du cycle et la fin du maintien à la charge maximale au cours du deuxième cycle de fatigue thermomécanique sur une éprouvette "représentative".

Les résultats montrent des valeurs similaires qu'il y ait cyclage thermique ou non et une évolution de cette déformation au cours du cyclage (figure 5.28(a)). En effet, les niveaux de déformation $\Delta\varepsilon_{zz}^{AB}$ atteints, en valeurs absolues, augmentent avec le nombre de cycles (de l'ordre de -1% au début de l'essai et de -3.5% après 1800 cycles). De plus, il n'y a pas d'évolution significative ni pour les déformations entre le début et la fin du palier de maintien à la charge maximale (figure 5.28(b)), ni pour la déformation résiduelle $\Delta\varepsilon_{zz}^{AD}$ en fin de cycle (figure 5.28(c)), les valeurs étant faibles par rapport au niveau de déformation maximale atteint qui est supérieur à 1%.

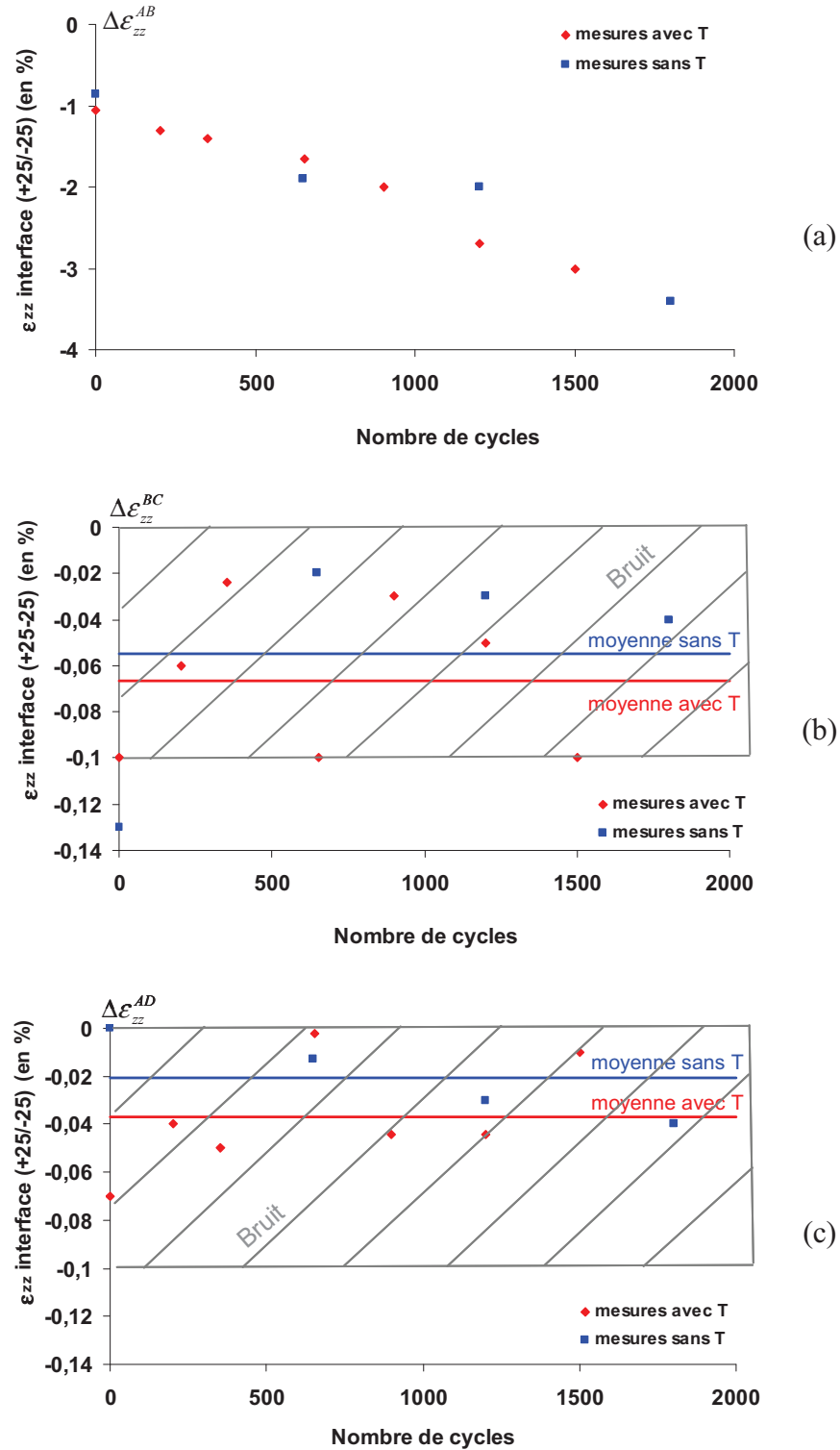


Figure 5.28 : Déformation ε_{zz} à l'interface $+25^\circ/-25^\circ$ mesurée par corrélation d'images sur la tranche d'une éprouvette avec un drapage "représentatif" au cours de cycles avec ou sans cyclage thermique (avec ou sans T) : (a) évolution pendant le cycle (mesures par rapport au début du cycle), (b) évolution au cours du palier de maintien à la charge maximale et (c) déformation résiduelle à la fin des différents cycles.

Déformation ε_{xz} à l'interface (+25°/-25°)

Comme pour le dépouillement des champs de déformation ε_{zz} , les valeurs de déformations ε_{xz} présentées dans ce paragraphe correspondent à la moyenne de 6 points de mesures (figure 5.29), toujours en excluant les points de non-corrélation.

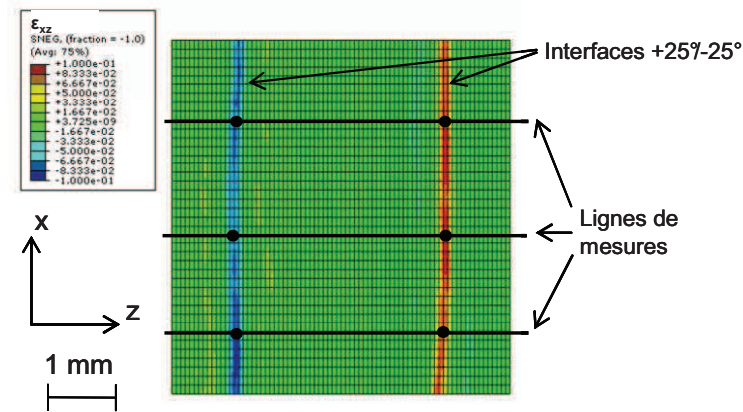


Figure 5.29 : Points de mesures utilisés pour le dépouillement des champs de déformation ε_{zz} à l'interface +25°/-25° présentés sur une cartographie des déformations ε_{xz} mesurées par corrélation d'images entre le début du cycle et la fin du maintien à la charge maximale au cours du deuxième cycle de fatigue thermomécanique sur une éprouvette "représentative".

Les valeurs de déformation ε_{xz} mesurées à cette interface sont beaucoup plus élevées que pour les précédentes: pour une valeur moyenne de ε_{xx} de 0,53% et des valeurs maximales (à l'interface (+25°/-25°)) de ε_{zz} entre -1% et -3,5%, le cisaillement ε_{xz} à l'interface (+25°/-25°) atteint plusieurs dizaines de pourcents. De plus, ces déformations augmentent au cours du cyclage que ce soit avec ou sans cyclage thermique (de l'ordre de 5% au début de l'essai à des valeurs de l'ordre de 35% après 1800 cycles) (figure 5.30(a)). La déformation continue également d'augmenter au cours du palier de maintien à la charge maximale. Cette évolution $\Delta\varepsilon_{xz}^{BC}$ au cours du palier est plus marquée pour les cycles avec température (de l'ordre de 2,9%) que pour les cycles sans température (de l'ordre de 1,4%) (figure 5.30(b)). Enfin, une déformation résiduelle $\Delta\varepsilon_{xz}^{AD}$ a été mesurée à chaque cycle. Elle est de l'ordre de 2,7% pour les cycles avec cyclage thermique et de l'ordre de 1,7% pour les cycles sans cyclage thermique (figure 5.30(c)).

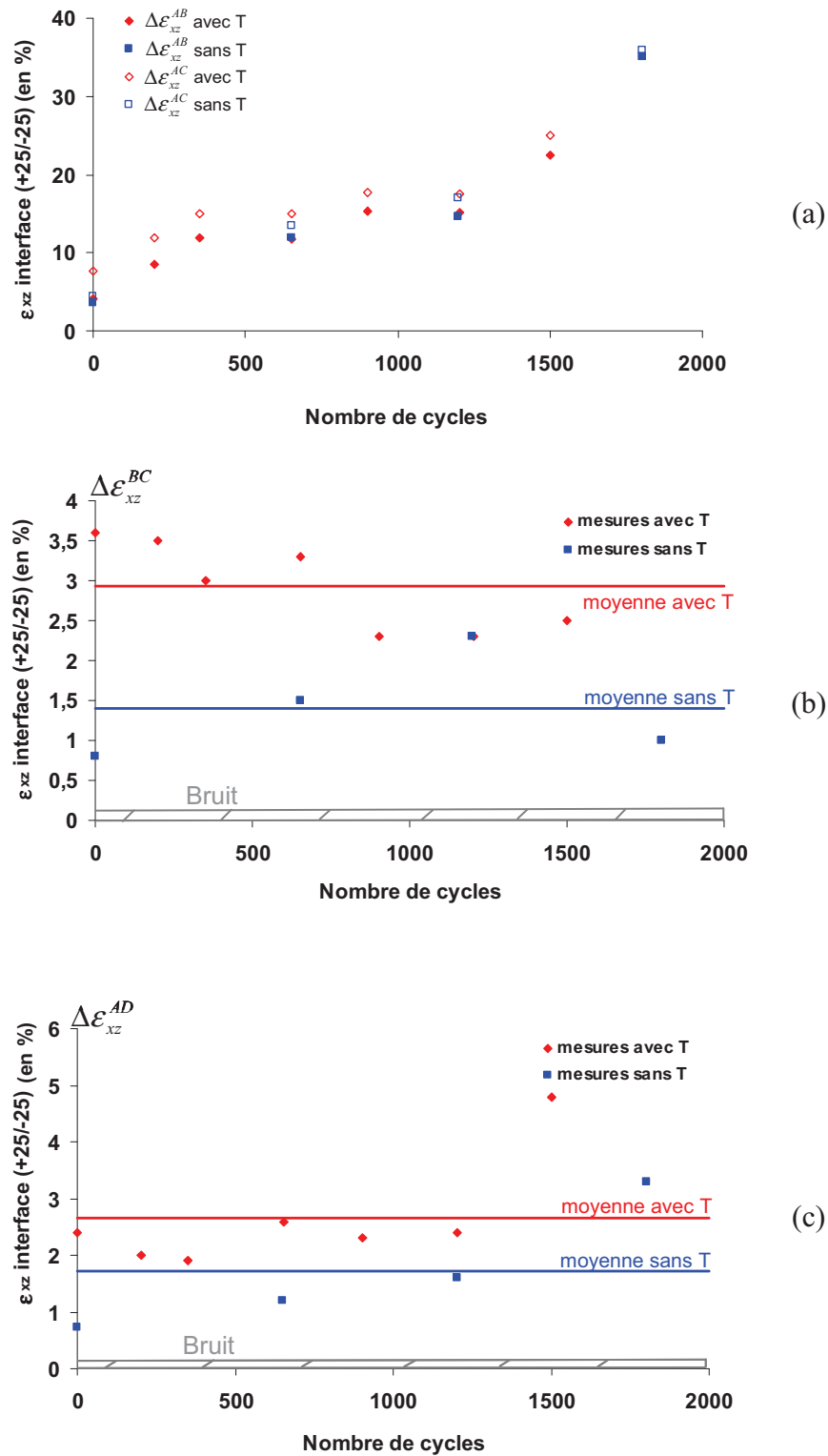


Figure 5.30 : Déformation ε_{xz} à l'interface $+25^\circ/-25^\circ$ mesurée par corrélation d'images sur la tranche d'une éprouvette avec un drapage "représentatif" au cours de cycles avec ou sans cyclage thermique (avec ou sans T) : (a) évolution pendant le cycle (mesures par rapport au début du cycle), (b) évolution au cours du palier de maintien à la charge maximale et (c) déformation résiduelle à la fin des différents cycles.

Déformation ε_{xz} à l'interface (25°/65°)

Enfin, les valeurs de déformations ε_{xz} présentées dans ce paragraphe correspondent à la moyenne de toutes les valeurs relevées sur trois lignes de mesures aux interfaces 25°/65° (soit la moyenne de 12 points de mesures), comme présenté sur la cartographie de la figure 5.31, les points de non-corrélation étant toujours exclus.

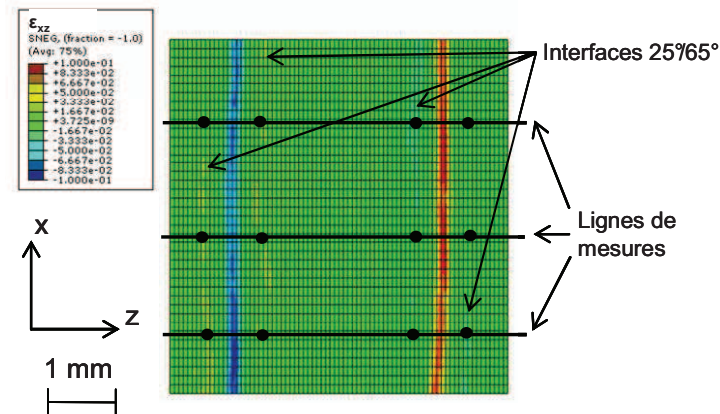


Figure 5.31 : Points de mesures utilisés pour le dépouillement des champs de déformation ε_{zz} à l'interface 25°/65° présentés sur une cartographie des déformations ε_{xz} mesurées par corrélation d'images entre le début du cycle et la fin du maintien à la charge maximale au cours du deuxième cycle de fatigue thermomécanique sur une éprouvette "représentative".

Comme à l'interface entre les plis à (+25°/-25°), la déformation augmente avec le nombre de cycles (figure 5.32(a)). Les niveaux de déformations atteints sont tout de même moins élevés (divisés par 7). Une évolution de la déformation $\Delta\varepsilon_{xz}^{BC}$ au cours du palier de maintien à la charge maximale est également mise en évidence (figure 5.32(b)), elle est plus marquée en présence de cyclage thermique (de l'ordre de 0,4% avec cyclage thermique et de l'ordre de 0,1% sans cyclage thermique). Enfin, que ce soit avec ou sans cyclage thermique, une déformation résiduelle $\Delta\varepsilon_{xz}^{AD}$, respectivement de l'ordre de 0,41% et de l'ordre de 0,32%, a été relevée à la fin des cycles étudiés (figure 5.32(c)).

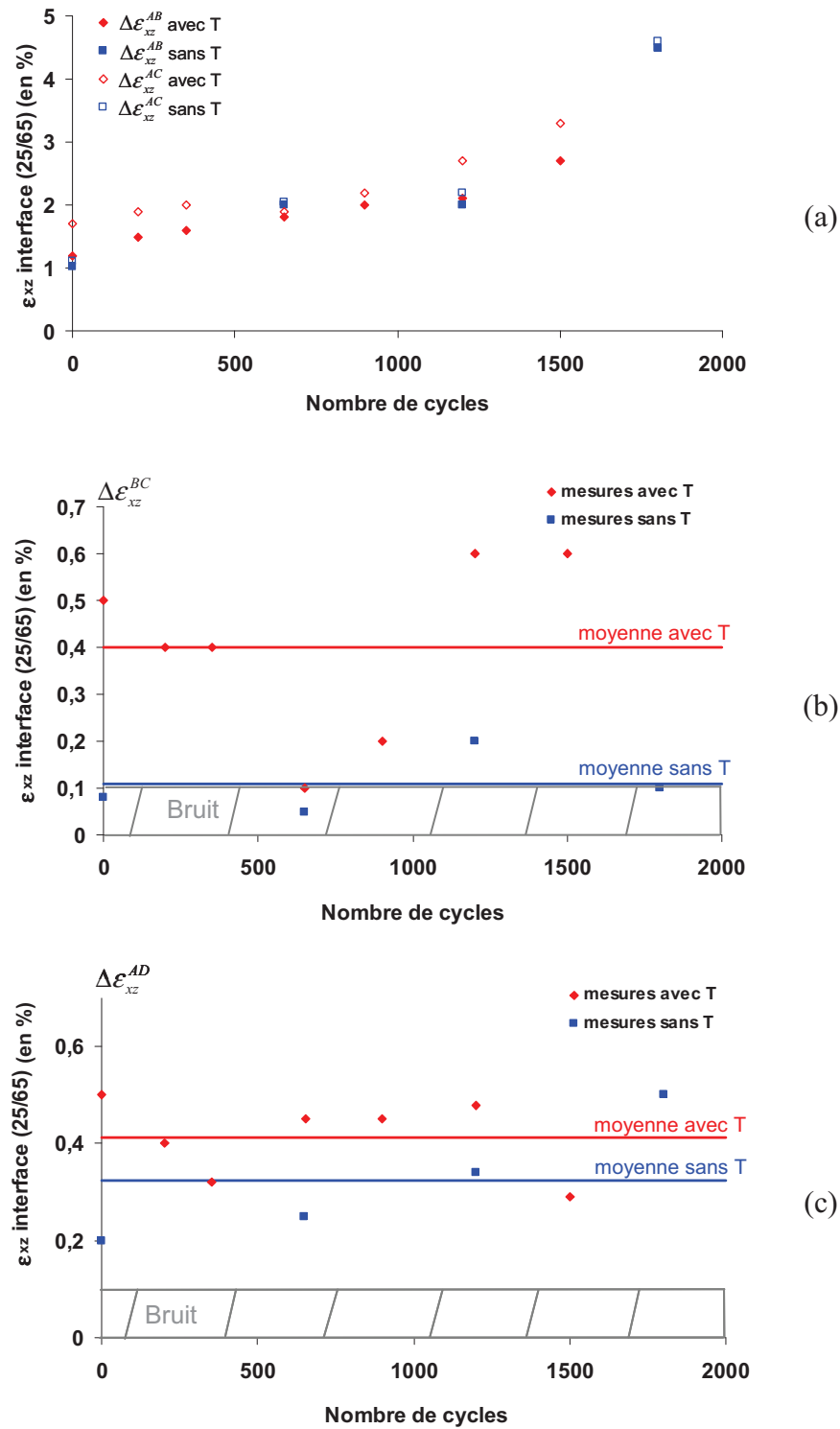


Figure 5.32 : Déformation ε_{xz} à l'interface $65^\circ/25^\circ$ mesurée par corrélation d'images sur la tranche d'une éprouvette avec un drapage "représentatif" au cours de cycles avec ou sans cyclage thermique (avec ou sans T) : (a) évolution pendant le cycle (mesures par rapport au début du cycle), (b) évolution au cours du palier de maintien à la charge maximale et (c) déformation résiduelle à la fin des différents cycles.

Bilan sur l'évolution des déformations

Ces mesures de l'évolution des déformations montrent donc tout d'abord que les déformations ε_{xz} continuent d'évoluer entre le début et la fin du palier de maintien à la charge maximale. De plus, les cycles sans cyclage thermique montrent que cette évolution au cours du palier est moins importante que pour les cycles avec température. Ces résultats mettent donc en évidence un effet de la température sur les déformations de cisaillement ε_{xz} au niveau de l'interface des plis à $+25^\circ$ et -25° et de l'interface entre les plis à $\pm 65^\circ$ et $\pm 25^\circ$. Ceci pourrait expliquer la localisation des endommagements observés sur ce drapage en fatigue thermomécanique. En effet, les endommagements étaient principalement localisés à la fois sous la zone polymère liner, ce qui correspond à la zone la plus chauffée par le flux d'air, mais aussi dans les plis à $\pm 25^\circ$ ou ceux à $\pm 65^\circ$ voisins des plis à $\pm 25^\circ$. De plus, les endommagements observés sont surtout des délaminages entre les plis à $\pm 25^\circ$ et ceux à $\pm 65^\circ$ ou entre les plis à $+25^\circ$ et ceux à -25° , or la déformation la plus sensible à la chaleur est la déformation ε_{xz} aux interfaces entre ces plis ce qui peut expliquer ce type d'endommagement.

Cette étude montre également que la rigidité longitudinale du composite E_x n'évolue pas au cours du cyclage. En effet, la déformation ε_{xx} reste à peu près constante tout au long de l'essai. Par contre, les déformations ε_{zz} et ε_{xz} évoluent avec le nombre de cycles. En effet, les valeurs absolues de ces déformations augmentent au cours du cyclage et cette augmentation est globalement linéaire avec le nombre de cycles. Sur la figure 5.33 est présenté un schéma de l'évolution des déformations d'un matériau ayant un comportement visco-élasto-plastique et endommageable au cours d'un cyclage. La droite (1) représente l'évolution de la déformation maximale au cours du cyclage. La droite (2) correspond à l'évolution de la déformation résiduelle (plastique + endommagements). La différence entre ces deux droites (1-2) correspond donc au comportement viscoélastique du matériau. Pour l'étude réalisée, les déformations sont mesurées à partir du début du cycle considéré, donc sans tenir compte des déformations résiduelles cumulées dues aux cycles précédents. Ainsi, l'évolution $\Delta\varepsilon^{AB}$ des déformations ε_{zz} et ε_{xz} au cours du cyclage mettent en évidence le comportement viscoélastique du multicouche polymère/composite. De plus, l'évolution $\Delta\varepsilon_{xz}^{BC}$ des déformations au cours d'un cycle montre que ce comportement viscoélastique est accentué par l'augmentation de la température.

Pour mesurer les déformations résiduelles cumulées, il faut mesurer les déformations en fin de cycle par rapport au début du premier cycle de l'essai de fatigue thermomécanique. La corrélation entre les fins de cycles et le début du premier cycle n'a pas été possible à cause de changement de paramètres au cours de l'essai, notamment du grossissement de la caméra haute résolution. Cependant, les déformations résiduelles $\Delta\varepsilon^{AD}$ mesurées peuvent être des déformations plastiques et/ou d'endommagement qui vont se cumuler au cours du cyclage. Ces déformations résiduelles peuvent également être dues au fait que l'éprouvette n'a pas le temps de revenir à l'équilibre entre les différents cycles de fatigue thermomécanique.

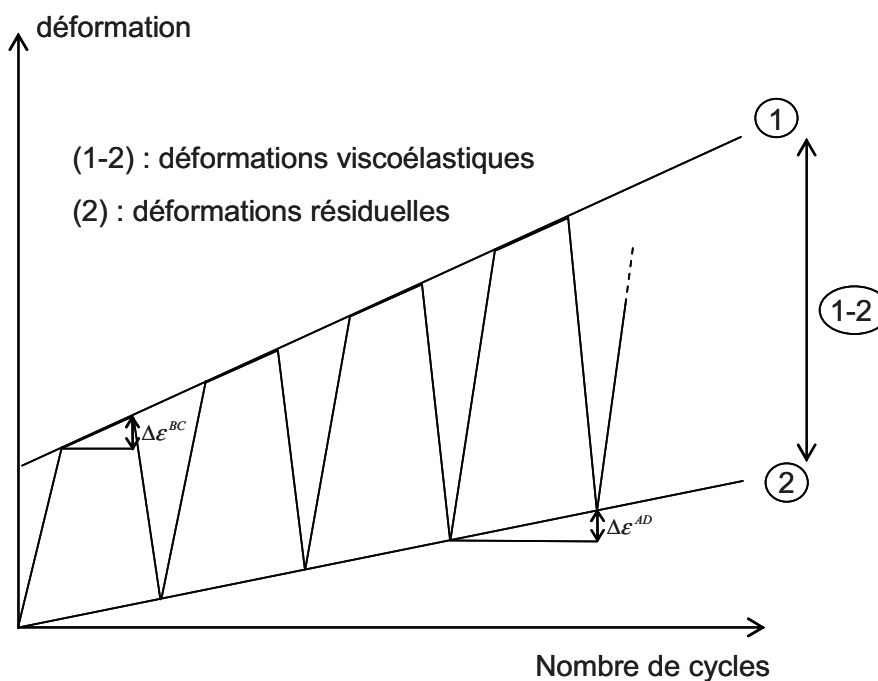


Figure 5.33 : Schéma d'évolution de la déformation d'un matériau visco-élasto-plastique endommageable au cours d'un cyclage avec maintien à la charge maximale.

Les résultats montrent donc une concentration de déformations de cisaillement aux niveaux des interfaces à $+25^{\circ}/-25^{\circ}$. Sur la figure 5.34 sont présentés schématiquement les courbes contraintes – déformations pour les cycles 1, 650 et 1200 avec ou sans cyclage thermique. Cette figure montre l'effet de la température sur l'évolution de la déformation de cisaillement. L'aire sous la courbe est, en première approche, proportionnelle à l'énergie de déformation de cisaillement emmagasinée par le matériau. L'énergie emmagasinée au cours d'un cycle est donc plus élevée avec la présence du cyclage thermique que sans. La figure 5.35 montre aussi qu'il n'y a pas d'évolution significative de la quantité d'énergie

emmagasinée en fonction du nombre de cycles. Par contre, les valeurs normées obtenues avec cyclage thermique sont, en moyenne, le double de celles obtenues sans cyclage thermique. Ces différences d'énergies cumulées au cours de l'essai de fatigue pourraient expliquer en partie les cinétiques d'endommagement plus rapides en fatigue thermomécanique comparativement à la fatigue avec maintien et donc les durées de vies plus courtes.

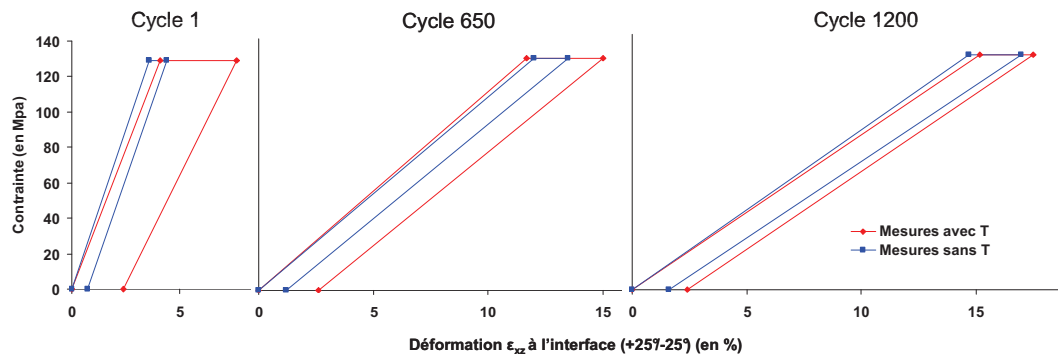


Figure 5.34 : Evolution schématique des courbes contrainte - déformation ϵ_{xz} avec ou sans cyclage thermique mesurées par corrélation d'images sur éprouvette "représentative" en fonction du nombre de cycles de fatigue avec maintien à la charge maximale.

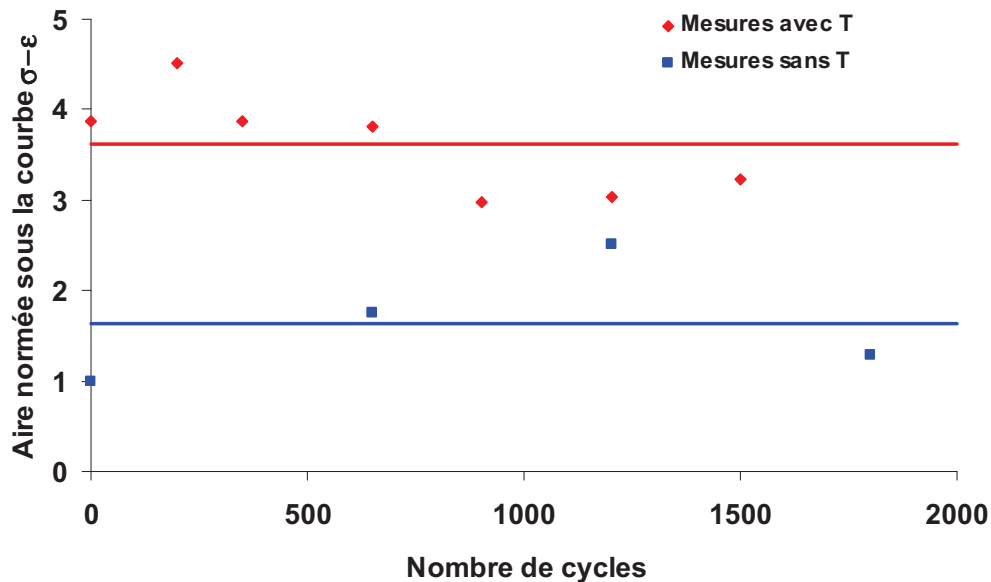


Figure 5.35 : Evolution de l'aire sous la courbe σ - ϵ , mesurée par corrélation d'images sur éprouvette "représentative" normée par rapport à la valeur du cycle 1 sans température, en fonction du nombre de cycles de fatigue avec maintien à la charge maximale avec ou sans cyclage thermique.

5.3 Conclusion

Un découplage des paramètres du cycle de fatigue thermomécanique a donc été effectué. Pour cela, des essais de fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale et mécanique à 1Hz ont été effectués afin de mettre respectivement en évidence l'influence de la température et l'effet du maintien à la charge maximale et/ou de la fréquence d'essai sur le comportement du multicouche. Un essai de fatigue mécanique à 1Hz a été suivi par caméra infrarouge afin de montrer que l'élévation de température due à la fréquence de sollicitation est négligeable par rapport à l'élévation de température due au cyclage thermique pendant les essais de fatigue thermomécanique.

Une étude à tout d'abord été réalisée sur les drapages "influence de l'alternance des plis". Ces essais ont montré que quelque soit le type de fatigue appliqué, le même type d'endommagement se développe dans chaque drapage. Cependant, la cinétique de développement de l'endommagement est différente. Pour un même nombre de cycles appliqués, les endommagements observés sont plus nombreux en fatigue thermomécanique qu'en fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale. De même, ils sont plus nombreux en fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale qu'en fatigue mécanique à 1 Hz. De plus, des mesures d'ouverture de délaminage ont montré que ceux-ci continuent de s'ouvrir sur le palier de maintien à la charge maximale en présence de température, alors que leur ouverture évolue peu pendant ce palier sans cyclage thermique. Ces observations de l'endommagement expliquent les différences de durées de vie obtenues au cours des différents essais de fatigue.

Ces résultats montrent donc un effet néfaste de la température et du maintien à la charge maximale. De plus, quelque soit le type de fatigue appliqué, les résultats montrent que l'alternance des couches A et B est bénéfique pour la tenue en fatigue du multicouche polymère/composite.

Enfin, une étude a été réalisée sur le comportement du drapage "représentatif" du réservoir. Comme pour les essais sur les drapages "influence de l'alternance des plis", les durées de vie sont beaucoup plus élevées en fatigue mécanique à 1 Hz qu'en fatigue thermomécanique. L'observation des endommagements pour ce drapage a montré que ces deux types de fatigue conduisent à des endommagements différents. De plus, les endommagements en fatigue thermomécanique sont localisés sous la zone de liner polymère

mais aussi dans les plis à $\pm 25^\circ$ et ceux à $\pm 65^\circ$ voisins des plis à $\pm 25^\circ$. Ces résultats mettent donc également en évidence un effet néfaste de la température et/ou du maintien à la charge maximale.

Afin d'expliquer ces différences, des mesures de champs de déformations ont été effectuées sur la tranche d'une éprouvette sollicitée en fatigue thermomécanique. Les essais couplés caméra infrarouge et corrélation d'images ont permis d'obtenir quasiment simultanément les champs thermiques et cinématiques sur la tranche d'une éprouvette "représentative" au cours d'un essai de fatigue thermomécanique. Il a ainsi été mis en évidence l'évolution des déformations dans les plis du composite. Néanmoins, la faible résolution spatiale de la caméra thermique ainsi que la présence d'un gradient de température dans l'épaisseur du multicouche polymère/composite au cours du cyclage thermomécanique n'a pas permis de mettre en évidence d'éventuels phénomènes thermiques à l'échelle des plis. La comparaison des déformations mesurées au cours de la première montée en charge avec les valeurs du calcul éléments finis montre une bonne adéquation. Des zones de déformations de cisaillement maximums ont ainsi été déterminées. Elles se situent surtout à l'interface des plis à $+25^\circ/-25^\circ$ et, dans une moindre mesure, à l'interface entre les plis à $\pm 65^\circ/\pm 25^\circ$. De plus, l'étude en cyclage thermomécanique a mis en avant le comportement viscoélastique de la partie composite du multicouche. Ce comportement est accentué par une augmentation de température. Ces résultats peuvent expliquer la localisation des endommagements observés en fatigue thermomécanique sur ce drapage. Les déformations résiduelles mesurées en fin de cycle peuvent correspondre à de la déformation plastique, aux endommagements et/ou être dues au fait que l'éprouvette n'a pas le temps de revenir à l'équilibre entre les cycles.

Pour aller plus loin dans la compréhension des phénomènes mis en jeu, il pourrait être intéressant de mesurer l'évolution des déformations résiduelles au cours du cyclage lors d'essais de fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale. Par ailleurs, des essais de fatigue mécanique à 1 Hz à différentes températures pourraient permettre de caractériser le comportement viscoélastique du composite et de déterminer l'influence de la température sur l'endommagement du stratifié à cette fréquence d'essai.

CONCLUSION

Le but de ce travail de recherche était d'étudier le comportement et le développement de l'endommagement de multicouches polymère (polyuréthane) / composite (fibres longues de carbone T700 / matrice époxy) sous sollicitation de fatigue thermomécanique. Ce multicouche est envisagé pour la réalisation de réservoirs à hydrogène haute pression (700 bars) et la phase de remplissage rapide de ce type de réservoir conduit à une augmentation simultanée de la contrainte mécanique et de la température du gaz, d'où la question de la tenue à la fatigue thermomécanique.

Pour simuler le remplissage rapide du réservoir, un banc de fatigue thermomécanique instrumenté a été développé au sein du laboratoire. Une validation thermique expérimentale du banc de fatigue a été effectuée en considérant différentes épaisseurs de liner polymère et de composite. Cette étude a permis de déterminer une zone d'homogénéité du champ de température qui a ainsi permis de définir la géométrie d'éprouvettes simples à tester en fatigue thermomécanique. Le polyuréthane s'est aussi montré être une bonne barrière thermique, la température à 1 mm de la surface chauffée jusqu'à 150°C étant de l'ordre de 65°C. Enfin, les résultats ont montré une stabilisation des niveaux de température atteints dans le multicouche après cinq cycles thermique.

Des essais de traction suivis par émission acoustique sur les matériaux constitutifs seuls du multicouche ont permis de mettre en évidence des plages d'amplitude acoustique liées à la fissuration matricielle [35dB – 58dB] et aux ruptures de fibres [70dB – 90dB]. Des essais de DSC sur la partie composite ont montré que sa température de transition vitreuse est proche des niveaux de température atteint au cours du cyclage thermique. Néanmoins, les températures de transition vitreuse des différents matériaux n'évoluent pas avec le cyclage thermique. Un essai de DMA sur une éprouvette UD90° a permis de montrer une diminution du module de conservation limitée à 7% sur la gamme de température atteinte en cyclage thermique.

Une première étude a été effectuée sur des drapages non optimisés, nommés "influence de l'alternance des plis", utilisés pour la réalisation des réservoirs. Des essais de traction sur ces drapages, qui ne diffèrent que par l'alternance des couches A et B, ont montré que la présence de couches épaisses B conduit à une apparition plus précoce de l'endommagement et à une contrainte à rupture plus faible.

Ces drapages ont également été testés en fatigue thermomécanique, en fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale (pour montrer l'influence de la température)

et en fatigue mécanique à 1Hz (pour montrer l'effet du maintien à la charge maximale et/ou de la vitesse de chargement). Ces essais ont tout d'abord permis de mettre en évidence le phénomène de fatigue sur le multicouche polymère/composite. De plus, quelque soit le type de fatigue appliqué, la présence de couches B épaisses conduit à une apparition plus précoce de l'endommagement et à des durées de vies plus faibles.

Pour les trois drapages testés, les résultats montrent aussi un effet néfaste de la température et du maintien à la charge maximale sur le développement de l'endommagement : la fatigue thermomécanique conduit, pour un même nombre de cycles, à des endommagements plus nombreux et plus ouverts qu'en fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale, et la fatigue mécanique avec maintien conduit également à des endommagements plus nombreux et plus ouverts qu'en fatigue mécanique à 1Hz. L'effet de la température sur le développement de l'endommagement a également été mis en avant en montrant qu'un délaminage observé sur le drapage groupé continue de s'ouvrir sur le palier de maintien à la charge maximale uniquement en présence du cyclage thermique.

Les essais de fatigue ont été effectués sur des éprouvettes simples en sollicitation uniaxiale et non sur des structures réservoir entières où l'état de contrainte est biaxial. Une éprouvette "représentative" du réservoir avec un chargement uniaxial imposé a donc été déterminé par calcul analytique et par calcul éléments finis. Le principe est d'atteindre les mêmes niveaux de contraintes maximales dans l'éprouvette sollicitée de manière uniaxiale que ceux atteints dans le réservoir. Néanmoins, les contraintes de cisaillement ressenties par l'éprouvette "représentative" déterminée sont plus élevées que dans le réservoir. Le calcul élément finis a également permis de mettre en évidence un effet de bord sur les éprouvettes testées et un phénomène de flexion dû au collage du liner polymère sur le composite.

Des essais de traction sur ce drapage ont montré que le développement de l'endommagement consiste en l'apparition de fissures dans les plis à $\pm 65^\circ$ puis de délaminages sur les bords de l'éprouvette accompagnés de petites fissures dans les plis à $\pm 25^\circ$ qui permettent de localiser ces délaminages entre les plis à $\pm 65^\circ$ et $\pm 25^\circ$ ou entre les plis à $+25^\circ$ et -25° . Le traitement statistique des données acoustiques a permis de mettre en avant trois classes d'événements correspondant à la fissuration matricielle, au délaminage et aux ruptures de fibres.

Des essais de fatigue à 1Hz sur ce drapage ont permis de mettre en évidence le même développement de l'endommagement : apparition de fissures dans les plis à $\pm 65^\circ$ puis de

délaminages sur les bords de l'éprouvette. Les essais de fatigue thermomécanique ont, quant à eux, montré un développement de l'endommagement différent. Ce sont surtout des délaminages entre les plis à $\pm 65^\circ$ et $\pm 25^\circ$ ou entre les plis à $+25^\circ$ et -25° qui apparaissent et très peu de fissures dans les plis à $\pm 65^\circ$ ont été observées. Ces dernières sont localisées dans les plis à $\pm 65^\circ$ voisins de ceux à $\pm 25^\circ$. De plus, les endommagements observés sont localisés dans la zone sous le liner polymère, là où le cyclage thermique est le plus important. Ces essais montrent donc, une fois encore, un effet de la température sur le développement de l'endommagement. Comme pour les essais sur les drapages "influence de l'alternance des plis", les durées de vies en fatigue mécanique à 1Hz sont beaucoup plus élevées qu'en fatigue thermomécanique.

Des mesures des champs de déformations par corrélation d'images au cours d'un essai de fatigue thermomécanique sur le drapage "représentatif" ont montré une concentration de déformations de cisaillement au niveau des interfaces entre les plis à $\pm 25^\circ$ et entre ceux à $\pm 65^\circ$ et à $\pm 25^\circ$, soit là où les endommagements ont été observés en fatigue thermomécanique. Les résultats ont également permis de mettre en évidence le comportement viscoélastique de la partie composite du multicouche. De plus, il a été montré que ce comportement est accentué par la présence du cyclage thermique.

Cette étude a donc permis de mettre en avant un effet néfaste de la température et du maintien à la charge maximale. Les essais sur le drapage "représentatif" montrent que la température a surtout un effet sur le comportement en cisaillement en accentuant le comportement viscoélastique de la partie composite du multicouche. Or, pour ce drapage, ce sont les contraintes de cisaillement qui atteignent des niveaux plus élevées que dans le réservoir. De plus, il y a des bords libres sur les éprouvettes testées ce qui n'est pas le cas dans les réservoirs bobinés. Ceci peut donc expliquer les faibles durées de vie obtenues au cours des essais de fatigue thermomécanique. Cette étude montre donc que, lors de la conception de réservoir, il faudra porter une attention particulière aux contraintes de cisaillement et veiller à l'alternance des plis. De plus, l'étape de la modélisation numérique du réservoir nécessitera l'utilisation de lois de comportement thermomécanique complexes, alliant viscoélasticité, endommagement et plasticité.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [AFN] AFNOR, norme NF 09-350, Essais non destructifs. Vocabulaire utilisé en émission acoustique, (1984).
- [ALM08] O. De Almeida, F. Lagattu-Touchard, J. Brillaud, Analysis by a 3D DIC technique of volumetric deformation gradients: Application to polypropylene/EPR/talc composites, *Composites: Part A* Vol. 39 (2008) 1210–1217.
- [BAK09] H. Bakaiyan, H. Hosseini, E. Ameri, Analysis of multi-layered filament-wound composite pipes under combined internal pressure and thermomechanical loading with thermal variations, *Composite Structures* Vol. 88 Issue 4 (2009) 532-541.
- [BAN07] G.A. Banyay, M.M. Shaltout, H. Tiwari, et al, Polymer and composite foam for hydrogen storage application, *Journal of materials processing technology* Vol.191 Issue 1-3 Special Issue Sp. Iss. SI (2007) 102-105.
- [BAR04] K. Barral, S. Pregassame, P. Renault, Thermal effects of fast filling hydrogen compression in refueling stations, *Proceedings of 15th World Hydrogen Energy Conference, Yokohama (Japan)* (2004).
- [BAR94] S. Barre, M.L. Benzeggagh, On the use of acoustic emission to investigate damage mechanisms in glass-fibre-reinforced polypropylene, *Composite Science and Technology* Vol. 52 (1994) 369-376.
- [BLA05] S. Blassiau, Modélisation des phénomènes microstructuraux au sein d'un composite unidirectionnel carbone/époxy et prédiction de durée de vie : contrôle et qualification de réservoirs bobinés, Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (2005).
- [BLA08] S. Blassiau, A. Thionnet, A.R. Bunsell, 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 (2008) 312-323.
- [BOH00] J. Bohse, Acoustic emission characteristics of micro-failure processes in polymer blends and composites, *Composites Science and Technology* Vol. 60 (2000) 1213-1226.
- [BON10] C. Bonnafous, F. Touchard, L. Chocinski-Arnault, Multi scale analysis by acoustic emission of damage mechanisms in natural fibre woven fabrics/epoxy composites, *Proceedings of 14th International Conference on Experimental Mechanics, Poitiers (France)* (2010).

- [BOU07] M. Bourchak, The use of acoustic emission for damage assessment of composite materials and life prediction under spectrum fatigue loading, Thèse de doctorat de l'Université de Bristol (2007).
- [BOU07a] M. Bourchak, I.R. Farrow, I.P. Bond, et al, Acoustic emission energy as a fatigue damage parameter for CFRP composites, *International Journal of Fatigue* Vol. 29 Issue 3 (2007) 457-470.
- [BRI02] J. Brillaud, F. Lagattu-Touchard, Limits and possibilities of laser speckle and white light image correlation methods: theory and experiments, *Applied Optics* Vol.41 Issue 31 (2002) 6603-6613.
- [COM09] O. Comond, D. Perreux, F. Thiébaud, P. Delobelle, M. Weber, H. Barthelemy, A methodology to optimize the lifetime of hybride composite structures: application to high pressure hydrogen tanks, *Proceedings of 17th International Conference on Composite Materials*, Edinburgh (UK) (2009).
- [DAV10] D.C. Davis, J.W. Wilkerson, J. Zhu, D.O.O. Ayewah, Improvements in mechanical properties of a carbon fiber epoxy composite using nanotube science and technology, *Composite Structures* Vol.92 (2010) 2653-2662.
- [DIC07] C.J.B. Dicken, W. M'erida, Measured effects of filling time and initial mass on the temperature distribution within a hydrogen cylinder during refuelling, *Journal of Power Sources* Vol.165 (2007) 324–336.
- [ELB08] A. El Bartali, V. Aubin, S. Degallaix, Surface observation and measurement techniques to study the fatigue damage micromechanisms in a duplex stainless steel, *International Journal of Fatigue* Vol. 31 (2009) 2049–2055.
- [GIO98] M. Giordano, A. Calabro, C. Esposito, A. D'Amore, L. Nicolais, An acoustic-emission characterization of the failure modes in polymer-composite materials, *Composite Science and Technology* Vol. 58 (1998) 1923-1928.
- [GOD03] N. Godin, S. Huguet, R. Gaertner, L. Salmon, Clustering of acoustic emission signals collected during tensile tests on unidirectional glass/polyester composite using supervised and unsupervised classifiers, *NDT&E International* Vol. 37 (2004) 253-264.
- [GON98] X.L. Gong, A. Laksimi, M.L. Benzeggagh, Comportement en fatigue du composite verre-époxyde sous chargement simple et combiné de traction/torsion, *Comptes Rendus des onzièmes journées nationales sur les composites*, Arcachon (France) (1998).

- [GRE04] M. Grédiac, The use of full-field measurement methods in composite material characterization: interest and limitations, *Composites: Part A* Vol.35 (2004) 751–761.
- [GRO95] P.J. de Groot, P.A.M. Wijnen, R.B.F. Jansen, Real-time frequency determination of acoustic emission for different fracture mechanisms in carbon/epoxy composite, *Composite Science and Technology* Vol. 55 (1995) 405-412.
- [HAL08] S.R. Hallett, W.G. Jiang, B. Khan, M.R. Wisnom, Modelling the interaction between matrix cracks and delamination damage in scaled quasi-isotropic specimens, *Composites Science and Technology* 68 (2008) 80-89.
- [HAR98] R. Harry, F. Lecuyer, G. Marion, Détection expérimentale de l'amorçage du délaminage de stratifiés à l'aide de l'émission acoustique, *Comptes Rendus des onzièmes journées nationales sur les composites*, Arcachon (France) (1998).
- [HEN92] C. Henaff-Gardin, M.C. Lafarie-Frenot, J. Brillaud, A. El Mahi, Influence of the Stacking Sequence on Fatigue Transverse Ply Cracking in Cross-Ply Laminates, *Damage Detection in Composite Materials*, American society for testing and materials, Philadelphia, 1992, pp. 236-255.
- [HU08] J. Hu, J. Chen, S. Sundararaman, K. Chandrashekhara, William Chernicoff, Analysis of composite hydrogen storage cylinders subjected to localized flame impingements, *International Journal of Hydrogen Energy* Vol.33 (2008) 2738–2746.
- [HU10] H. Hu, C. H. Lee, C. B. Wu, W. J. Lu, Detection of matrix cracks in composite laminates by using the modal strain energy method, *Mechanics of Composite Materials* Vol. 46 No. 2 (2010).
- [HUG02] S. Huguet, 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 de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon (2002).
- [IFJ06] P. Ifju, D. Myers, W. Schulz, Residual stress and thermal expansion of graphite epoxy laminates subjected to cryogenic temperatures, *Composites Science and Technology* Vol. 66 Issue 14 (2006) 2449-2455.

- [KAL04] G. Kalogiannakis, D. Van Hemelrijck, G. Van Assche, Measurements of thermal properties of carbon/epoxy and glass/epoxy using modulated temperature differential scanning calorimetry, *Journal of composite materials* Vol.38, Issue 2 (2004) 163-175.
- [KOB02] S. Kobayashi, N. Takeda, Experimental and analytical characterization of transverse cracking behavior in carbon/bismaleimide cross-ply laminates under mechanical fatigue loading, *Composites: Part B* Vol.33 (2002) 471-478.
- [KRO02] F.X. Kromm, J.M. Quenisset, R. Harry R, et al, An example of multimaterials design, *Advanced Engineering Materials* Vol. 4 Issue 6 (2002) 371-374.
- [KUM06] H. Kumazawa, T. Aoki, I. Susuki, Influence of stacking sequence on leakage characteristics through CFRP composite laminates, *Composites Science and Technology* Vol. 66 Issue 13 (2006) 2107-2115.
- [LAF04] M.C. Lafarie-Frenot, S. Rouquie, Influence of oxidative environments on damage in c/epoxy laminates subjected to thermal cycling, *Composites Science and Technology*, Vol.64 (2004) 1725–1735.
- [LAG04] F. Lagattu-Touchard, J. Brillaud, M.C. Lafarie-Frenot, High strain gradient measurements by using digital image correlation technique, *Materials Characterization* Vol. 53 (2004) 17– 28.
- [LAG05] F. Lagattu-Touchard, M.C. Lafarie-Frenot, T.Q. Lam, J. Brillaud, Experimental characterisation of overstress accommodation in notched CFRP composite laminates, *Composite Structures* Vol. 67 (2005) 347–357.
- [LEC09] P. Lecomte-Grosbras, Utilisation de la technique de Corrélation d’Images pour l’étude des effets de bord dans les composites stratifiés, Thèse de doctorat de l’Ecole Centrale de Lille (2009).
- [LEC09a] P. Lecomte-Grosbras, B. Paluch, M. Brieu, G. De Saxcé, L. Sabatier, Interlaminar shear strain measurement on angle-ply laminate free edge using digital image correlation, *Composites: Part A* Vol. 40 (2009) 1911–1920.
- [LEV00] S. Levesque, M. Ciureanu, R. Roberge, et al, Hydrogen storage for fuel cell systems with stationary applications - I. Transient measurement technique for packed bed evaluation, *International Journal of Hydrogen Energy* Vol. 25 Issue 11 (2000) 1095-1105.

- [LEV09] D. Lévêque, C. Huchette, P. Paulmier, F. Laurin, J.F. Maire, Displacement field measurements and capitalizing on experience: Application to the analysis of the rupture of holed composite plates, *Composites Science and Technology* Vol. 69 (2009) 67–72.
- [LIK02] A. Likas, N. Vlassis, J.J. Verbeek, The global k-means clustering algorithm, *Pattern Recognition* Vol. 36 (2003) 451-461.
- [LIS04] W.E. Liss, M.E. Richards, K. Kountz, K. Kriha, Development and Validation Testing of Hydrogen Fast-Fill Fueling Algorithms, http://media.godashboard.com/gti/1ResearchCap/1_2EnergySyst/H2AccuFill.pdf (2004).
- [LIU10] Yan-Lei Liu, Yong-Zhi Zhao, Lei Zhao, et al, Experimental studies on temperature rise within a hydrogen cylinder during refueling, *international journal of hydrogen energy* Vol.35 (2010) 2627–2632.
- [MAD00] E. Mäder, E. Moos, J. Karger-Kocsis, Role of film formers in glass fibre reinforced polypropylene - new insights and relation to mechanical properties, *Composite: Part A* Vol. 32 (2001) 631-639.
- [MEL08] M. Melnichuk, G. Andreasen, H.L. Corso, A. Visintin, H.A. Peretti, Study and characterisation of a metal hydride container, *International Journal of Hydrogen Energy* Vol. 33 Issue 13 (2008) 3571-3575.
- [MOM09] S. Momon, M. Moevus, N. Godin, M. R’Mili, P. Reynaud, G. Fantozzi, G. Fayolle, Identification de la signature acoustique des différents mécanismes sources lors d’essais de fatigue sur CMC : Application de classificateur supervisé et non supervisé, *Comptes Rendus des seizième journées nationales sur les composites*, Toulouse (France) (2009).
- [MOU09] M.-P. Moutrille, K. Derrien, D. Baptiste, X. Balandraud, M. Grédiac, Through-thickness strain field measurement in a composite/aluminium adhesive joint, *Composites: Part A* Vol.40 (2009) 985–996.
- [OGI99] S. Ogihara, N. Takeda, S. Kobayashi, et al, Effects of stacking sequence on microscopic fatigue damage development in quasi-isotropic CFRP laminates with interlaminar-toughened layers, *Composites Science and Technology* Vol. 59 Issue 9 (1999) 1387-1398.

- [PER09] J.N. Périé, H. Leclerc, S. Roux, F. Hild, Digital image correlation and biaxial test on composite material for anisotropic damage law identification, *International Journal of Solids and Structures* Vol. 46 (2009) 2388–2396.
- [PRE04] S. Pregassame, K. Barral, L. Allidieres, et al, Operation feedback of hydrogen filling station, *Proceedings of Hydrogen and Fuel Cells 2004 Conference and Trade Show*, Toronto (September 2004).
- [PRE06] S. Pregassame, F. Barth, L. Allidieres, et al, Hydrogen refuelling station: filling control protocols development, *Proceedings of 16ème Conférence Mondiale de l'Hydrogène Energie*, Lyon (France) (June 2006).
- [ROU05] S. Rouquie, M.C. Lafarie-Frenot, J. Cinquin, A.M. Colombaro, Thermal cycling of carbon/epoxy laminates in neutral and oxidative environments, *Composites Science and Technology* Vol.65 (2005) 403-409
- [TAK03] N. Takeichi, H. Senoh, T. Yokota, et al, "Hybrid hydrogen storage vessel", a novel high-pressure hydrogen storage vessel combined with hydrogen storage material. *International Journal of Hydrogen Energy* Vol. 28 Issue 10 (2003) 1121-1129.
- [TAK95] N. Takeda, S. Ogihara, A. Kobayashi, Microscopic fatigue damage progress in CFRP cross-ply laminates, *Composites*, Vol.26 (1995) 859-867.
- [VIL09] S. Villalonga, F. Nony, C. Magnier, J.L. Yvernes, C. Thomas, B. Delmas, P. Mazabraud, Composite 700 bar-vessel for on-board compressed gaseous hydrogen storage, *Proceedings of 17th International Conference on Composite Materials*, Edinburgh (UK) (2009).
- [VIL98] N. Villeneuve, J.P. Boujeant, R. de Oliveira, Influence de l'architecture fibreuse lors de l'endommagement de stratifiés verre/résine au cours de chargements transverses, *Comptes Rendus des onzièmes journées nationales sur les composites*, Arcachon (France) (1998).
- [WER03] E. Werlen, P. Pisot, K. Barral, et al, Thermal effects related to H₂ fast filling in high pressure vessels depending on vessels types and filling procedures : modeling, trials and studies, *Proceedings of European Energy Conference*, (2003).
- [WIL80] L. Williams, D. Spond, A storage tank for vehicular storage of liquid hydrogen, *Applied Energy* Vol. 6 (1980) 99-112.

- [ZEL01] D. Zellouf, J. Goyette, D. Massicotte, et al, Ultrasonic inspection of composite hydrogen reservoirs using frequency diversity techniques, *Ultrasonics* Vol. 39 Issue 3 (2001) 203-209.
- [ZHE09] J. Zhenga, J. Yea, J. Yanga, et al, An optimized control method for a high utilization ratio and fast filling speed in hydrogen refueling stations, *international journal of hydrogen energy* Vol. 35 (2010) 3011–3017.

ANNEXE A : RECAPITULATIF DES ESSAIS EFFECTUES

1 Nombre d'éprouvettes testées.

Dans le tableau A.1 sont récapitulés les nombres d'essais effectués sur les différentes éprouvettes.

	Traction quasistatique	Fatigue thermomécanique	Fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale	Fatigue mécanique à 1 Hz
Drapage groupé	2	2	2	2
Drapage intermédiaire	1	3	1	2
Drapage alterné	2	1	/	5
Drapage "représentatif"	4	4	/	2
PU	3	/	/	/
Résine époxy	4	/	/	/
Rubans de fibres de carbone	13	/	/	/
UD 0°	5	/	/	/
UD 90°	3	/	/	/
UD 45°	3	/	/	/

Tableau A.1 : Nombre d'essais effectués sur les différentes éprouvettes.

2 Résultats des essais de traction quasistatique sur drapages UD.

Plusieurs mesures des caractéristiques élastiques ont été effectuées sur chaque éprouvette UD en effectuant des montées en charge jusqu'à de faibles contraintes globales. Les caractéristiques à rupture ont été mesurées sur plusieurs éprouvettes.

2.1 UD 0°

Sur la figure A.1 sont représentées les courbes déformations longitudinales ϵ_{11} en fonction de la contrainte σ_{11} enregistrées au cours d'essais de traction quasistatique sur des éprouvettes UD 0°. Dans le tableau A.2 sont récapitulés les nombres de mesures effectuées au cours des essais de traction quasistatique sur les éprouvettes UD 0°.

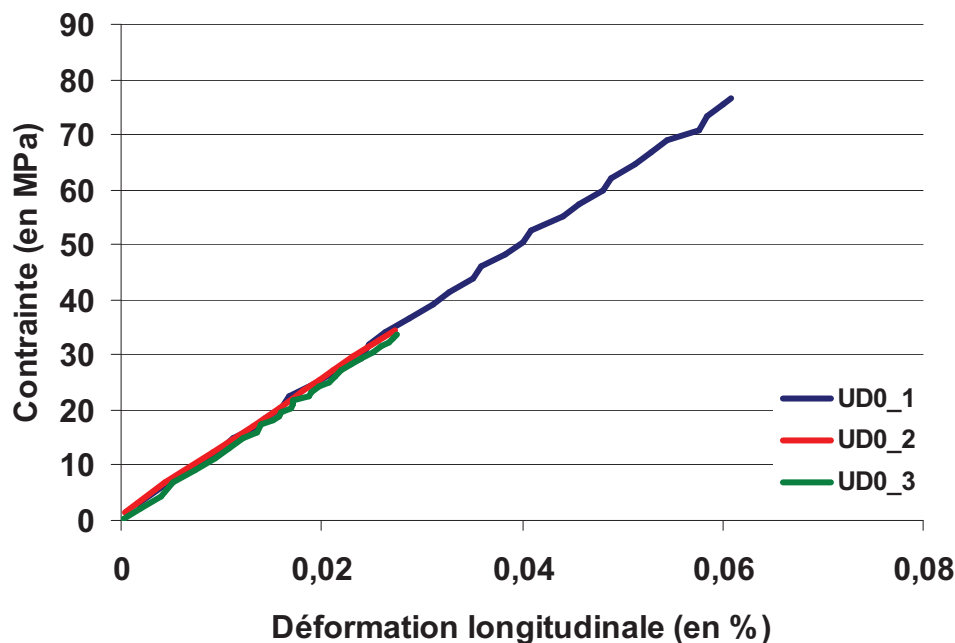


Figure A.1 : Courbes contrainte σ_{11} - déformations longitudinales ε_{11} enregistrées au cours d'essais de traction quasistatique sur des éprouvettes UD 0°.

N° d'éprouvette	Moyen de suivi extensométrique	Nombre de mesure de E_{11}	Nombre de mesure de ν_{12}	Mesure de σ_{11r} et ε_{11r}
UD0_1	Extensomètre	2	0	Oui
UD0_2	Jauges	5	5	Oui
UD0_3	jauges	5	5	Non
UD0_4	aucun	0	0	Oui
UD0_5	aucun	0	0	Oui
Total		12	10	4

Tableau A.2 : Nombre de mesures effectuées sur les différentes éprouvettes.

2.2 UD 90°

Sur la figure A.2 sont représentées les courbes déformations longitudinales ε_{22} en fonction de la contrainte σ_{22} enregistrées au cours d'essais de traction quasistatique sur des éprouvettes UD 90°. Dans le tableau A.3 sont récapitulés les nombres de mesures effectuées au cours des essais de traction quasistatique sur les éprouvettes UD 90°.

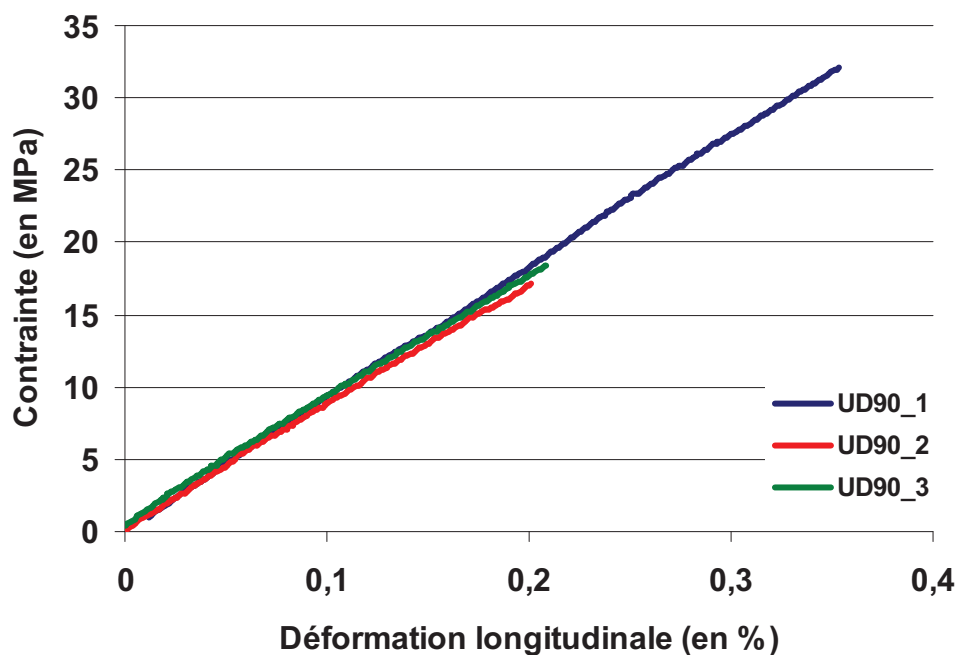


Figure A.2 : Courbes contrainte σ_{22} - déformations longitudinales ε_{22} enregistrées au cours d'essais de traction quasistatique sur des éprouvettes UD 90°.

N° d'éprouvette	Moyen de suivi extensométrique	Nombre de mesure de E_{22}	Nombre de mesure de ν_{21}	Mesure de σ_{22r} et ε_{22r}
UD90_1	Extensomètre	2	0	Oui
UD90_2	Jauges	5	5	Oui
UD90_3	jauges	6	6	Oui
Total		13	11	3

Tableau A.3 : Nombre de mesures effectuées sur les différentes éprouvettes.

2.3 UD 45°

Sur la figure A.3 sont représentées les courbes déformations longitudinales ε_{xx} en fonction de la contrainte σ_{xx} enregistrées au cours d'essais de traction quasistatique sur des éprouvettes UD 45°. Dans le tableau A.4 sont récapitulés les nombres de mesures effectuées au cours des essais de traction quasistatique sur les éprouvettes UD 45°.

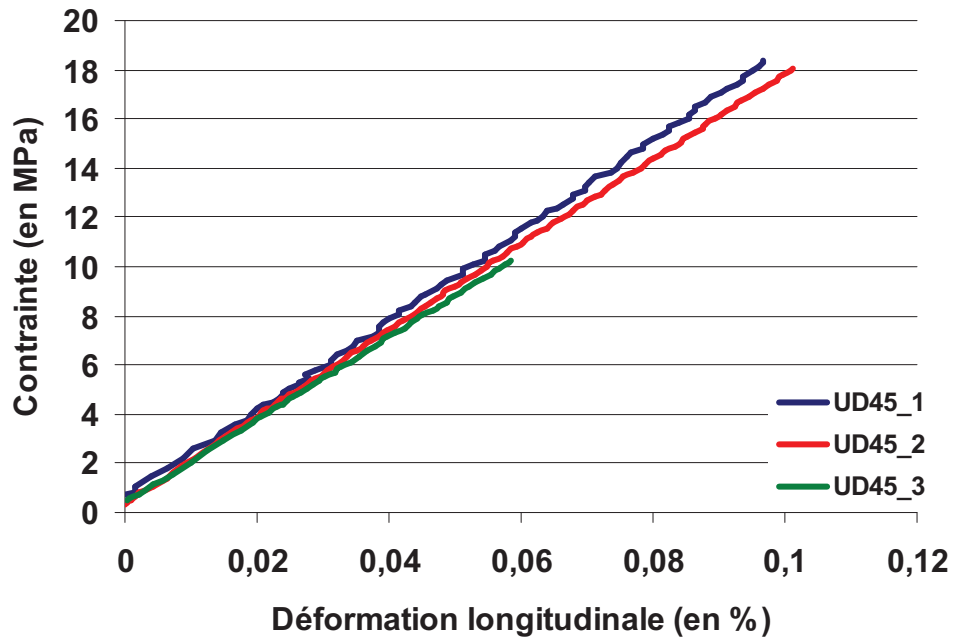


Figure A.3 : Courbes contrainte σ_{xx} - déformations longitudinales ε_{xx} enregistrées au cours d'essais de traction quasistatique sur des éprouvettes UD 45°.

N° d'éprouvette	Moyen de suivi extensométrique	Nombre de mesure de G_{12}	Mesure de σ_{12r} et ε_{12r}
UD45_1	Extensomètre	2	Oui
UD45_2	Jauges	8	Oui
UD45_3	jauges	4	Oui
Total		14	3

Tableau A.4 : Nombre de mesures effectuées sur les différentes éprouvettes.

Cette thèse porte sur l'étude du remplissage rapide de réservoirs d'hydrogène sous haute pression (700 bars). Durant cette phase, se produisent simultanément une augmentation de la température du gaz et des contraintes internes dues à la pression. Un banc de fatigue thermomécanique instrumenté a été développé afin de simuler ce remplissage rapide sur des éprouvettes simples composées d'un liner en polyuréthane et d'une coque composite carbone/époxy, matériaux constitutifs des réservoirs étudiés. La validation thermique de ce banc a permis de montrer que le polyuréthane est une bonne barrière thermique.

Une première étude sur un drapage composite non optimisé a permis de montrer l'influence néfaste de la température et d'un palier de maintien à la charge maximale sur le comportement du multicouche polymère/composite ainsi que l'effet bénéfique de l'alternance des plis du stratifié composite ; des couches épaisses conduisent à une apparition plus précoce de l'endommagement et à des durées de vie plus faibles.

Un drapage "représentatif" des conditions de service du réservoir a été optimisé par calcul analytique et par éléments finis afin d'atteindre les mêmes niveaux de contraintes maximales dans l'éprouvette sollicitée sur le banc de fatigue thermomécanique que ceux atteints dans le réservoir sous pression. Ces éprouvettes "représentatives" conduisent néanmoins à des contraintes de cisaillement plus élevées que dans le réservoir et présentent des effets de bord qui n'existent pas dans le réservoir bobiné. Comme pour les drapages non optimisés, la fatigue thermomécanique conduit à des durées de vie plus faibles qu'en fatigue purement mécanique à 1Hz. L'observation par microscopie optique et par radiographie X des échantillons sollicités montre, en fatigue thermomécanique, une localisation des endommagements dans la partie la plus chauffée du composite alors qu'en fatigue mécanique à 1Hz, les endommagements sont répartis sur toute la longueur des éprouvettes. De plus, la fatigue thermomécanique conduit préférentiellement à des délaminages par rapport aux résultats obtenus en fatigue mécanique à 1Hz. Des mesures de champs de déplacement par corrélation d'images ont permis de mettre en évidence des concentrations de cisaillement sur le drapage "représentatif" ainsi qu'un comportement viscoélastique, accentué en présence de cyclage thermique, qui seraient à l'origine des endommagements constatés.

Mots-clés : Composite carbone/époxy ; Développement de l'endommagement ; Emission acoustique ; Corrélation d'images ; Remplissage rapide de réservoirs à hydrogène ; Thermographie infrarouge ; Radiographie X.