

N° d'ordre : 4397

# THÈSE

présentée à

## L'UNIVERSITÉ BORDEAUX 1

ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES PHYSIQUES ET DE L'INGENIEUR

par

**Aurélie PILATO**

pour obtenir le grade de

**DOCTEUR**

Spécialité : **MECANIQUE**

---

CARACTERISATION DES STRUCTURES COMPOSITES BOBINEES  
EPAISSES, APPLICATION A L'ETUDE DU COMPORTEMENT DE  
RESERVOIRS DE STOCKAGE D'HYDROGENE

---

Soutenue le 9 décembre 2011

### JURY

**PRESIDENT :**

**M.S. HARIRI** *Professeur des Universités, Ecole des Mines de Douai*

**RAPPORTEURS :**

**M.P. OLIVIER** *Professeur des Universités, Université Toulouse III*

**M.D. PERREUX** *Professeur des Universités, Université de Franche-Comté*

**EXAMINATEUR :**

**M.E. MARTIN** *Professeur des Universités, Université Bordeaux 1*

**INVITES :**

**M.G. CASSAND** *Manager Programme H2E, Composites Aquitaine*

**M.L. LAGUNEGRAND** *Doc.-Ing. Bureau d'Etudes, Composites Aquitaine*

**ENCADRANTS :**

**M.N. PERRY** *Professeur des Universités, Arts et Métiers ParisTech - Bx*

**M.J.-C. WAHL** *Maître de Conférences, IUT Bordeaux 1*



# Remerciements

Ce travail de recherche a été réalisé au sein de l'ex-Laboratoire de Génie Mécanique et Matériaux de Bordeaux (LGM<sup>2</sup>B), composante du nouvel Institut de Mécanique et d'Ingénierie de Bordeaux (I2M).

Je remercie tout d'abord M. Michel DANIS, directeur de l'ex-LGM<sup>2</sup>B et M. Jean-Pierre NADEAU, responsable du département Ingénierie Mécanique et Conception (IMC), de m'avoir permis de réaliser mes travaux de recherche dans un environnement technique et scientifique aussi riche.

Ce travail a été encadré par M. Nicolas PERRY et M. Jean-Christophe WAHL. Je tiens à les remercier sincèrement pour leurs conseils et leur disponibilité. Je me souviendrais que ce travail de thèse a été l'occasion d'échanges nombreux et riches avec vous. Je vous remercie également pour votre ouverture d'esprit et la confiance que vous avez su m'accorder.

J'ai travaillé en partenariat industriel avec EADS Composites Aquitaine. Je remercie M. Jean-Louis ZULIAN et M. Christophe BLOIS pour m'avoir ouvert les portes de cette entreprise et permis d'assister activement à la réalisation des corps de réservoirs utilisés dans cette étude. Je suis reconnaissante à M. Gilles CASSAND, M. Christophe LANGLOIS et M. Laurent LAGUNEGRAND pour avoir suivi l'évolution de mes travaux de recherche et pour avoir partagé avec moi une partie de leur savoir-faire.

Je suis honorée que M. Philippe OLIVIER et M. Dominique PERREUX aient accepté d'examiner mon travail en qualité de rapporteurs. Leurs expertises et remarques ont donné un autre éclairage à mon travail, je leur en suis particulièrement reconnaissante.

Je remercie également M. Said HARIRI, président de mon jury de thèse, et M. Eric MARTIN d'avoir tous deux accepté de participer à l'évaluation de mon travail lors de ma soutenance.

---

Dans le cadre du projet H2E dans lequel s'inscrit ma thèse, j'ai eu l'occasion d'échanger avec divers autres acteurs appartenant notamment à Air Liquide, à l'IPREM-EPCP et à l'ENSMA. Je tenais à remercier l'ensemble de ces personnes qui m'ont permis de m'ouvrir aux autres problématiques liées aux matériaux utilisés dans les réservoirs de stockage d'hydrogène.

Je n'aurais pas pu mener à bien mon travail sans M. Christophe BOIS qui par son implication, sa créativité et son énergie a su me guider dans un certain nombre de mes choix. Je souhaite lui reconnaître par ces quelques mots tout le mérite qui lui est dû.

Je remercie M. Patrice LÆUILLET, M. Thierry LORRIOT et M. Bernard COUTAND pour leur aide et leurs conseils lors des nombreux essais de caractérisation mécanique qui ont été réalisés.

Nombreux sont les membres du laboratoire à qui j'ai eu l'occasion de demander conseil tout au long de ces trois années : merci sincèrement de m'avoir permis de m'ouvrir l'esprit dans cet univers pluridisciplinaire propre à l'IUT...

Pendant ces trois années, j'ai pu me faire une première expérience dans l'enseignement grâce à mon activité de monitorat au sein du département Sciences et Génie des Matériaux (SGM) de l'IUT Bordeaux I. Je tiens à remercier les deux directeurs de département qui se sont succédés, M. Philippe GOYER et M. Michel DUMON, de m'avoir accueilli et de m'avoir fait confiance. Cette expérience a été particulièrement riche, notamment par les échanges que j'ai pu avoir avec l'ensemble du corps enseignant : merci à eux également.

Ceux qui me connaissent bien savent que j'appréhendais cet exercice des remerciements : il tombe comme un point final à cette thèse. Elle m'a demandé beaucoup d'investissement personnel mais heureusement, c'est aussi devenu un moment de partage riche et inoubliable... J'essaierai donc dans ces dernières phrases de remercier ceux qui ont assuré mon "équilibre émotionnel" pendant ces 37 mois de thèse :

---

- Sandrine AUSSET, alias Ma saucisse (oui, même dans un document officiel comme celui-ci je prends le risque d'écrire ton surnom... ne m'en veux pas !), ton tour est pour bientôt... les dinosaures au chocolat d'Intermarché auront eu raison de notre ligne mais je ne referai pas une thèse sans toi !

- M. Pompidou (de son prénom Stéphane) et M. Fix (de son vrai nom François-Xavier Kromm) ont été là pour le meilleur et pour le pire, si complémentaires...

- Bien sûr Jean-Christophe et Christophe que j'ai remercié pour leur professionnalisme mais que je ne veux pas manquer de remercier maintenant pour avoir partagé avec moi des moments qui ne s'oublient pas. Je pense notamment à ma momification dans du papier bulle ficelé au scotch marron... merci !

Je ne manquerai pas non plus de remercier Fabienne RONGIER, Jean-Marc TALLON et Matthieu PEDROS (les IATOS d'excellence de SGM) ou encore, Raynald LAHEURTE (sans qui je ne saurais même pas ce qu'est un document maître !).

Je remercie et souhaite une bonne continuation aux autres thésards avec qui j'ai lié une vraie amitié : Marie-Lise (que je suis ravie d'avoir retrouvé en région parisienne !), Guillaume, Junior, Jean-Pierre (!), Chan, Erwan, Emna... et à Dimitri notre ingénieur-commercial du bureau !

Un grand merci à mes amis de longue date (copain Viallon, Rachel...) et à mes amis rencontrés à Bordeaux (Nico, Jenny, Mathieu, Vincent) pour tous ces bons moments de décompression intense que j'ai partagé avec eux !

Je ne pourrai terminer ces remerciements sans y associer toute ma famille, et particulièrement Honda. Nous lancer tous les deux en même temps dans un doctorat a été une pure folie. Et pourtant, nous en sommes bel et bien arrivé au bout : la thèse 0 / Pog et Boué 1 !

Enfin merci à l'ensemble des personnes qui ont contribué à ce que ces travaux de recherche aboutissent et que je n'ai pas pu citer.

---



# Table des matières :

<b>INTRODUCTION GENERALE .....</b>	<b>13</b>
<b>CHAPITRE I .....</b>	<b>17</b>
	<b><i>ETAT DE L'ART ET DEMARCHE</i></b>
I.1 Contexte de l'étude .....	21
I.1.1 Le programme H <sub>2</sub> E.....	21
I.1.2 Le stockage d'hydrogène .....	22
I.2 Effet du procédé de réalisation et de la cuisson sur la structure .....	25
I.2.1 Enroulement filamentaire d'une structure cylindrique.....	25
I.2.1.1 Description du procédé d'enroulement filamentaire et du vocabulaire associé	25
I.2.1.2 Spécificités des structures bobinées.....	26
I.2.1.2.1 Tension de mèche.....	26
I.2.1.2.2 Chevauchement des nappes.....	28
I.2.1.2.3 Polymérisation en étuve .....	30
I.2.2 Effets liés à l'épaisseur de la structure .....	33
I.2.2.1 Définitions d'une structure épaisse.....	33
I.2.2.2 Spécificités des composites épais à matrice thermdurcissable .....	35
I.2.2.2.1 Overshoot ou sur-cuisson .....	37
I.2.2.2.2 Gradient de températures dans l'épaisseur.....	38
I.2.2.2.3 Contraintes résiduelles de cuisson.....	39
I.2.3 Bilan sur l'influence de ces effets sur le comportement mécanique du réservoir... 42	
I.3 Modélisation et caractérisation de la structure réelle.....	43
I.3.1 Modélisation du comportement mécanique d'un réservoir bobiné épais.....	43
I.3.2 Caractérisations physico-chimiques .....	45
I.3.2.1 Taux volumique de fibres et de porosités .....	46
I.3.2.1.1 Microtomographie .....	46
I.3.2.1.2 Microscopie et analyse d'images .....	47

I.3.2.1.2.1	Hypothèses majeures de ce type d'analyse .....	47
I.3.2.1.2.2	Préparation de surfaces et acquisition des images .....	49
I.3.2.1.2.3	Méthodes de mesure du taux volumique de porosités.....	50
I.3.2.1.2.4	Méthodes de mesure de la fraction volumique de fibres.....	51
I.3.2.2	Variation des propriétés mécaniques de la matrice dans l'épaisseur.....	52
I.3.2.3	Conclusions sur les techniques de caractérisation physico-chimiques.....	53
I.3.3	Caractérisations mécaniques .....	54
I.3.3.1	Essais sur tubes bobinés.....	54
I.3.3.2	Essais sur composite épais.....	57
I.3.3.3	Essais spécifiques aux tubes bobinés et épais.....	59
I.3.3.3.1	Mesure de l'état de contraintes résiduelles.....	59
I.3.3.3.2	Comportement mécanique global.....	62
I.3.3.3.2.1	Principe de la corrélation d'images .....	64
I.3.3.3.2.2	Application de la corrélation d'images à la mesure de propriétés mécaniques 65	
I.3.3.3.2.3	Conclusion sur l'intérêt de la corrélation d'images dans le suivi d'essais mécaniques sur structure complexe .....	67
I.4	Démarche et limites .....	68

## **CHAPITRE II..... 71**

### ***CARACTERISATION SPECIFIQUE DE LA STRUCTURE BOBINEE***

II.1	Objet d'étude : le réservoir bobiné épais .....	75
II.2	Champ de températures dans l'épaisseur du tube .....	77
II.2.1	Protocole de mesure .....	77
II.2.2	Cartographie du champ de températures dans l'épaisseur .....	79
II.3	Module de la matrice dans l'épaisseur de la structure .....	83
II.3.1	Présentation de la technique de caractérisation : la nano-indentation.....	83
II.3.1.1	Généralités sur la technique.....	83
II.3.1.2	Appareil de mesure .....	84
II.3.2	Protocole et mise en place des essais .....	85
II.3.2.1	Préparation des échantillons .....	85
II.3.2.2	Application aux matériaux polymères .....	86
II.3.2.3	Adaptation à la caractérisation de la résine dans le composite.....	88



---

II.3.3	Cartographie, dans l'épaisseur de la structure, de la valeur de module d'élasticité de la matrice .....	91
II.4	Propriétés hors-plan du composite.....	92
II.4.1	Montages et protocoles expérimentaux.....	92
II.4.2	Résultats de caractérisation hors-plan .....	95
II.4.2.1	Propriétés élastiques hors-plan .....	95
II.4.2.2	Propriétés à rupture dans la direction hors-plan .....	96
II.5	Epaisseur des couches, fraction volumique de fibres et de porosités dans l'épaisseur ..	97
II.5.1	Etude volumique des porosités.....	97
II.5.1.1	Présentation de la technique de caractérisation : la microtomographie.....	97
II.5.1.2	Résultats expérimentaux issus de la microtomographie .....	99
II.5.1.2.1	Morphologie des porosités observées .....	99
II.5.1.2.2	Caractérisation globale sur les volumes scannés .....	102
II.5.1.2.3	Caractérisation à l'échelle des couches.....	103
II.5.2	Détermination du taux de fibres .....	105
II.5.2.1	Choix de la méthode d'analyse.....	105
II.5.2.1.1	Matériau d'étude .....	105
II.5.2.1.2	Dissolution chimique .....	107
II.5.2.1.2.1	Conditions expérimentales.....	107
II.5.2.1.2.2	Résultats .....	107
II.5.2.1.3	Solvolyse supercritique .....	108
II.5.2.1.3.1	Technique et conditions expérimentales .....	108
II.5.2.1.3.2	Résultats .....	109
II.5.2.1.4	Analyse d'images .....	112
II.5.2.1.4.1	Conditions expérimentales.....	112
II.5.2.1.4.2	Mise au point de l'outil d'analyse d'images par seuillage.....	114
II.5.2.1.4.3	Proposition d'une méthode d'analyse d'images par gaussiennes .	117
II.5.2.1.4.4	Résultats .....	119
II.5.2.1.5	Conclusion sur les méthodes d'analyse locales de la fraction volumique de fibres	120
II.5.2.2	Analyse d'images dans l'épaisseur du réservoir.....	120
II.5.2.2.1	Préparation des échantillons .....	120
II.5.2.2.2	Epaisseurs des couches .....	121
II.5.2.2.3	Fraction volumique de fibres .....	122

---

**CHAPITRE III ..... 125**

***MODELE DE COMPORTEMENT DE LA STRUCTURE BOBINEE  
EPAISSE ET HETEROGENE***

III.1	Résistance d'un réservoir épais sous pression interne .....	129
III.1.1	Modèle analytique « épais » .....	129
III.1.1.1	Définition des repères de travail .....	129
III.1.1.2	Hypothèses sur les champs de déplacements et de déformations .....	130
III.1.1.3	Définition des propriétés élastiques du matériau .....	131
III.1.1.4	Relation contraintes/déformations dans le repère du tube .....	134
III.1.1.5	Résolution de l'équilibre mécanique en déplacement .....	135
III.1.1.6	Conclusions sur le modèle analytique épais choisi .....	137
III.1.2	Endommagement et rupture du réservoir sous pression interne .....	138
III.1.2.1	Mécanismes physiques d'endommagement .....	138
III.1.2.2	Etude du comportement jusqu'à rupture du réservoir .....	140
III.1.3	Application au réservoir de référence .....	144
III.1.3.1	Propriétés de la structure et du matériau .....	144
III.1.3.2	Détermination de la pression d'éclatement .....	144
III.1.3.3	Comparaison des modèles fin et épais .....	146
III.2	Passage des propriétés macroscopiques aux propriétés microscopiques et inversement 147	
III.2.1	Modèle analytique pour le passage des propriétés macroscopiques aux propriétés microscopiques du matériau .....	147
III.2.1.1	Description des deux modèles micro/macro envisagés .....	147
III.2.1.2	Comparaison de ces deux modèles .....	149
III.2.1.3	Hypothèse nécessaire à la résolution .....	151
III.2.2	Détermination des propriétés des constituants à partir des propriétés des plis et inversement .....	152
III.2.2.1	Détermination des propriétés élastiques effectives des constituants .....	152
III.2.2.2	Détermination des propriétés élastiques d'une couche à partir de celles de ses constituants .....	152
III.3	Modélisation des spécificités liées à l'enroulement filamentaire et au composite épais 153	
III.3.1	Prise en compte de l'état de contrainte d'origine thermique .....	153

---

III.3.1.1	Présentation du sous-modèle .....	153
III.3.1.2	Application au réservoir d'étude .....	155
III.3.2	Propriétés transverses et remise en cause de l'hypothèse d'isotropie transverse..	157
III.3.2.1	Influence du module transverse .....	157
III.3.2.2	Remise en cause de l'hypothèse d'isotropie transverse.....	158
III.3.3	Prise en compte de la variation du taux volumique de porosités dans l'épaisseur	159
III.3.3.1	Etat de l'art des modèles existants.....	159
III.3.3.2	Présentation du modèle choisi .....	160
III.3.3.2.1	Propriétés élastiques d'une couche composite poreuse .....	160
III.3.3.2.2	Résistance à rupture sens fibres d'une couche composite poreuse ....	161
III.3.3.3	Application au réservoir d'étude .....	162
III.3.4	Variation de la fraction volumique de fibres et de l'épaisseur des couches suivant leur orientation.....	162
III.4	Bilan des effets et couplages des hétérogénéités .....	165
III.4.1	Champ de contraintes résiduelles d'origine thermique .....	165
III.4.2	Plan d'essai complet pour les autres paramètres .....	165
III.4.2.1	Remise en cause de l'hypothèse d'isotropie transverse.....	165
III.4.2.2	Variation des épaisseurs et des fractions volumiques de fibres des couches	166
III.4.2.3	Présence des porosités .....	166
III.4.2.4	Valeur du module transverse .....	167

## **CHAPITRE IV .....** 169

### ***CARACTERISATION MECANIQUE DU MATERIAU ET DE LA STRUCTURE***

IV.1	Détermination des propriétés planes de référence .....	173
IV.1.1	Essais sur plaques bobinées.....	174
IV.1.1.1	Définition des éprouvettes et des essais réalisés.....	174
IV.1.1.2	Résultats et interprétations.....	174
IV.1.1.2.1	Essais longitudinaux .....	174
IV.1.1.2.2	Essais transverses .....	176
IV.1.1.2.3	Essais en cisaillement.....	176

---

IV.1.2	Essais sur éprouvettes tronçons.....	177
IV.1.2.1	Définition des éprouvettes et des essais réalisés.....	177
IV.1.2.2	Résultats.....	178
IV.1.3	Essais sur tubes.....	179
IV.1.3.1	Définition des éprouvettes et des essais réalisés.....	179
IV.1.3.2	Résultats et interprétations.....	180
IV.1.4	Conclusions sur l'ensemble des résultats d'essais .....	180
IV.2	Essai de mise sous pression interne d'un anneau .....	181
IV.2.1	Objectifs et principe de l'essai .....	182
IV.2.1.1	Intérêts liés au développement d'un nouvel essai.....	182
IV.2.1.2	Définition du besoin .....	183
IV.2.1.3	Principe de l'essai .....	185
IV.2.2	Dimensionnement du montage d'essai pour répondre à FP1 .....	186
IV.2.2.1	Définition du prototype.....	187
IV.2.2.2	Choix du demi-angle au sommet du système conique.....	187
IV.2.2.3	Influence des caractéristiques du support .....	188
IV.2.2.3.1	Influence de la position du support .....	189
IV.2.2.3.2	Influence de l'épaisseur du support.....	190
IV.2.2.4	Influence de l'épaisseur du cône femelle.....	191
IV.2.3	Estimation de la pression appliquée pour répondre à FP2 .....	192
IV.2.3.1	Utilisation de l'effort machine.....	193
IV.2.3.2	Utilisation du déplacement axial de la traverse .....	194
IV.2.3.2.1	Modèle analytique de traitement de l'essai .....	194
IV.2.3.2.2	Caractérisation du module d'élasticité du cône femelle.....	196
IV.2.3.2.3	Influence du contraste de raideur entre le cône femelle et l'anneau testé	
	197	
IV.2.4	Conclusion sur le dimensionnement du montage.....	199
IV.2.5	Etude du comportement mécanique de l'anneau épais .....	200
IV.2.5.1	Dispositif d'essai .....	200
IV.2.5.2	Champ de déplacements et de déformations dans l'épaisseur.....	201
IV.2.5.2.1	Corrélation d'images et effets de bords.....	202
IV.2.5.2.2	Identification par corrélation d'images des déplacements et des déformations.....	203

IV.2.5.3 Détermination de la pression interne appliquée..... 205

IV.2.6 Identification des propriétés sens fibres sur anneaux circonférentiels..... 206

IV.2.6.1 Description de l’essai..... 206

IV.2.6.2 Détermination des propriétés sens fibres ..... 207

IV.3 Conclusion ..... 211

**CONCLUSION ET PERSPECTIVES ..... 213**

V.1 Conclusion ..... 214

V.2 Perspectives ..... 216

**ANNEXES ..... 221**

**BIBLIOGRAPHIE ..... 243**



# **Introduction Générale**





# Introduction générale

L'augmentation des besoins énergétiques et l'épuisement des ressources fossiles conduisent à étudier la faisabilité de l'hydrogène en tant que nouveau vecteur énergétique, non polluant et produit à partir de ressources primaires. Notre participation au programme H<sub>2</sub>E (Horizon Hydrogène Energie), soutenu par le gouvernement français et coordonné par Air Liquide, porte sur l'étude du stockage de l'hydrogène, en phase gazeuse sous haute pression, dans des réservoirs de type IV (fibres de carbone et liner polymère).

Ce type de structure, actuellement réalisée en enroulement filamenteux, est dimensionné et réalisé par notre partenaire industriel EADS Composites Aquitaine pour atteindre des pressions d'éclatement au moins égales à trois fois la pression de service, soit de 1050 à 2100bar suivant que les objectifs d'usage soient de 350 ou 700bar. Dans ces conditions, les réservoirs réalisés ont une épaisseur de paroi de plusieurs dizaines de millimètres. Même dans ces conditions, ces réservoirs composites présentent une amélioration de l'indice de performance (dépendant de la pression de service, du volume stocké et de leur masse) de près de 280% par rapport au réservoir tout aluminium.

La sécurité étant primordiale sur ces structures destinées au stockage d'hydrogène pour usage stationnaire mais également mobile, ce travail de thèse se veut représentatif de la structure réelle. Ainsi, ce sont principalement les paramètres susceptibles d'influer sur les propriétés dans son épaisseur qui sont au cœur de notre étude. A ce titre, nos recherches sur ces structures sont articulées autour de trois thèmes majeurs :

- la caractérisation physico-chimique à l'échelle des constituants,
- la caractérisation mécanique à l'échelle du pli de référence et de la structure,
- la modélisation du comportement mécanique sous charge.

Notre objectif principal est de déterminer quelles sont les spécificités propres aux structures bobinées épaisses qui doivent être prises en compte lors de la détermination de leur comportement mécanique. L'accent étant particulièrement mis sur le besoin de représentativité, un travail de caractérisation multi-échelle est mis en place et appliqué au cas des réservoirs de stockage d'hydrogène dans les quatre chapitres suivants.

Le chapitre I est consacré, dans un premier temps, à la présentation du contexte dans lequel s'inscrit cette thèse ainsi qu'à la description du réservoir composite. Puis, un état de l'art permet de mettre en évidence un certain nombre de spécificités liées au procédé de réalisation et à l'épaisseur de la structure. Celles-ci peuvent principalement être responsables de variations dans l'épaisseur : de la fraction volumique de fibres et de porosités, des propriétés de la matrice et des contraintes résiduelles d'origines thermique. Une partie de l'étude bibliographique réalisée porte également sur les différents moyens permettant de caractériser le matériau depuis l'échelle des constituants jusqu'à celle de la structure.

Le chapitre II concerne la caractérisation, dans la partie cylindrique du réservoir, des principales hétérogénéités identifiées dans le chapitre précédent. Dans un premier temps, les contraintes résiduelles d'origine thermique sont évaluées à partir du relevé du champ de température dans l'épaisseur de la structure pendant sa cuisson. Ensuite, la caractérisation du module d'élasticité de la matrice dans l'épaisseur du réservoir est réalisée par nano-indentation et celle du module hors-plan par des essais de traction et de compression sur éprouvette spécifique. Enfin, les taux volumiques de fibres et de porosités sont respectivement identifiés par analyse d'images et microtomographie.

Le chapitre III porte sur le développement d'un outil de calcul analytique permettant d'évaluer l'influence de l'ensemble des hétérogénéités précédemment identifiées sur la pression d'éclatement du réservoir. A partir d'un modèle de comportement mécanique épais et d'un modèle de passage des propriétés mécaniques macro aux propriétés micro (et inversement), une étude de sensibilité permet de quantifier l'effet de chacune des hétérogénéités mesurées sur la structure réelle.

Enfin, le chapitre IV présente différentes méthodes de caractérisation normalisées des propriétés mécaniques du pli de référence ainsi qu'un nouvel essai de mise sous pression interne d'un anneau. La conception de cet essai repose sur le besoin d'identifier le comportement du réservoir sous une sollicitation proche de son chargement en service. Ce dispositif est également utilisé pour caractériser les propriétés mécaniques sens fibres du matériau de référence sur des éprouvettes représentatives à la fois du procédé et de la géométrie de la structure.

La conclusion reprendra les principaux résultats de cette étude qui permettent de répondre aux questionnements tant scientifiques (prise en compte de l'incidence de l'épaisseur dans les démarches de modélisation - simulation - caractérisation des structures bobinées) qu'industriels (définition d'un outil d'aide au dimensionnement et à la qualification des réservoirs épais). Cette conclusion donnera lieu à l'ouverture vers d'autres travaux réalisés au sein du laboratoire, ainsi qu'à la présentation des perspectives envisagées pour poursuivre ce type d'étude.



## **- Chapitre I -**

### **Etat de l'art et démarche**



# Chapitre I

## Etat de l'art et démarche

I.1	Contexte de l'étude .....	21
I.1.1	Le programme H <sub>2</sub> E.....	21
I.1.2	Le stockage d'hydrogène .....	22
I.2	Effet du procédé de réalisation et de la cuisson sur la structure .....	25
I.2.1	Enroulement filamentaire d'une structure cylindrique.....	25
I.2.1.1	Description du procédé d'enroulement filamentaire et du vocabulaire associé 25	
I.2.1.2	Spécificités des structures bobinées.....	26
I.2.1.2.1	Tension de mèche.....	26
I.2.1.2.2	Chevauchement des nappes.....	28
I.2.1.2.3	Polymérisation en étuve .....	30
I.2.2	Effets liés à l'épaisseur de la structure .....	33
I.2.2.1	Définitions d'une structure épaisse.....	33
I.2.2.2	Spécificités des composites épais à matrice thermdurcissable .....	35
I.2.2.2.1	Overshoot ou sur-cuisson .....	37
I.2.2.2.2	Gradient de températures dans l'épaisseur.....	38
I.2.2.2.3	Contraintes résiduelles de cuisson.....	39
I.2.3	Bilan sur l'influence de ces effets sur le comportement mécanique du réservoir... 42	
I.3	Modélisation et caractérisation de la structure réelle.....	43
I.3.1	Modélisation du comportement mécanique d'un réservoir bobiné épais.....	43
I.3.2	Caractérisations physico-chimiques .....	45
I.3.2.1	Taux volumique de fibres et de porosités .....	46
I.3.2.1.1	Microtomographie .....	46
I.3.2.1.2	Microscopie et analyse d'images .....	47
I.3.2.1.2.1	Hypothèses majeures de ce type d'analyse .....	47
I.3.2.1.2.2	Préparation de surfaces et acquisition des images .....	49
I.3.2.1.2.3	Méthodes de mesure du taux volumique de porosités.....	50
I.3.2.1.2.4	Méthodes de mesure de la fraction volumique de fibres.....	51
I.3.2.2	Variation des propriétés mécaniques de la matrice dans l'épaisseur.....	52

I.3.2.3	Conclusions sur les techniques de caractérisation physico-chimiques.....	53
I.3.3	Caractérisations mécaniques .....	54
I.3.3.1	Essais sur tubes bobinés.....	54
I.3.3.2	Essais sur composite épais.....	57
I.3.3.3	Essais spécifiques aux tubes bobinés et épais.....	59
I.3.3.3.1	Mesure de l'état de contraintes résiduelles.....	59
I.3.3.3.2	Comportement mécanique global.....	62
I.3.3.3.2.1	Principe de la corrélation d'images .....	64
I.3.3.3.2.2	Application de la corrélation d'images à la mesure de propriétés mécaniques	65
I.3.3.3.2.3	Conclusion sur l'intérêt de la corrélation d'images dans le suivi d'essais mécaniques sur structure complexe .....	67
I.4	Démarche et limites .....	68

---



Nous présenterons, dans ce chapitre, le contexte dans lequel s'inscrit notre travail et notre objet d'étude à savoir un réservoir composite destiné au stockage d'hydrogène sous haute pression. Puis, un état de l'art permettra d'identifier, d'une part, les principaux effets liés au procédé de réalisation et à l'épaisseur du réservoir et d'autre part, les modélisations et les caractérisations permettant de les prendre en compte. Enfin, nous présenterons notre démarche de travail.

Ce chapitre permet d'analyser l'existant afin de dresser un état de l'art des outils qui vont nous permettre d'appréhender le comportement mécanique du réservoir sous pression.

## **I.1 Contexte de l'étude**

### **I.1.1 Le programme H<sub>2</sub>E**

Compte tenu de la croissance des besoins énergétiques et de l'épuisement des ressources fossiles, l'hydrogène, puisqu'il peut être produit à partir de ressources primaires et qu'il est non polluant, est susceptible de prendre une place de plus en plus importante comme source d'énergie. Pour ce faire, la faisabilité de ce vecteur dans le futur passe par l'étude de son stockage, de sa distribution et de sa transformation en énergie électrique (grâce au principe de la pile à combustible).

A ce titre, le programme H<sub>2</sub>E (Horizon Hydrogène Energie) [AirLiquide, 2009], soutenu par le gouvernement français et coordonné par Air Liquide, vise à construire une filière d'énergie hydrogène sur des marchés pour lesquels l'hydrogène et la pile à combustible répondent dès aujourd'hui à un besoin. Ces marchés, qui rassemblent les conditions les plus favorables à l'amorce à court terme de cette filière, sont notamment les générateurs portables et la fourniture d'énergie de secours. En effet, dans ces deux cas, les avantages de l'énergie hydrogène (autonomie, qualité de courant, rapidité de recharge et absence d'émission) sont plus rapidement valorisables. Ces marchés précurseurs assureront la transition vers des applications futures telles que le transport, auxquelles ils vont ouvrir la voie à l'horizon 2015.

Le programme H<sub>2</sub>E fédère, autour d'Air Liquide, une vingtaine de partenaires, à la fois des groupes industriels, des PME dont Composites Aquitaine et des laboratoires publics de recherche avec notamment l'ex LGM<sup>2</sup>B (composante du nouvel Institut de Mécanique et d'Ingénierie de Bordeaux –I2M– créé en janvier 2011).

Dans ce programme, nous nous sommes intéressés aux problématiques de caractérisation et de modélisation du comportement mécanique des réservoirs. Dans ce cadre, nous avons principalement travaillé en collaboration avec Composites Aquitaine en charge du dimensionnement et de la réalisation de ces réservoirs.

### I.1.2 Le stockage d'hydrogène

De manière générale, trois formes de stockage de l'hydrogène sont envisageables :

- En phase solide par absorption ou adsorption dans des matériaux,
- En phase liquide à basse température (20K sous 1bar),
- En phase gazeuse sous pression (350 voire 700bar).

Le stockage d'hydrogène sous forme solide est encore à l'étude. A titre d'exemple, l'hydrogène peut être, soit absorbé de manière réversible sous l'effet de la chaleur par des matériaux dits hydrures comme les métaux [**Bentzen et al, 2001**], soit adsorbé dans des nanofibres ou des nanotubes de carbone [**Blackman, 2005**].

Le stockage par hydrogène liquide n'est actuellement pas satisfaisant du fait des coûts élevés liés, d'une part, à l'apport énergétique initial nécessaire à la création d'hydrogène liquide [**Peschka, 1998**] et d'autre part, aux techniques d'isolation nécessaires à son maintien à basse température [**Aceves et al, 2000**].

La forme gazeuse a été retenue par Air Liquide dans le cadre du programme H<sub>2</sub>E. Comme le montre la courbe rouge de la figure I-1, à température ambiante (293K) et quelle que soit la pression de stockage, l'hydrogène se trouve sous forme gazeuse. Pour ce type de stockage, l'étanchéité du contenant devra être assurée par une vessie interne (le liner) et un compromis devra être trouvé entre le volume occupé par le gaz et la pression de stockage nécessaire.

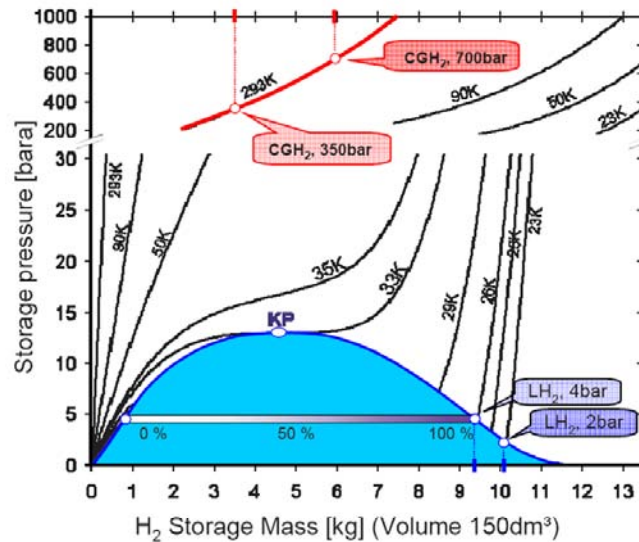


figure I-1 : Diagramme donnant la pression de stockage en fonction de la masse d'hydrogène et de la température [AirLiquide, 2009]

La pression de service des réservoirs de stockage est initialement fixée à 350bar et est susceptible d'évoluer vers 700bar. La courbe rouge de la figure I-1 montre que doubler la pression (de 350 à 700bar) ne permet pas de doubler la masse d'hydrogène stockée. Le but étant d'optimiser le stockage, il est alors nécessaire de trouver un bon compromis entre le volume stocké et les coûts de compression et de stockage.

La norme en vigueur impose que les réservoirs soient dimensionnés pour atteindre une pression d'éclatement égale à trois fois la pression de service. Pour de telles pressions, on parle de réservoirs hyperbares, classés en quatre catégories :

- Type I : réservoir entièrement métallique,
- Type II : réservoir métallique avec un frettage composite en fibres de verre sur la partie cylindrique (cf. figure I-2 a),
- Type III : réservoir composite (à fibres d'aramide, de verre ou de carbone) associé à un liner métallique (cf. figure I-2 b),
- Type IV : réservoir composite (à fibres de carbone) avec un liner polymère (cf. figure I-2 b).

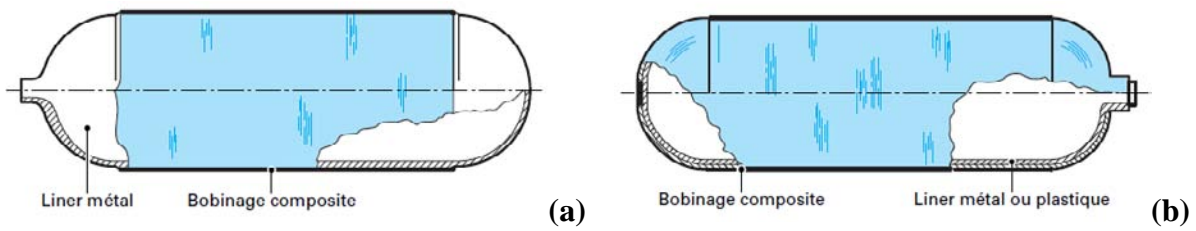


figure I-2 : Réservoirs de type II (a) et type III et IV (b) [Krawczak, 2002]

Dans le cadre du programme H<sub>2</sub>E, ce sont des réservoirs de type IV qui ont été choisis pour leur indice de performance élevé. En effet, l'indice de performance (IDP) d'un réservoir peut être défini par la relation suivante [Krawczak, 2002] :

$$IDP = \frac{\text{pression de service} \times \text{volume du réservoir}}{\text{masse du réservoir}} \quad (I.1)$$

A titre comparatif, le tableau I-1 permet de comparer l'IDP de différents réservoirs.

	Fibres de verre + liner aluminium (type III)	Fibres aramide + liner aluminium (type III)	Fibres de carbone + liner polymère (type IV)
IDP par rapport à un réservoir de type I en aluminium	+75%	+150%	+278%

tableau I-1 : Indice de performance des réservoirs composite par rapport à un réservoir de type I en aluminium [Krawczak, 2002]

Ainsi, notre objet d'étude est un **réservoir de type IV en carbone/époxy** réalisé par Composites Aquitaine par enroulement filamentaire. L'expertise de Composites Aquitaine dans la conception et la réalisation des réservoirs assure que l'éclatement se produise en virole, c'est-à-dire dans la partie cylindrique du réservoir. Notre intérêt s'est donc porté sur **l'étude de la partie cylindrique du réservoir**. En outre, étant données les pressions d'éclatement à atteindre, les structures à réaliser sont épaisses (plusieurs dizaines de mm).

Notre objectif principal est de proposer une caractérisation et une prédiction efficaces du comportement du réservoir de stockage tout en prenant en compte les spécificités liées aux structures composites épaisses ainsi qu'au procédé de réalisation choisi. Pour ce faire, nous avons tout d'abord réalisé une étude bibliographique sur l'influence des paramètres liés au procédé et à la polymérisation de la structure épaisse sur ses propriétés physiques et son comportement mécanique.

## I.2 Effet du procédé de réalisation et de la cuisson sur la structure

### I.2.1 Enroulement filamentaire d'une structure cylindrique

#### I.2.1.1 Description du procédé d'enroulement filamentaire et du vocabulaire associé

Les termes employés pour décrire les différents éléments constitutifs du réservoir ainsi que le procédé d'enroulement filamentaire peuvent porter à confusion puisqu'ils diffèrent d'un groupe de recherche à l'autre ou encore du milieu industriel au milieu académique. Pour s'assurer que les termes employés seront compris dans le sens souhaité, un récapitulatif du vocabulaire et des notations employés est présenté dans cette partie (en gras dans le texte).

Le procédé employé pour cette opération est l'**enroulement filamentaire par voie humide** particulièrement adapté à la réalisation de ce type de structure axisymétrique (cf. figure I-3).

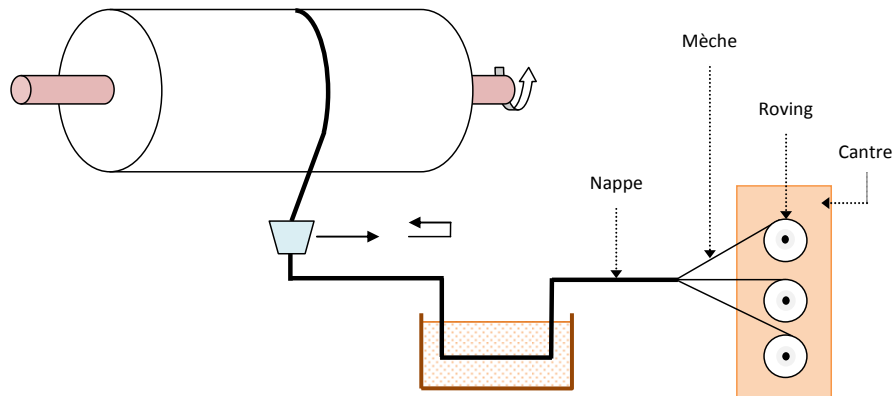


figure I-3 : Représentation schématique du principe du procédé d'enroulement filamentaire par voie humide

Le **liner** est le revêtement interne du réservoir. Il a deux fonctions principales : assurer l'étanchéité de la structure à l'hydrogène gazeux et jouer le rôle de **mandrin**. En effet, sa mise en rotation permet de déposer les fibres préalablement imprégnées de résine directement sur sa surface extérieure.

Les fibres se présentent sous forme de **rovings**, c'est-à-dire de bobines dont le nombre de fibres par **mèche** est fixé (par exemple, 3K = 3000 fibres longues et parallèles) [Berbain et al, 1997]. Chaque roving est placé sur un des supports à axe horizontal du **cantre** de dévidage de façon à être animé d'un mouvement de rotation. Tous les supports sont freinés à l'aide d'un système permettant de maintenir une **tension de mèche** constante au cours du dévidage.

Ce dispositif assure que l'ensemble des rovings présents sur un même cantre ont la même tension de dévidage. La tension de mèche permet au cours de la réalisation de la structure de compacter la couche précédemment déposée et ainsi, d'assurer la cohésion de la matière. Sa valeur peut éventuellement être modifiée au cours de la dépose suivant l'orientation et/ou la position de la couche dans l'épaisseur.

Enfin, les mèches de tous les rovings sont regroupées pour former une **nappe** qui est déposée sur le liner via un système de guidage dans un mouvement de va-et-vient. Elle est donc caractérisée par sa largeur et son épaisseur, toutes deux liées aux propriétés des mèches.

La dépose de la nappe se fait soit par **enroulement circonférentiel** (cf. figure I-4 a) soit par **enroulement hélicoïdal** (cf. figure I-4 b).

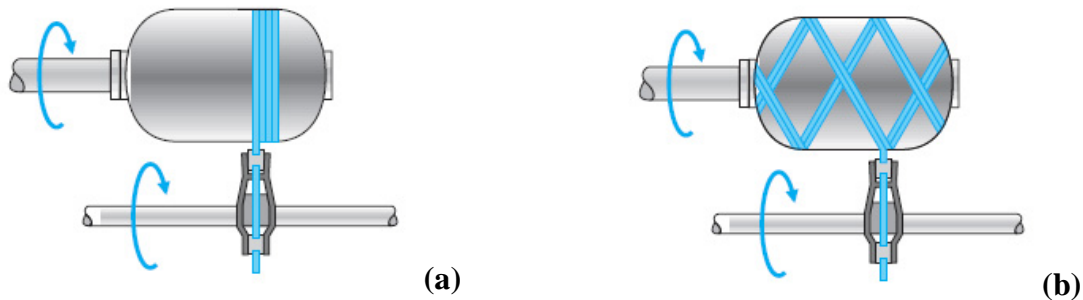


figure I-4 : Types d'enroulement filamentaire utilisés pour la réalisation de réservoirs composite [Krawczak, 2002]

Les nappes sont juxtaposées jusqu'à recouvrir la surface extérieure du réservoir en formant ainsi une **couche** ayant l'orientation souhaitée et l'épaisseur d'une nappe.

### I.2.1.2 Spécificités des structures bobinées

#### I.2.1.2.1 Tension de mèche

Lors du bobinage, la tension de mèche exerce une pression radiale sur les couches précédemment déposées et permet ainsi de les compacter. Lors de ce compactage, le déplacement radial des fibres des différentes couches réduit la tension dans les fibres et entraîne l'apparition de contraintes de compression radiales. Lors du cycle de cuisson de la structure, la résine passe par un état où sa viscosité diminue fortement et permet une relaxation de ces contraintes. Pour les quantifier, Kempner [Kempner et al, 1995] a utilisé des mèches de graphite préimprégnées de résine époxy en appliquant une tension constante au cours de la dépose. Les tensions testées sont de 1,3daN, 2,225daN et 3,115daN sur des structures de 15mm d'épaisseur. La pression générée par celles-ci au cours du bobinage a été

mesurée par un capteur directement placé sur le mandrin. Les relevés montrent que la pression maximale est atteinte après 12 couches déposées sur les 60 au total et que la pression diminue alors rapidement dans le temps du fait de l'écoulement visqueux de la résine. Ainsi, à la fin du bobinage, même avec la tension la plus élevée, la pression appliquée sur le mandrin (environ 0,15MPa) correspond à celle après la dépose de la première couche.

Ces travaux ont été réalisés sur des mèches préimprégnées de résine. Ainsi, nous pouvons en déduire que dans le cas d'une résine plus fluide (caractéristique de l'enroulement filamentaire par voie humide) le compactage et la relaxation seront plus importants de sorte que **le préchargement mécanique sur la structure, lié à la tension de mèche, peut être négligé.**

Néanmoins, ces mêmes auteurs ainsi que d'autres [**Kempner et al, 1995; Cohen, 1997; Mertiny et al, 2002**] ont montré que la tension de mèche avait une influence sur les épaisseurs des couches et la fraction volumique de fibres. En effet, Cohen a appliqué différents niveaux de tension et différentes variations de celles-ci dans l'épaisseur et a constaté sur des tubes de 6mm d'épaisseur une augmentation de la fraction volumique de fibres entre l'intérieur et l'extérieur de la structure jusqu'à +/-10% par rapport à la valeur moyenne.

Parmi l'ensemble des paramètres étudiés [**Cohen, 1997**], une augmentation de tension de 13,7daN à 32,4daN a un effet important sur :

- l'épaisseur de la structure (diminution d'environ 6%),
- la fraction volumique de fibres moyenne (augmentation de 3,6%),
- le maximum de fraction volumique de fibres constaté à l'intérieur (augmentation de 5,3%).

Mertiny [**Mertiny et al, 2002**] insiste sur le fait que ce lien fort entre la tension appliquée et la modification de la fraction volumique de fibres dans la structure doit également être relié à l'essorage manuel qui est fait lors du bobinage et qui permet d'enlever l'excédent de résine.

Nous pouvons donc en déduire que la tension de mèche entraîne un préchargement mécanique transitoire et donc négligeable mais également une **possible modification de la fraction volumique de fibres et de l'épaisseur des couches** qui ont un impact sur les propriétés mécaniques du composite constitutif de la structure.

### 1.2.1.2.2 Chevauchement des nappes

La juxtaposition de nappes doit permettre de recouvrir toute la surface extérieure du réservoir. Plusieurs allers-retours de la tête de dépose sont nécessaires dans le cas d'un enroulement hélicoïdal à  $\pm\alpha$ . La présence de zones de chevauchement des mèches à  $+\alpha$  et  $-\alpha$  est donc inévitable (cf. figure I-5).

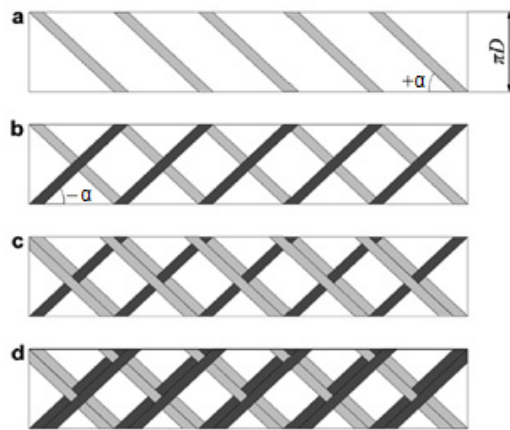


figure I-5 : Représentation de la partie cylindrique du réservoir déroulée faisant apparaître les zones de chevauchement lors de la dépose de mèches à  $\pm\alpha$  [Zhang et al, 2008]

Ce phénomène de chevauchement des nappes entraîne des disparités dans l'ordre d'empilement des couche  $+\alpha$  et  $-\alpha$ . En effet, deux nappes juxtaposés à  $+\alpha$  peuvent se trouver respectivement au-dessus et au-dessous d'une nappe à  $-\alpha$  (cf. figure I-5). Ceci se traduit de manière schématique sur la structure du réservoir par la variation de l'empilement des couches hélicoïdales suivant la position dans la circonférence de la virole (cf. figure I-6).

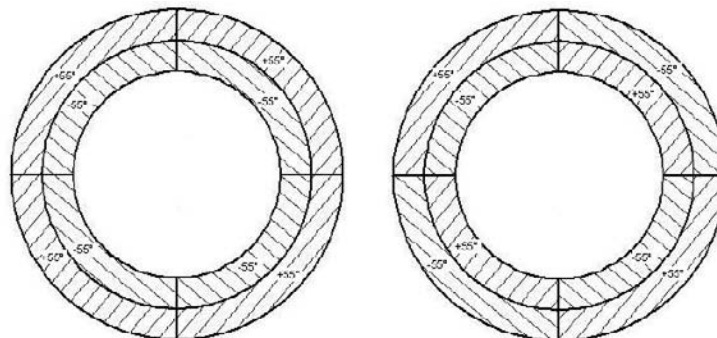


figure I-6 : Représentation schématique, dans 2 sections, de l'effet du chevauchement des nappes sur l'empilement des couches dans la partie virole du réservoir [Gasquez et al, 2006]



Le motif des zones de chevauchement est directement dépendant du choix de programmation lors de l'enroulement filamentaire. Ainsi, si la dépose hélicoïdale (de type  $\pm 45^\circ$  comme sur la figure I-5) est poursuivie, un motif unitaire en forme de diamant apparaît. On distingue alors trois zones (cf. figure I-7) : une bande verticale et deux zones triangulaires dans lesquelles on retrouve un empilement unidirectionnel de fibres (une moitié  $[\theta/-\theta]$  et l'autre  $[-\theta/\theta]$ ).

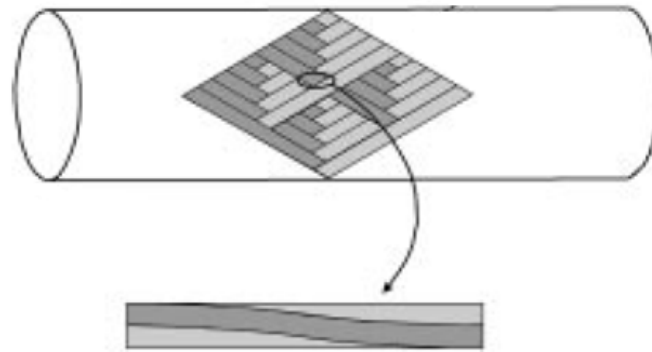


figure I-7 : Motif unitaire diamant et chevauchement sur une couche à  $\pm 45^\circ$  [Rousseau et al, 1999]

Rousseau [Rousseau et al, 1999] définit alors un paramètre appelé degré d'entrelacement et noté  $D_T$  qui correspond au pourcentage d'aire de la cellule élémentaire perturbée par les ondulations par rapport à son aire totale. Il a montré, sur des tubes ayant un  $D_T$  compris entre 0 et 46%, que :

- Le chevauchement des fibres entraîne un meilleur compactage des couches. Ainsi, lorsque  $D_T$  augmente, on remarque une légère diminution de l'épaisseur des couches (de 2%) et en parallèle une très légère augmentation de la fraction volumique de fibres (de 0.2%).
- La quantité globale de porosités n'est pas sensible au degré d'entrelacement. Les porosités se rassemblent dans les régions de chevauchement des fibres lorsqu'elles existent alors qu'elles restent dispersées à l'intérieur des couches dans le cas de référence ( $D_T=0$ ).
- Les propriétés élastiques du composite sont inchangées quel que soit  $D_T$ .

- La résistance en traction des tubes diminue avec  $D_T$  avec au maximum une perte de 6%. Des micrographies ont montré la présence de fissures près des chevauchements.

Plus récemment, Zhang [Zhang et al, 2008] a retrouvé, qualitativement, par un modèle éléments finis (négligeant la présence de porosités), les observations précédentes de Rousseau. En effet, il a montré que les zones de chevauchement étaient sources de concentration de contraintes et s'endommageaient donc préférentiellement.

Prendre en compte la présence de zones de chevauchement dans la structure revient donc à considérer une légère **modification du taux de fibres et de l'épaisseur des couches ainsi qu'une zone locale d'endommagement** (ayant néanmoins une influence limitée sur la résistance du matériau).

### ***1.2.1.2.3 Polymérisation en étuve***

Pour que les structures composites soient d'une grande qualité comme en aéronautique (taux de porosités inférieur à 2%), les pièces classiques sont préparées avec une vessie afin de les mettre sous vide. Ainsi, la dépression générée permet d'évacuer les composés volatiles apparaissant lors de la réticulation du polymère. De plus, lors du cycle de polymérisation réalisé en autoclave, une pression hydrostatique est appliquée sur la vessie assurant un compactage de la pièce.

Les structures cylindriques telles que les réservoirs ne subissent ni dépression ni pression hydrostatique du fait de leur géométrie. Ainsi, actuellement, une partie du cycle de polymérisation de la résine se fait à température ambiante en maintenant la structure en rotation (sans vessie) et se poursuit en étuve (sans pression hydrostatique).

Or, plusieurs équipes de recherche [Olivier et al, 1995; Santulli et al, 2002; Liu et al, 2006] ont remarqué, sur des empilements, que la pression hydrostatique appliquée lors de la polymérisation en autoclave a un fort impact sur le taux de porosité (cf. figure I-8).

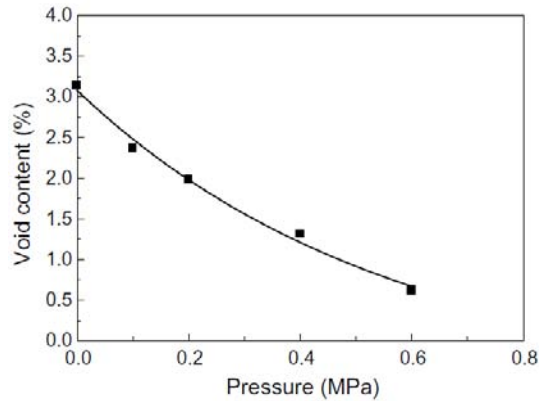


figure I-8 : Evolution du taux volumique de porosités en fonction de la pression autoclave pour un empilement de préimprégné carbone/époxy [Liu et al, 2006]

De plus, la taille et la distribution des porosités sont également liées à ce paramètre (cf. figure I-9). Plutôt que des inclusions sphériques de petite taille, sans pression hydrostatique, les porosités auront tendance à être plus massives, mesurant jusqu'à 40 fois le diamètre d'une fibre [Santulli et al, 2002].

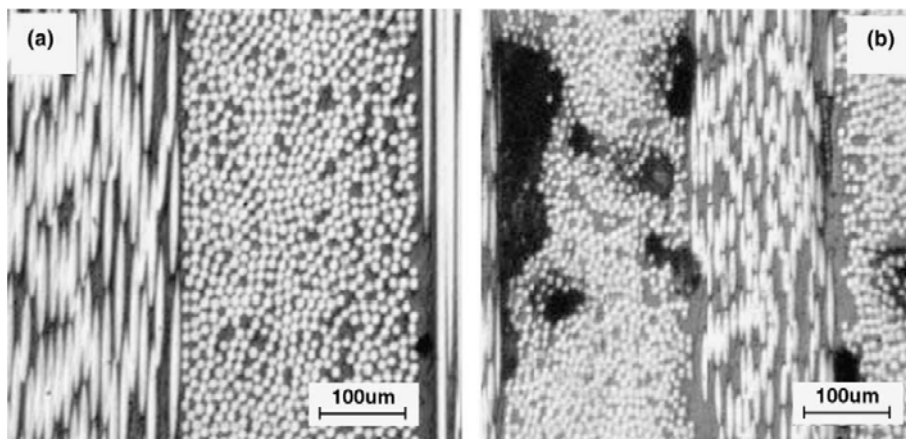


figure I-9 : Observations micrographiques de porosités pour une pression hydrostatique de (a) 6bar et (b) 0bar pour un empilement de préimprégné carbone/époxy [Liu et al, 2006]

Le cycle de polymérisation suivi par le réservoir est donc susceptible d'entraîner un taux volumique de porosités important. Nombre de chercheurs ont montré qu'elles avaient un impact négatif sur le comportement mécanique du matériau. Parmi les propriétés les plus affectées, on retrouve la résistance au cisaillement interlaminaire, notée ILSS (InterLaminar Shear Stress) [Bowles et al, 1992; Costa et al, 2005; Liu et al, 2006] (cf. figure I-10) et en compression [Costa et al, 2005].

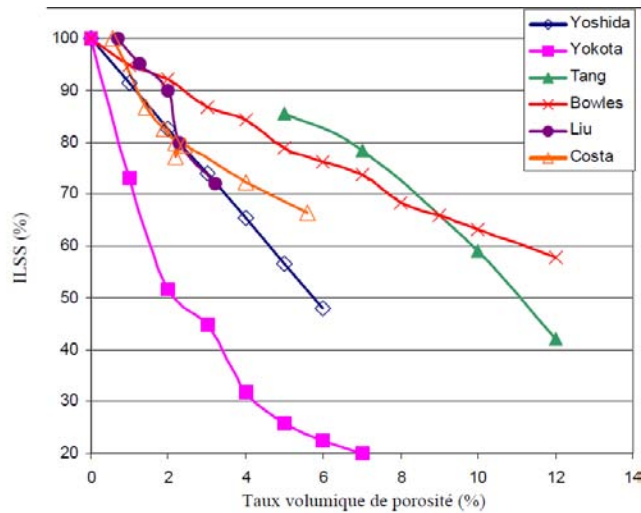


figure I-10 : Variation relative de l'ILSS en fonction du taux de porosités pour des composites carbone/époxy [Ledru, 2009]

Comme le montre la figure I-11, en traction, le module sens fibres  $E_l$  n'est pas sensible à la présence de porosités [Olivier et al, 1995; Huang et al, 2005; Liu et al, 2006] alors que le module sens transverse  $E_t$  l'est d'avantage [Olivier et al, 1995; Huang et al, 2005].

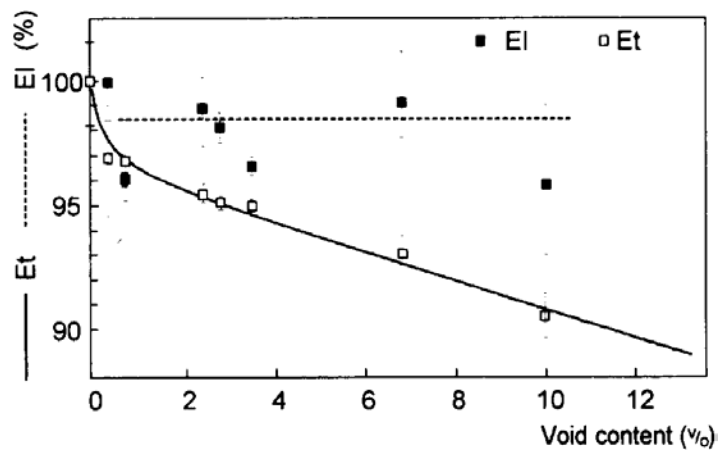


figure I-11 : Variation des modules de traction longitudinal et transverse en fonction du taux volumique de porosités sur un empilement carbone/époxy [Olivier et al, 1995]

De plus, les résistances en traction sens fibres  $\sigma_l^t$  [Olivier et al, 1995; Liu et al, 2006] et sens transverse  $\sigma_t^t$  [Olivier et al, 1995] diminuent lorsque la fraction volumique de porosités augmente (cf. figure I-12).

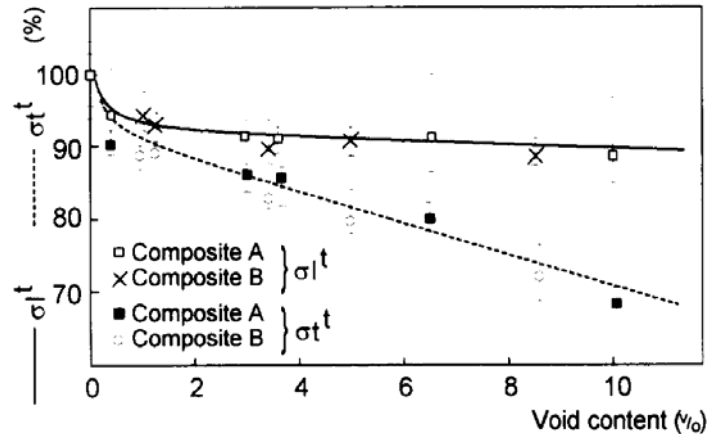


figure I-12 : Variation des résistances en traction sens fibres et sens transverse en fonction du taux volumique de porosités sur un empilement carbone/époxy [Olivier et al, 1995]

L'une des raisons évoquée pour expliquer ces diminutions de résistance porte sur la modification du transfert d'effort entre la matrice et les fibres ainsi que sur l'accentuation des mécanismes d'endommagement [Varna et al, 1995].

On peut donc en conclure que la cuisson en étuve du réservoir est susceptible d'entraîner **un fort taux de porosités** dans le composite qui pourrait, à son tour, être responsable d'une diminution de ses propriétés mécaniques. De plus, ce taux pourrait être hétérogène dans l'épaisseur du fait du compactage lié à la dépose des fibres.

## I.2.2 Effets liés à l'épaisseur de la structure

### I.2.2.1 Définitions d'une structure épaisse

Deux phénomènes majeurs sont à l'origine de la différenciation entre une structure épaisse et fine : d'une part, son comportement mécanique et d'autre part, la présence d'éventuelles hétérogénéités dans l'épaisseur.

Mécaniquement et dans le cas d'une structure tubulaire, on définit un critère géométrique simple : la structure est fine tant que  $\frac{b}{a} < 1,10$  ou  $\frac{a}{e} > 10$  (cf. figure I-13),  $a$  étant le rayon intérieur,  $b$  le rayon extérieur et  $e$  l'épaisseur (ces deux critères étant parfaitement équivalents) [Tsai, 1988].

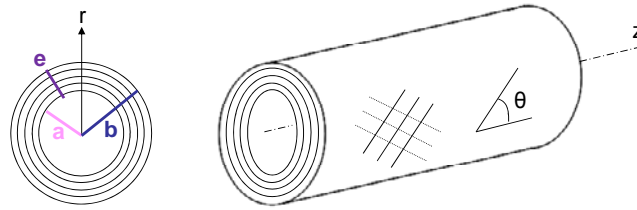


figure I-13 : Représentation schématique des grandeurs caractéristiques de l'épaisseur

Ce critère est défini à partir de la divergence entre les modèles de comportement « fin » et « épais ». En effet, les hypothèses sur lesquelles se basent le modèle « fin » sont que les contraintes radiales sont supposées négligeables (par rapport aux autres composantes) et les contraintes circonférentielles uniformes dans l'épaisseur [Berthelot, 2005]. Ainsi, lorsque le critère fin est dépassé (ou encore le critère épais atteint), la théorie des stratifiés (modèle fin) ne peut donc plus être utilisée pour déterminer la pression d'éclatement du réservoir composite (ou encore les champs de contraintes et de déformations générés) comme l'illustre la figure I-14.

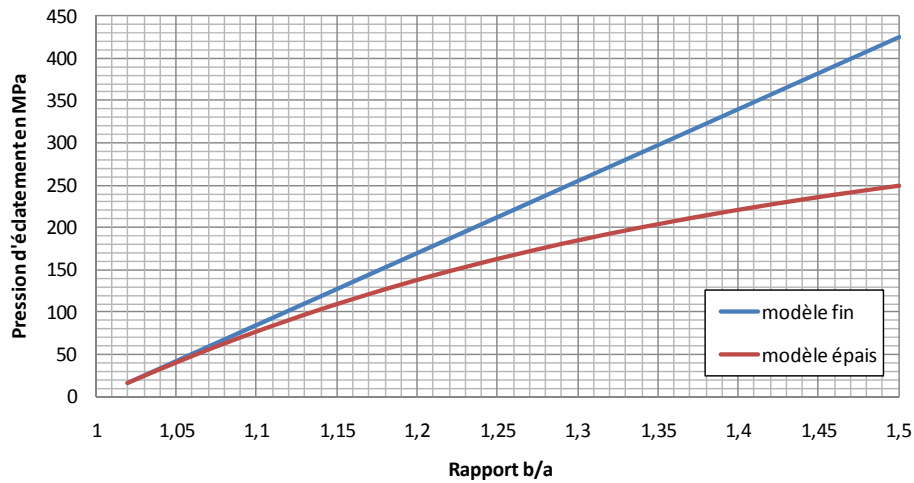


figure I-14 : Evolution des pressions d'éclatement d'un réservoir carbone/époxy [90/±20/90] de diamètre intérieur 100mm en fonction du rapport b/a

En effet, alors qu'un modèle « fin » prévoit une évolution linéaire de celle-ci en fonction du rapport  $\frac{b}{a}$ , un modèle « épais » montre un fléchissement marqué de cette augmentation à partir d'un rapport  $\frac{b}{a} \approx 1,1$ .

En ce qui concerne la présence d'éventuelles hétérogénéités dans la matière liées au fait que les procédés de réalisation et de cuisson sont développés pour des structures fines, il est difficile de définir un critère aussi précis. Néanmoins, à partir d'une certaine épaisseur (de l'ordre de la dizaine de millimètres), des hétérogénéités ont été constatées dans les structures (plaques ou tubes).

L'étude bibliographique présentée dans la suite de cette partie nous a permis de mettre en évidence ces spécificités avec notamment des variations de propriétés suivant la position dans l'épaisseur et l'orientation des couches.

### I.2.2.2 Spécificités des composites épais à matrice thermodurcissable

La cuisson d'une matrice époxy correspond à une réaction chimique de réticulation et de thermodurcissement. Celui-ci se décompose en deux étapes majeures : la gélification qui correspond à la transformation irréversible de la solution liquide en gel et la vitrification qui entraîne le durcissement physique de la résine (cf. la figure I-15).

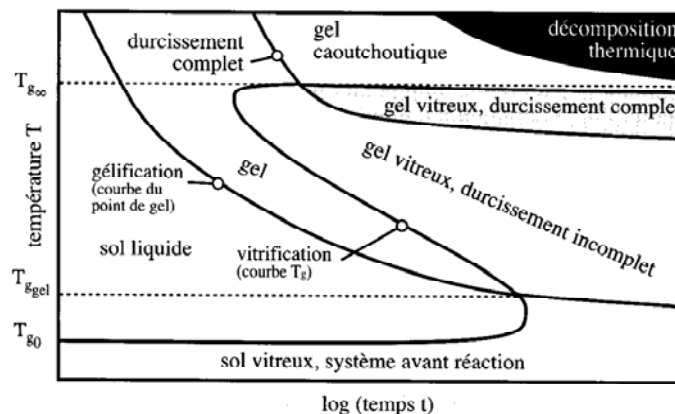


figure I-15 : Graphe TTT (Temps, Température, Transformation) d'un polymère thermodurcissable [Ehrenstein et al, 2000]

Le durcissement complet de la résine a lieu lors de la réticulation de l'ensemble des chaînes du polymère (cf. figure I-16).

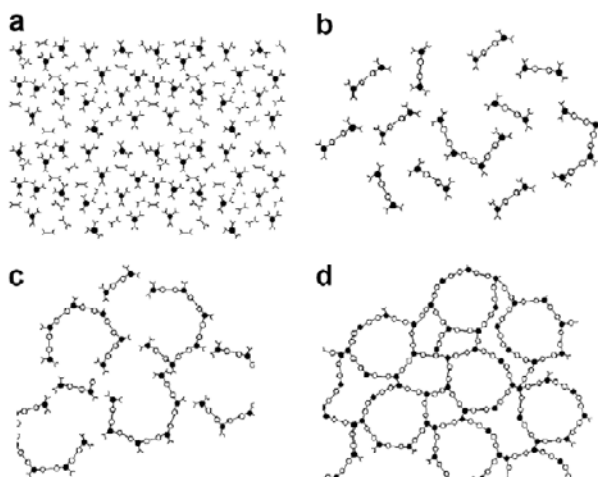


figure I-16 : Schématisation de la réaction de réticulation de la résine époxyde (a) monomères, (b) croissance linéaire et ramification, (c) formation du réseau gélifié mais au liaisons incomplètes et (d) totalement réticulé [Garstka et al, 2007]

Cette réaction est irréversible et exothermique, c'est-à-dire qu'elle entraîne un dégagement de chaleur responsable de l'auto-échauffement de la matière, souvent difficile à contrôler. Ainsi, plus le matériau sera épais et plus le système réactionnel sera instable du fait d'un effet de masse. De plus, le durcissement de la résine se caractérise par une contraction volumique de la matrice (cf. figure I-17 du point b au point c).

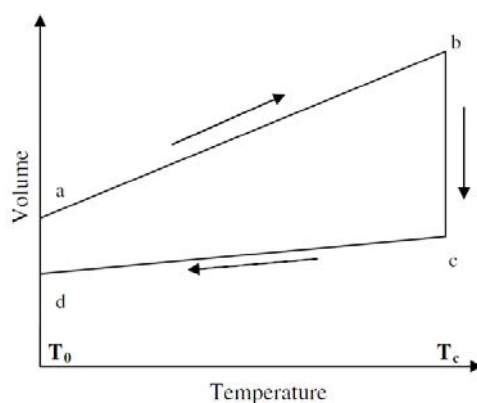


figure I-17 : Représentation schématique du changement de volume de la résine époxy pendant la polymérisation [Garstka et al, 2007]

Ainsi, nous avons choisi de présenter, dans cette partie, les spécificités liées à la cuisson d'un composite à matrice polymère thermodurcissable épais.



### 1.2.2.2.1 Overshoot ou sur-cuisson

L'exothermie de la réaction de réticulation peut conduire à une élévation de la température du matériau jusqu'à atteindre des températures bien supérieures à celle du palier choisie pour la polymérisation. Ce phénomène est appelé overshoot ou sur-cuisson et doit être pris en compte dans le cas de structures épaisses pour lesquelles l'évacuation de chaleur est plus difficile. La réaction étant « auto-entraînée » et dépendant fortement de la masse de résine présente, la zone où l'overshoot est le plus marqué est le milieu de l'épaisseur (cf. figure I-18).

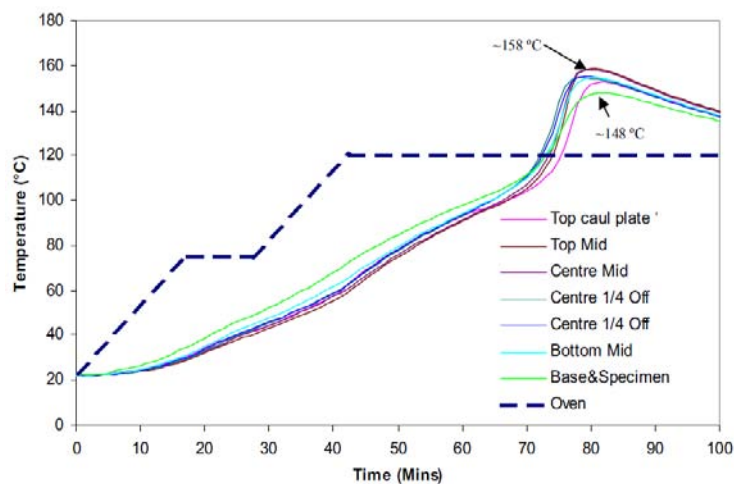


figure I-18 : Relevé de la température au sein du matériau composite épais au cours de sa cuisson [Gower et al, 2008]

On remarque néanmoins qu'il y a une sur-cuisson dans toute l'épaisseur et donc, que les **propriétés du matériau « épais » sont potentiellement différentes de celles du matériau « fin »**. Cet overshoot, qui peut atteindre plusieurs dizaines de degrés, est également susceptible d'entraîner la **dégradation de la résine**.

Globalement, la vitesse de montée en température et la durée des paliers doivent être adaptées à l'inertie thermique initiale de la structure et à l'emballement lié aux réactions chimiques au sein de la matrice polymère [Olivier et al, 2000; Gower et al, 2008] puisque ce sont principalement ces paramètres qui sont tenus pour responsables du phénomène d'overshoot.

### I.2.2.2.2 Gradient de températures dans l'épaisseur

Comme précisé précédemment, le degré de conversion de la résine est représentatif de l'avancement de la réaction de réticulation des chaînes époxyde. Expérimentalement, Olivier [Olivier et al, 1998] a montré que, tous les autres paramètres étant fixés, le degré de conversion de la matrice  $\alpha$  dépend de la température de palier  $T_c$  et de sa durée  $t_c$  sous la forme suivante.

$$\alpha = 1 - \frac{1}{\exp\left(F_3 \exp\left(\frac{-E_3}{RT_c}\right)(t_c - t_0)\right)} \quad (\text{I.2})$$

Nous pouvons donc en déduire que si la température  $T_c$  n'est pas homogène dans l'épaisseur de la structure (comme c'est le cas du fait de l'exothermie et de la faible conduction), **la conversion de la matrice n'est également pas uniforme dans l'épaisseur de la pièce**. C'est d'ailleurs ce que des auteurs [Rabearison et al, 2009; Ghazali et al, 2011] ont retrouvé par calcul numérique grâce à un modèle couplant chimie, thermique et mécanique qui permet de prédire les propriétés de la matrice époxy après cuisson (cf. figure I-19).

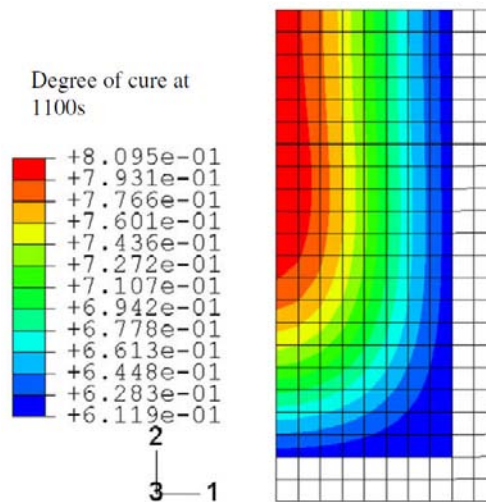


figure I-19 : Résultats numériques du taux de conversion dans la demi-épaisseur d'un tube en résine époxy seule de 2,5mm d'épaisseur (axe de symétrie à gauche) [Rabearison et al, 2009]

De plus, le taux de conversion influe fortement sur les propriétés élastiques de la résine. La modélisation de ce lien sera d'ailleurs discutée dans le chapitre III. Néanmoins, à titre indicatif, le plus classique des modèles analytiques décrivant ce lien [White et al, 1992; Huang et al, 2000; Rabearison et al, 2009; Abou Msallem et al, 2010] propose une évolution linéaire du module élastique de la matrice  $E_m$  en fonction du taux de conversion comme le montre la relation suivante (où  $E_m^\infty$  correspond au module de la matrice convertie à 100%) :

$$E_m(\alpha) = \alpha \cdot E_m^\infty \quad (I.3)$$

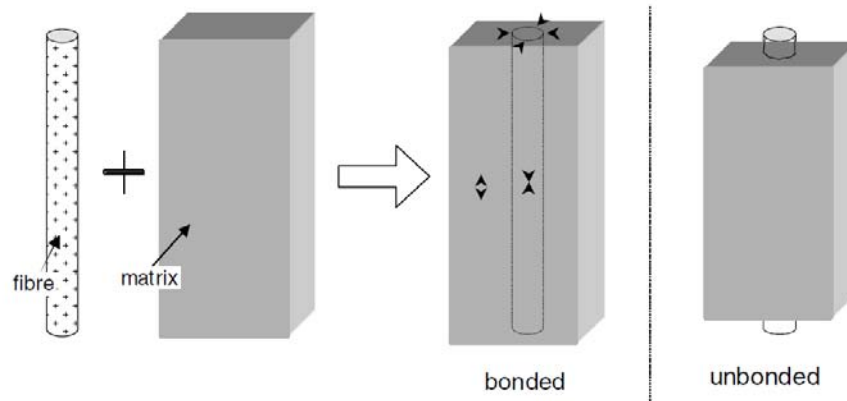
### ***1.2.2.3 Contraintes résiduelles de cuisson***

Les contraintes résiduelles peuvent être définies comme des contraintes qui persistent dans un matériau qui n'est soumis à aucune force extérieure ni aucun gradient thermique.

Suite au refroidissement de la pièce composite à partir de sa température de polymérisation relativement élevée jusqu'à sa température de service (classiquement l'ambiante), des contraintes résiduelles apparaissent. Elles sont présentes à trois échelles différentes [Parlevliet et al, 2006] :

- L'échelle des constituants (échelle micro) en raison de la disparité entre les coefficients de dilatation thermique des fibres et de la matrice,
- L'échelle des couches (échelle méso) du fait de la différence de dilatation thermique des couches selon leurs orientations,
- L'échelle de la structure (échelle macro) à cause du gradient de refroidissement entre l'intérieur et l'extérieur de la structure.

A l'échelle micro, le refroidissement entraîne une rétractation volumique de la matière [Garstka et al, 2007]. Or, celle de la matrice est significativement plus importante que celle des fibres. En effet, dans un polymère, le volume libre, qui représente le volume constitutif de la résine mais non occupé par les molécules, varie avec la température. Ainsi, suivant la vitesse de refroidissement, il peut se retrouver piégé dans la matière et en augmenter ainsi le volume global. Les fibres sont alors soumises à un état de contraintes résiduelles en compression suivant leurs axes longitudinal et radial pendant que la résine est en traction selon ces mêmes directions (cf. figure I-20).



*figure I-20 : Représentation schématique de l'effet du refroidissement à l'échelle des constituants [Parlevliet et al, 2006]*

Ces contraintes à l'interface fibre/matrice sont considérées comme négligeables puisqu'elles sont générées à haute température durant le palier isotherme comme illustré par la figure I-17 lorsque la viscosité de la résine est relativement faible et que les effets de relaxation des contraintes sont significatifs [White et al, 1992; Binienda et al, 1999].

Au niveau méso, c'est l'anisotropie de la stratification qui génère des contraintes résiduelles. En effet, à cette échelle, les coefficients de dilatation thermique dans la direction longitudinale (parallèlement aux fibres) et transversale (perpendiculairement aux fibres) sont très différents ce qui induit des contraintes dans le stratifié comme le montre la figure I-21.

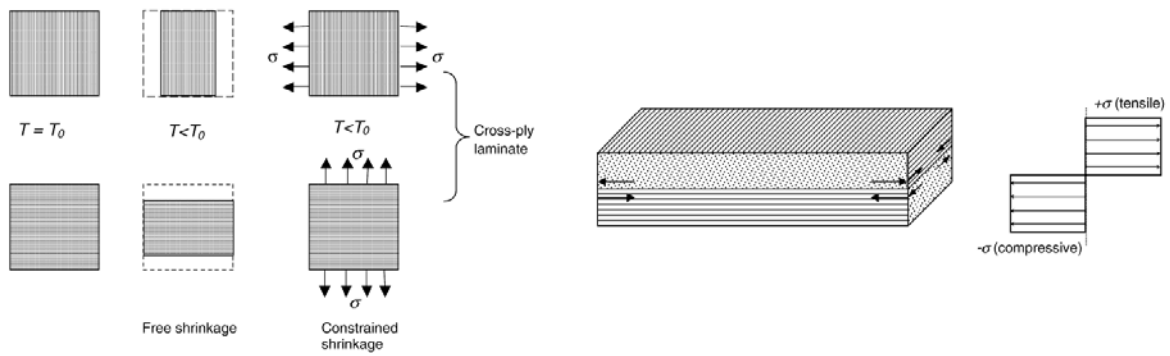


figure I-21 : Décomposition de l'état de contraintes thermiques dans chacune des couches et à l'échelle de la stratification dans le repère du stratifié [Parlevliet et al, 2006]

Enfin, à l'échelle de la pièce et principalement dans un composite épais, la vitesse de refroidissement sera plus faible au centre qu'en surface. Ainsi, il se peut qu'à une température donnée, les couches centrales soient toujours en cours de solidification alors que les couches en surface le sont déjà. Lors du refroidissement, ces dernières imposent donc des contraintes sur les couches centrales. Parlevliet [Parlevliet et al, 2006] suppose alors l'existence d'un champ de contraintes résiduelles de type cœur/peau avec globalement, un état de compression en surface et de traction au centre de la pièce (cf. figure I-22).

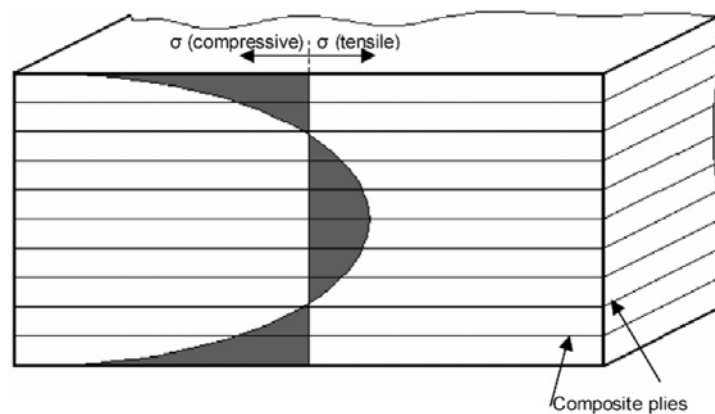


figure I-22 : Représentation des contraintes résiduelles de type cœur/peau [Parlevliet et al, 2006]

Pour résumer, on peut distinguer, dans les composites à matrice polymère, des contraintes résiduelles de cuisson d'origine chimique (rétractation volumique de la résine) et thermique (différence de dilatation thermique entre couche et gradient de température dans l'épaisseur). On notera que, d'après la bibliographie [White et al, 1992; Binienda et al, 1999], seules celles d'origine thermique semblent significatives.

### I.2.3 Bilan sur l'influence de ces effets sur le comportement mécanique du réservoir

Le procédé de réalisation du réservoir ainsi que sa forte épaisseur sont susceptibles de générer des hétérogénéités résumées dans le tableau I-2.

	<b>Enroulement filamentaire</b>	<b>Epaisseur de la structure</b>
<b>Epaisseur et teneur en fibres des couches</b>	Tension de mèche Chevauchement des nappes	
<b>Propriétés mécaniques du composite</b>	Chevauchement des nappes Cuisson en étuve	Overshoot Gradient de températures
<b>Contraintes résiduelles</b>	Cuisson	Gradient de températures

*tableau I-2 : Synthèse bibliographique des principaux effets du procédé de réalisation et de l'épaisseur sur les caractéristiques du réservoir*

Ces trois effets principaux (les variations de l'épaisseur des couches, de leur teneur en fibres, des propriétés mécaniques du matériau et des contraintes résiduelles) entraînent une modification du comportement mécanique de la structure.

En effet, l'épaisseur du réservoir sur lequel porte notre étude ne permet pas d'appliquer l'hypothèse de tube mince ; les contraintes radiales ne sont donc plus négligeables et l'état de contraintes n'est pas uniforme dans l'épaisseur du réservoir. Ainsi, les effets du procédé et de la géométrie peuvent conduire à une redistribution des contraintes dans la structure et a fortiori, à une modification du comportement élastique et à rupture du réservoir. De plus, l'état de contraintes résiduelles d'origine thermique vient se superposer au chargement en service de la structure.

A ce stade, deux principales difficultés se dégagent clairement :

- Evaluer expérimentalement le niveau des différentes hétérogénéités susceptibles d'avoir été introduites dans la structure,
- Identifier le comportement mécanique réel du réservoir dans sa partie cylindrique en incluant ces hétérogénéités.

Ainsi, il est intéressant, à partir des caractéristiques physiques réelles de la structure (épaisseur des couches, teneur en fibres, propriétés mécaniques du composite et contraintes résiduelles), de pouvoir prédire le comportement mécanique du réservoir. Notre intérêt s'est donc porté sur les modélisations et les caractérisations permettant de décrire le comportement mécanique de la structure.

### **I.3 Modélisation et caractérisation de la structure réelle**

Dans cette partie, nous présenterons les moyens permettant, d'une part, de modéliser et, d'autre part, de caractériser physico-chimiquement et mécaniquement, le matériau et la structure. Ce dernier point permettra de déterminer, dans un premier temps, les outils envisageables pour la caractérisation des hétérogénéités dans le matériau et enfin, les dispositifs permettant de vérifier expérimentalement le comportement mécanique sous charge de la virole dans son épaisseur.

Comme une pyramide d'essai, l'idée est de caractériser, étape par étape, le matériau composite pour ensuite valider le comportement mécanique à l'échelle du réservoir. Ainsi, les résultats de modélisation pourraient être comparés à ceux d'un essai sur la virole.

#### **I.3.1 Modélisation du comportement mécanique d'un réservoir bobiné épais**

Nous souhaitons ici faire état des modèles pouvant intégrer, dans la détermination du comportement mécanique du tube épais, les hétérogénéités liées à son procédé de réalisation et à son épaisseur. Sur ce point, les modèles analytiques semblent tout à fait adaptés pour les raisons suivantes, principalement liées à la possible utilisation de cet outil dans le domaine industriel :

- Les coûts liés au développement et au temps de calcul (possibilité de faire de l'optimisation),
- L'accessibilité aux différents paramètres d'entrée (relatifs aux hétérogénéités).

Comme précisé dans la partie I.2.2.1, les hypothèses de la théorie des stratifiés, concernant principalement la dépendance des propriétés par rapport à seulement deux variables de l'espace, ne sont pas satisfaisantes pour décrire le composite épais constitutif du réservoir. Deux principaux types de modèles mécaniques plus complexes s'appuyant sur les équations classiques de la mécanique des milieux continus et prenant en compte un chargement mécanique de type pression interne peuvent alors être envisagés :

- Ceux basés sur la résolution d'une équation différentielle dans laquelle l'inconnue est le déplacement radial (lui-même fonction de la position dans l'épaisseur) [Odru et al, 1991; Kress, 1995; Wild et al, 1997; Xia et al, 2001; Jacquemin et al, 2004; Chapelle et al, 2006; Bakaiyan et al, 2009; Ansari et al, 2010],
- Ceux pour lesquels l'équation différentielle est écrite en fonction contrainte [Parnas et al, 2002; Callioglu et al, 2008].

La majorité des auteurs s'accordent sur la première définition qui adopte une représentation plus simple aussi bien en description qu'en résolution du problème. Ce type de modèle de base pourra alors être enrichi afin de :

- S'éloigner de la représentation idéalisée du matériau composite constitutif du réservoir à l'échelle de la couche,
- Intégrer la variabilité de ses propriétés suivant la position de la couche dans l'épaisseur de la structure.

En effet, le matériau de la structure réelle est très éloigné du composite idéalisé habituellement utilisé dans les modélisations : il ne s'agit pas d'un matériau unidirectionnel fin (sans contraintes résiduelles et homogène dans l'épaisseur) à fraction volumique de fibres constante et réalisé en autoclave (sans porosités). Il serait donc intéressant de pouvoir impacter, a posteriori, les propriétés du matériau de référence de sorte qu'elles soient représentatives, d'une part, du matériau réel et, d'autre part, de ses hétérogénéités. De nombreux auteurs ont travaillé, séparément, sur la prise en compte analytique de la variation suivant la position dans l'épaisseur de la structure :



- De l'épaisseurs des couches bobinées en fonction de la tension de mèche [**Kempner et al, 1995; Cohen, 1997; Mertiny et al, 2002**],
- Des propriétés mécaniques du matériau composite en fonction du taux volumique de porosités [**Wu et al, 1998; Madsen et al, 2003; Madsen et al, 2007; Olivier et al, 2007a; Madsen et al, 2009**] et du taux de conversion de la matrice [**White et al, 1992; Huang et al, 2000; Ruiz et al, 2005; Abou Msallem et al, 2010**],
- De l'état de contraintes résiduelles d'origine thermique [**Lee et al, 1990; White et al, 1992; Bakaiyan et al, 2009; Ansari et al, 2010**].

Nous reviendrons, plus en détails, sur la description et la résolution du modèle de base ainsi que des différents enrichissements pouvant lui être apportés, notamment le changement d'échelle nécessaire à la prise en compte de la variation de la teneur en fibres, dans le chapitre III.

Sachant qu'il est possible d'intégrer d'éventuelles hétérogénéités dans le modèle de comportement du réservoir et puisque notre travail de modélisation se veut représentatif du bobinage et de la cuisson, les deux parties suivantes présentent les outils qui sont proposés dans la littérature pour caractériser la structure complète (la virole épaisse).

### **1.3.2 Caractérisations physico-chimiques**

On entend par caractérisations physico-chimiques, l'étude du matériau fini à l'échelle de ses constituants, c'est-à-dire :

- Sa morphologie (épaisseur des couches),
- Sa composition (taux volumique de fibres et de porosités),
- Les propriétés mécaniques de ses constituants (la matrice).

L'épaisseur des couches est un paramètre facilement identifiable qui n'est donc pas détaillé dans cette partie. En revanche, les techniques de caractérisation de la fraction volumique de fibres et de porosités ainsi que des propriétés mécaniques de la résine ont fait l'objet d'une étude bibliographique spécifique.

### **I.3.2.1 Taux volumique de fibres et de porosités**

La méthode normalisée la plus utilisée de détermination du taux volumique de fibres et de porosités (type **NF EN 2564**) consiste en une dissolution chimique de la résine qui permet de récupérer les fibres seules. Elles sont alors pesées afin de calculer la fraction volumique de fibres et de porosités connaissant les densités des constituants et le volume de l'éprouvette analysée. Cette méthode présente l'inconvénient majeur de fournir des résultats moyennés sur toute l'épaisseur du matériau testé. Cann [**Cann et al, 2008**] a proposé de polir différents échantillons issus de la même plaque pour en isoler les couches une à une et réaliser ensuite une dissolution chimique de la résine couche par couche. Mais, cette technique se révèle fastidieuse dans le cas d'une structure de plusieurs dizaines de millimètres d'épaisseur.

La technique d'analyse non destructive par ultrasons se base sur la variation de l'atténuation des ondes ultrasonores suivant le matériau traversé. Elle fournit aussi des résultats globaux sur l'épaisseur de la pièce. De plus, les résultats obtenus par cette méthode contiennent les effets cumulés d'une variation du taux volumique de fibres et de porosités dans l'épaisseur [**Birt et al, 2004**]. Enfin, Olivier [**Olivier et al, 2007b**] a montré que seules les grosses porosités ont vraiment une influence sur l'atténuation du signal.

Ainsi, notre attention s'est portée sur la microtomographie et les techniques d'analyses d'images toutes deux susceptibles de fournir des informations sur d'éventuelles variations des fractions volumiques de fibres et de porosités dans l'épaisseur de la structure.

#### **I.3.2.1.1 Microtomographie**

La microtomographie est une technique d'analyse 3D de la structure interne d'un matériau. Les rayons X qu'elle émet permettent d'accéder au cœur de la matière pour en apprécier les variations d'absorptions radiologiques et les différences de compositions. Initialement utilisée dans le domaine médical, cette technique a rapidement été adaptée à la science des matériaux. Ainsi, si l'échantillon considéré est multiphasique et que chacun de ses constituants a une capacité à absorber les rayons X différente, il est possible d'extraire, par segmentation, une représentation de sa microstructure ou de sa morphologie. C'est une technique d'analyse non destructive qui est complémentaire de la microscopie 2D haute résolution [**Ledru, 2009; Landis et al, 2010**].

Cette technique est de plus en plus utilisée, notamment dans le domaine des composites. La détermination de la fraction volumique et d'un défaut d'alignement des fibres (par radiation synchrotron plus lumineuse) [Schell et al, 2006; Requena et al, 2009], l'identification qualitative et quantitative de poches de résine au cœur du matériau [Liotier et al, 2010] ou encore la cartographie des porosités [Schell et al, 2006; Landis et al, 2010] sont rendues possibles par cette technique.

Néanmoins, son inconvénient majeur est son coût puisque, malgré les faibles volumes analysés (de l'ordre de la dizaine de mm<sup>3</sup> au maximum), la taille des fichiers de données générés est très élevée et demande un temps de traitement et une capacité de calcul très importants.

#### ***1.3.2.1.2 Microscopie et analyse d'images***

Contrairement à la microtomographie, l'analyse d'images issues de microscopie est facilement accessible et largement utilisée dans l'étude de la teneur en fibres [Radford, 1993; Yang et al, 1994; Radford, 1995; Yurgartis, 1995; Gajdosík et al, 2006; Blanc, 2007; Cann et al, 2008] et en porosités [Santulli et al, 2002; Kite et al, 2008; Ledru, 2009; Paciornik et al, 2009] des composites. Elle comporte trois étapes clé qui sont :

- La sélection des zones d'intérêt,
- L'acquisition des images,
- Les mesures et l'interprétation des résultats.

##### ***1.3.2.1.2.1 Hypothèses majeures de ce type d'analyse***

De manière générale, l'analyse d'images consiste à extraire l'information contenue dans une image. Elle conduit soit à une évaluation quantitative, soit à une reconnaissance de formes [Souchier, 1998]. Cette analyse est dite locale lorsque l'image étudiée ne représente qu'une partie de la structure, coupée par la fenêtre de mesure. Dans ce cas, il faut veiller à ce que les principes de la stéréologie soient respectés lors de la sélection des zones d'intérêt.

La stéréologie rassemble des méthodes mathématiques permettant de calculer des données tridimensionnelles à partir de mesures réalisées sur un nombre limité de coupes bidimensionnelles [Souchier, 1998]. Appliquées aux composites, la base de ces méthodes est que les porosités et les fibres sont des *caractéristiques volumiques*. Elles sont observées à l'aide de micrographies, c'est-à-dire d'*indicateurs plans*. Elles sont donc représentées par des *événements plans* correspondant à l'intersection entre le volume tridimensionnel et le plan de l'image [Ledru, 2009].

L'exactitude des résultats obtenus reposent donc sur l'hypothèse majeure que l'échantillonnage choisi pour représenter la structure est I.U.R. (Isotrop, Uniform and Random), ce qui signifie que [Ledru, 2009] :

- Toutes les parties de la structure doivent être également représentées (Uniform),
- Les surfaces analysées ne doivent pas être choisies dans le but de biaiser les détections d'évènements (Random),
- Toutes les directions privilégiées de l'échantillon doivent être représentées (Isotrop).

Le premier point peut être attribué à l'exploitation de toute l'épaisseur de la structure et pas seulement une portion de celle-ci. Le deuxième point consiste à ne pas choisir de zones qui contiendraient plus ou moins de fibres ou de porosités. Enfin, le dernier point est relatif aux plans d'observation. On sait que les fibres sont continues et qu'elles ont des orientations particulières, toutes contenues dans un plan dans notre cas. Par contre, cette morphologie est plus difficile à connaître a priori dans le cas des porosités. A notre connaissance, elle n'est traitée par aucun auteur alors que tous font, implicitement, l'hypothèse d'un échantillonnage I.U.R.

Enfin, la texture du matériau et notamment son organisation aléatoire de motifs élémentaires permet de déterminer la taille minimale des sous-échantillons à observer pour représenter de manière fiable l'échantillon. Ainsi, Blanc [Blanc, 2007] a montré que la surface observée doit être égale à 100 fois la surface des motifs élémentaires.

### **I.3.2.1.2.2 Préparation de surfaces et acquisition des images**

Pour observer et analyser un échantillon, il est d'abord nécessaire de le tronçonner suivant un plan de coupe adéquat. En effet, alors que certains auteurs présentent comme condition sine qua non que l'orientation des fibres soit perpendiculaire à la surface de coupe [Gajdosík et al, 2006; Cann et al, 2008], d'autres préfèrent utiliser un angle de coupe permettant d'analyser toutes les couches à partir d'une unique section [Radford, 1995; Yurgartis, 1995; Blanc, 2007; Ledru, 2009]. Dans le premier cas, le faciès des fibres coupées est circulaire de diamètre égal à celui des fibres. Dans le deuxième cas, les fibres apparaissent alors majoritairement elliptiques à l'exception de celles coupées selon la direction transverse qui sont circulaires. A partir d'un calcul surfacique théorique simple (cf. **annexe 1**), on peut clairement identifier que ce constat géométrique n'affecte pas les valeurs de fractions volumiques calculées. Un angle maximal de 60° est pourtant recommandé entre le plan de coupe et l'orientation des fibres en proposant, par exemple, une coupe à 45° pour un stratifié [0°/90°] de façon à pouvoir évaluer la fraction volumique de fibres dans l'ensemble des plis en une seule observation [CMH-17-1F, 2002].

Les échantillons ainsi découpés avec un disque diamant sont ensuite enrobés dans de la résine époxy pour ensuite être polis avec beaucoup de soin. Ils sont alors observés, par l'ensemble des auteurs, au microscope optique. En effet, le microscope électronique à balayage n'est pas un bon candidat pour ce type d'analyse puisque son grossissement minimal (x50) est déjà très élevé et impliquerait de prendre un très grand nombre d'images. De plus, pour les échantillons peu conducteurs comme notre composite à résine polymère, il est nécessaire de déposer une fine couche d'or sur la surface de l'échantillon à observer. Le choix du grossissement est effectivement très important puisqu'il conditionne le nombre de prises de vue pour représenter la scène et également la qualité de définition des images. Cette dernière varie beaucoup d'un auteur à l'autre, de 0.69 à 4.9µm/pixel.

Le contraste sur une image au microscope optique dépend de la capacité des différents constituants de l'échantillon à réfléchir avec plus ou moins d'intensité la lumière. Ainsi, dans le cas d'un composite à fibres de carbone et à matrice polymère, les fibres apparaissent plus claires que la matrice et la matrice, à son tour, plus claire que les porosités. Sachant que les niveaux de gris de chaque pixel de l'image varient de 0 (pour la couleur noire) à 255 (pour la couleur blanche), les fibres correspondent donc aux pixels de niveaux élevés, la matrice aux pixels de niveaux intermédiaires et les porosités aux pixels de bas niveaux.

### I.3.2.1.2.3 Méthodes de mesure du taux volumique de porosités

En ce qui concerne la détermination du taux de porosités, l'ensemble des auteurs [Santulli et al, 2002; Kite et al, 2008; Ledru, 2009; Paciornik et al, 2009] s'accorde sur l'utilisation de la méthode seuil. Celle-ci consiste à fixer un niveau de gris en-dessous duquel les points de l'image correspondant sont constitutifs des porosités (cf. figure I-23 sur laquelle les pixels répondant au critère apparaissent en vert). Cette valeur est appelée seuil.

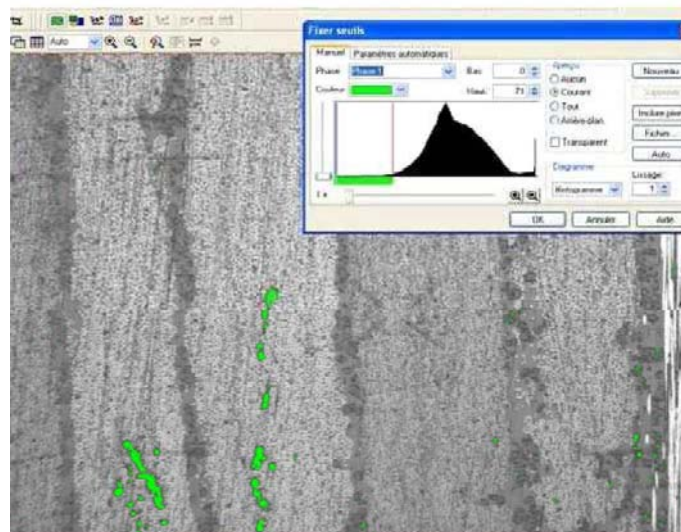


figure I-23 : Exemple de seuillage manuel pour déterminer le taux de porosités [Ledru, 2009]

Le facteur humain a un fort impact sur les résultats obtenus puisque la valeur seuil est choisie visuellement par l'opérateur [Kite et al, 2008; Ledru, 2009]. De plus, même si l'étape de préparation de la surface a été particulièrement soignée, les pixels de certaines fibres cassées lors du polissage pourront être comptabilisés comme porosités. Pour limiter cet artefact, une opération de filtrage de l'image à partir d'un critère de taille minimale des porosités est systématiquement appliquée [Santulli et al, 2002; Ledru, 2009; Paciornik et al, 2009]. Ainsi, seuls les regroupements de pixels d'une surface supérieure à ce critère seront utilisés dans le calcul du taux surfacique et, par extrapolation, volumique de porosités.

La fraction volumique de porosités  $F_v(\text{porosités})$  dépend de la surface de l'image représentant les porosités  $S_{\text{porosités}}$  et de celle de l'image  $S_{\text{totale}}$ . Par extension, le taux volumique de porosités se calcule donc à partir du nombre de pixels de l'image correspondant aux porosités  $Nb_{\text{pixels}}^{\text{porosités}}$  par rapport à celui de l'image entière  $Nb_{\text{pixels}}^{\text{image}}$  grâce à la formule suivante.

$$F_v(\text{porosités}) = \frac{S_{\text{porosités}}}{S_{\text{totale}}} \times 100 = \frac{Nb_{\text{pixels}}^{\text{porosités}}}{Nb_{\text{pixels}}^{\text{image}}} \times 100 \quad (\text{I.4})$$

#### I.3.2.1.2.4 Méthodes de mesure de la fraction volumique de fibres

Une méthode tout à fait similaire est utilisée pour la détermination du taux de fibres mais considérant un seuil au-dessus duquel tous les pixels sont représentatifs des fibres [Radford, 1993; Yang et al, 1994; Radford, 1995; Cann et al, 2008].

Une autre méthode consiste à effectuer une segmentation qui permet d'identifier les éléments d'intérêt (les fibres dans ce cas) et de mettre en place une reconnaissance de formes. Pour certains, ces formes seront circulaires [Gajdosík et al, 2006; Cann et al, 2008] dans le cas d'un plan de coupe transverse et pour d'autres, elles seront elliptiques [Yang et al, 1994; Yurgartis, 1995; Blanc, 2007] dans le cas d'une coupe biaisée. Yang [Yang et al, 1994] et Blanc [Blanc, 2007] utilise également cette reconnaissance d'ellipses pour déterminer l'orientation et les défauts d'orientations des fibres les unes par rapport aux autres dans une même couche.

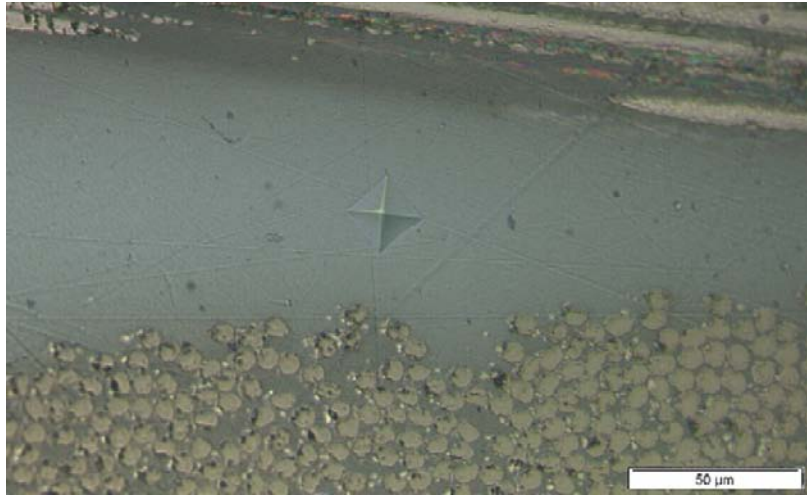
Cann [Cann et al, 2008] et Yang [Yang et al, 1994] ont comparé ces deux méthodes de détermination du taux volumique de fibres. Les deux auteurs s'accordent pour conclure que la méthode par segmentation est moins sensible à la qualité du polissage et qu'elle nécessite une résolution moins importante que le seuillage pour donner des résultats de précision équivalente. Néanmoins, cette méthode est plus complexe en termes de programmation, elle pose également des questions sur la pertinence du comptage des éléments sur les bords de l'image [Gajdosik et al, 2006] et enfin, elle utilise un diamètre moyen de fibres pour le calcul de la fraction volumique.

### **I.3.2.2 Variation des propriétés mécaniques de la matrice dans l'épaisseur**

Peu de chercheurs se sont intéressés à l'étude des propriétés mécaniques de la résine d'un composite à matrice polymère in situ. La méthode utilisée est l'indentation : soit la micro-indentation [Parlevliet et al, 2008] soit la nano-indentation [Bai, 2002; Gregory et al, 2005]. Les différences majeures entre ces deux échelles reposent sur la charge appliquée (plus faible en nano-indentation) et le traitement de l'essai (visuel pour la micro-indentation et assisté par ordinateur pour la nano-indentation). L'indentation de la résine permet de déterminer directement sa dureté et par traitement, son module élastique. L'ensemble des auteurs [Bai, 2002; Gregory et al, 2005; Parlevliet et al, 2008] s'accordent à dire que les erreurs commises lors de cette caractérisation sont majoritairement liées à la présence des fibres à proximité lors de l'indentation.

A notre connaissance, seule Parlevliet [Parlevliet et al, 2008] a choisi d'étudier la variation des propriétés mécanique de la résine (thermoplastique dans son cas) pour connaître l'effet de la vitesse de refroidissement sur sa cristallinité. Elle a montré que la micro-indentation des poches de résine aux interfaces entre couches (cf. figure I-24) permettait de retrouver une variation de dureté parabolique pour une cristallinité au profil parabolique.





*figure I-24 : Micro-indentation Vickers avec une charge de 10g à l'interface entre deux couches sur un composite à matrice thermoplastique [Parlevliet et al, 2008]*

### **I.3.2.3 Conclusions sur les techniques de caractérisation physico-chimiques**

L'analyse d'images semble être une méthode satisfaisante dans la détermination du taux volumique de fibres. Son utilisation dans la détermination du taux volumique de porosités semble plus délicate du fait des hypothèses majeures sur leur morphologie lors du choix du plan de coupe.

La microtomographie permet d'obtenir une cartographie 3D de la structure réelle. Son coût est actuellement le principal frein à son utilisation. Néanmoins, celui-ci dépend également de la résolution du microtomographe. Ainsi, alors que l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) de Grenoble permet de distinguer les fibres de la matrice, les microtomographes de laboratoire, plus abordables, se limitent à la différenciation des porosités par rapport au reste de la matière.

Globalement, ces deux méthodes semblent complémentaires dans l'étude volumique de la teneur en fibres et en porosités du matériau. Elles peuvent être comparées à l'essai normalisé de dissolution chimique puisque ce dernier donne rapidement des informations globales sur la structure.

En ce qui concerne les propriétés mécaniques de la matrice, l'indentation à petite échelle (micro ou nano) semble être le seul moyen permettant de caractériser localement la résine au sein de la structure et ainsi d'identifier une éventuelle variation suivant sa position dans l'épaisseur. Il est néanmoins nécessaire de prendre des précautions lors du choix des zones indentées puisque les résultats sont sensibles à la présence des fibres.

### I.3.3 Caractérisations mécaniques

Cette partie a pour but de présenter un état de l'art des essais mécaniques représentatifs à l'échelle de la structure. Il s'agit donc de faire un bilan de l'ensemble des moyens disponibles pour caractériser les structures tubulaires (représentatives du procédé d'enroulement filamentaire), les matériaux composites épais et les tubes épais représentant simultanément les deux cas précédents.

#### I.3.3.1 Essais sur tubes bobinés

Les essais référencés dans cette partie sont à la fois représentatifs de la géométrie tubulaire et du procédé d'enroulement filamentaire avec un empilement simple permettant la caractérisation des propriétés mécaniques du matériau. Ils se différencient par la taille des échantillons à tester (tubes longs ou anneaux) et par le type de sollicitation (traction axiale, traction circonférentielle, pression interne pure et pression interne avec effet des fonds).

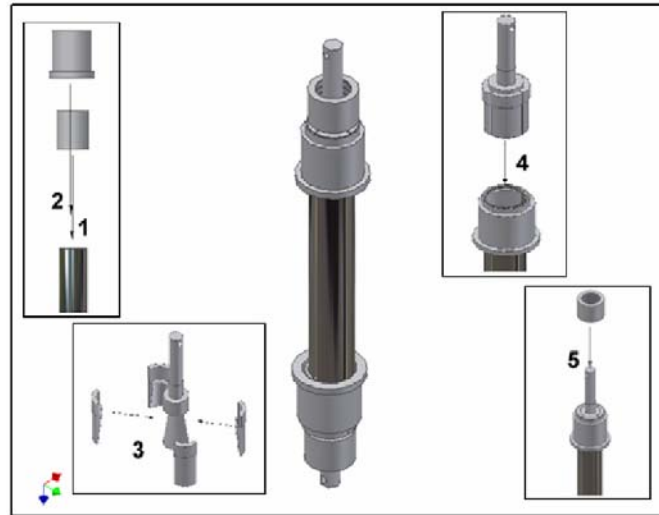
Dans cette étude, l'essai d'éclatement d'un réservoir tel que décrit dans la norme [D1599, 2005] n'est pas présenté puisque notre travail se limite à la partie cylindrique du réservoir, sans les fonds. Ainsi, les structures utilisées dans les essais sont issues de la virole et il sera donc relativement difficile de reproduire l'effet de la pression appliquée sur les fonds (c'est-à-dire un chargement de traction axiale).

L'essai sur tube qui se rapproche le plus de l'essai d'éclatement d'un réservoir est présenté sur la figure I-25 et correspond à un perfectionnement de la méthode A de la norme [NF-EN-1394, 1996]. Le tube d'un diamètre de 100mm et d'une longueur d'au moins 400mm est mis sous pression interne par eau. Le perfectionnement proposé par l'auteur porte sur la géométrie aux deux extrémités du tube qui est modifiée pour permettre l'introduction d'un dispositif d'étanchéité appliquant un effet des fonds artificiel.



*figure I-25 : Dispositif de mise sous pression interne d'un tube avec introduction d'un effet des fonds artificiel [Onder et al, 2009]*

Toujours sur tube, la méthode B de la norme [NF-EN-1393, 1996] propose de caractériser ses propriétés en traction axiale. Le dispositif d'essai ne nécessite pas de modification géométrique du tube mais utilise un système de préhension complexe des extrémités comme le montre la figure I-26.



*figure I-26 : Dispositif de traction longitudinale d'un tube [Erdiller, 2004]*

Le coût d'un tube en composite à fibres de carbone étant élevé, d'autres auteurs se sont penchés sur la mise au point d'essai sur des portions de tube ou anneaux. Un essai à deux-demi disques normalisé [NF-EN-1394, 1996] permet de soumettre des anneaux composites à de la traction circonférentielle. Le principe de cet essai est présenté sur la figure I-27 : un anneau ayant une zone de section réduite est chargé grâce au déplacement vertical opposé des deux demi-disques.

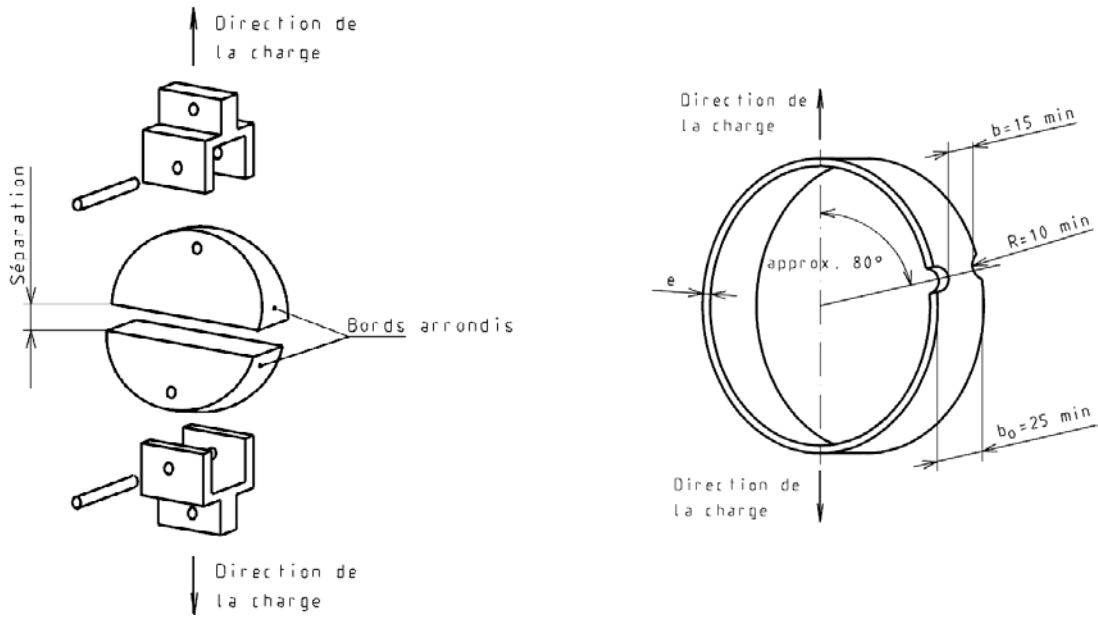


figure I-27 : Montage et anneau utilisés pour l'essai à deux demi-disques [NF-EN-1394, 1996]

Cet essai ne permet pas d'avoir un champ de contrainte circonférentielle uniforme [Walsh et al, 2008; Laiarinandrasana et al, 2011] puisque de la flexion apparaît dans l'anneau et génère un chargement non uniaxial (apparition de contraintes radiales et longitudinales). Certains auteurs dont les travaux sont synthétisés dans [Tarnopol'skii et al, 1985] ont montré qu'une augmentation du nombre de secteurs utilisés pour charger l'anneau entraînait une uniformisation de l'état de contraintes. Ainsi, Walsh [Walsh et al, 2008] a choisi d'utiliser quatre quarts de disque à la place des deux demi-disques (cf. figure I-28).

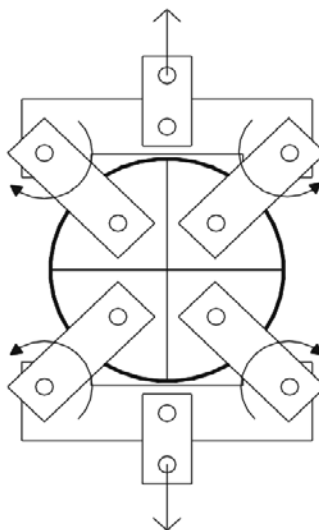


figure I-28 : Montage pour l'essai avec des quarts de disques [Walsh et al, 2008]

Une série d'essais comparatifs entre les deux précédents montages a montré que les quarts de disques n'apportaient pas d'amélioration significative du fait de la rotation non uniforme des portions de disque.

Enfin, notre attention s'est plus particulièrement portée sur des dispositifs d'essais de mise sous pression interne d'anneaux, correspondant à la sollicitation en service de notre réservoir. Deux auteurs [Cohen et al, 1995; Cain et al, 2009] ont présenté des montages relativement similaires. Leur principe commun est que l'anneau composite est chargé à partir du déplacement radial d'un élément qui vient épouser son rayon interne et qui est lui-même contraint verticalement entre deux plateaux. Comme le montre la figure I-29 dans le cas du dispositif de Cain, c'est le déplacement radial d'un anneau intermédiaire en téflon généré par un fluide hydraulique qui entraîne la mise sous pression interne de l'anneau composite. Dans le cas de Cohen, l'anneau intermédiaire est remplacé par une vessie en élastomère directement mise sous pression par fluide.

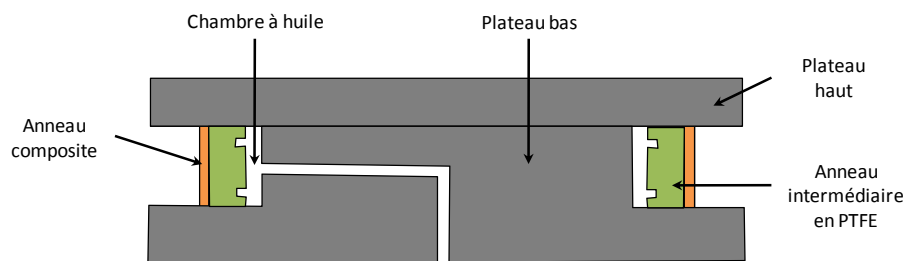


figure I-29 : Dispositif de mise sous pression interne d'un anneau d'après [Cain et al, 2009]

Les deux montages que nous venons de décrire présentent l'avantage de générer un champ de pression interne uniforme sur la circonférence de l'anneau composite. Néanmoins, ils sont relativement complexes à mettre en œuvre : d'une part, pour assurer l'étanchéité du système et d'autre part, pour reproduire des pressions très élevées à partir de systèmes hydrauliques.

### I.3.3.2 Essais sur composite épais

Les essais présentés dans cette partie sont uniquement représentatifs de l'épaisseur du matériau composite et permettent de caractériser les propriétés mécaniques hors-plan du matériau. En effet, classiquement l'hypothèse d'isotropie transverse est utilisée pour décrire le comportement mécanique hors-plan des matériaux composites [Berthelot, 2005], c'est-à-dire que les propriétés hors-plan sont supposées égales aux propriétés transverses. Pourtant, de

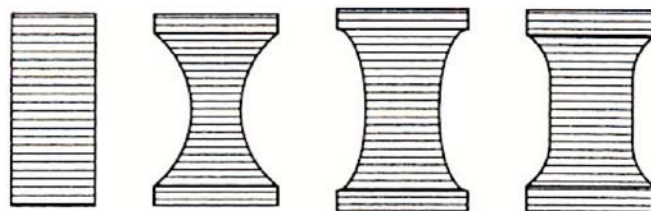
nombreux auteurs [Ferguson et al, 1998; Lodeiro et al, 1999; Mespoulet et al, 2000; Broughton, 2001; Abot et al, 2004; Shaw et al, 2004; Daniel et al, 2008] ont souhaité vérifier expérimentalement cette hypothèse.

En effet, les interfaces entre couches sont souvent plus riches en résine et sont donc susceptibles d'avoir un comportement différent de celui dans la direction transverse pour laquelle les fibres sont plus régulièrement ordonnées. Ce type de caractérisation semble d'autant plus intéressant que nous avons montré que des sur-cuissons et des gradients de conversion pouvaient induire une modification des propriétés mécanique dans l'épaisseur.

Les auteurs ont donc cherché à caractériser expérimentalement le module élastique et la résistance dans la direction hors-plan des matériaux composite épais. Pour ce faire, on distingue deux méthodes :

- Directe, c'est-à-dire que l'échantillon est chargé par l'intermédiaire de talons ou de mors,
- Indirecte, c'est-à-dire en appliquant des moments de flexion dans des échantillons suffisamment courbés.

Les méthodes indirectes ont tendance à produire une rupture soit en mode mixte traction/cisaillement, soit en cisaillement au niveau des points d'application de la charge [Lodeiro et al, 1999; Broughton, 2001]. Ainsi, les méthodes directes, utilisables en traction comme en compression, sont privilégiées par l'ensemble des auteurs mais avec des géométries d'éprouvettes différentes représentées sur la figure I-30.



*figure I-30 : Géométries d'éprouvettes hors-plan respectivement parallélépipédique, à profil circulaire, à profil elliptique et RARDE [Broughton, 2001]*

Comme le montre le tableau I-3, les éprouvettes parallélépipédiques et à profil circulaire [Lodeiro et al, 1999] sont complémentaires puisqu'elles permettent d'avoir accès respectivement au module et à la résistance hors-plan. Le profil RARDE [Ferguson et al,

1998; Lodeiro et al, 1999; Broughton, 2001; Shaw et al, 2004] est le plus complexe à usiner mais présente quatre faces planes qui peuvent être instrumentées. Le profil elliptique [Mespoulet et al, 2000; Abot et al, 2004; Daniel et al, 2008] représente quant à lui une géométrie intermédiaire entre le circulaire et le RARDE permettant la mesure des déformations sur ses faces (contrairement à l'éprouvette circulaire).

Géométrie d'éprouvette	Propriétés mécaniques accessibles
Parallélépipédique	Module hors-plan
A profil circulaire	Résistance hors-plan
A profil elliptique	Module et résistance hors-plan
RARDE	Module et résistance hors-plan

tableau I-3 : Propriétés hors-plan accessibles en fonction de la géométrie d'éprouvette

### 1.3.3.3 Essais spécifiques aux tubes bobinés et épais

Les essais présentés dans cette partie sont applicables à des structures bobinées et épaisses. On distinguera deux types d'essais dans cette partie : ceux relatifs à la mesure des contraintes résiduelles (procédé et cuisson) et ceux permettant de suivre le comportement global d'une structure composite sous charge.

#### 1.3.3.3.1 Mesure de l'état de contraintes résiduelles

Il existe trois types de mesures de l'état de contraintes résiduelles [Parlevliet et al, 2007] :

- Les méthodes intrusives, consistant à placer des éléments dans la structure lors de sa réalisation,
- Les méthodes non destructives qui permettent, après cuisson de la pièce, de connaître les déformations résiduelles planes et hors-plan,
- Les méthodes destructives utilisant la relaxation des déformations résiduelles après découpe ou perçage de la structure.

Les mesures non destructives ne sont pas applicables dans le cas de structures épaisses. En effet, celles basées sur de l'interférométrie de Moiré [Ifju et al, 2000] consistent,

au cours du refroidissement de la pièce, à mesurer en surface (et non dans l'épaisseur) l'état de déformations résiduelles. De plus, l'autre méthode correspondant à la mesure de la courbure [Cowley et al, 1997; Palerosi et al, 2007] n'est adaptée qu'aux pièces de type plaque non symétriques pour lesquels l'état de contraintes résiduelles conduit à un gauchissement des pièces.

Parmi les méthodes intrusives, on retrouve :

- L'introduction de particules métalliques dans la résine (en tant que traceur) qui n'est pas envisageable dans notre cas puisqu'il s'agit de modifier, sur la structure entière, les propriétés de la matrice et donc du composite.
- Le placement de capteurs de déformations qui donne une représentation locale de l'état de déformation dans la structure après cuisson. Il peut s'agir de jauges classiques qui sont sensibles aux températures élevées de cuisson [Crasto et al, 2002] ou de fibres optiques (interféromètre de Fabry-Perot et réseau de Bragg) [Mulle et al, 2007; Mulle et al, 2009a; Mulle et al, 2009b].

Enfin, les méthodes destructives permettent de mesurer la relaxation des déformations résiduelles en enlevant une partie de la structure. L'état de déformation avant et après relaxation permet d'avoir accès aux contraintes résiduelles initialement présentes dans la structure. Deux techniques pourraient être utilisées dans le cas de tubes bobinés en composite épais : la découpe radiale d'une portion d'anneau [Ha et al, 2003; Ha et al, 2005; Casari et al, 2006] et le perçage du matériau dans son épaisseur [Bateman et al, 2005].

La méthode consistant à mesurer les déformations après découpe radiale d'une portion d'anneau (cf. figure I-31) est basée sur la relaxation des contraintes circonférentielles. Elle est utilisée sur des tubes épais ayant un seul angle d'enroulement. En effet, même avec une instrumentation par jauges dense comme celle présentée sur les anneaux de la figure I-31 (7 jauges dans l'épaisseur sur 5 rayons), la mesure des déformations est moyennée sur la longueur de la jauge. Dans le cas d'un anneau présentant une stratification complexe, ces mesures permettent d'évaluer l'état de déformation à l'échelle de la structure mais ne donnent pas d'information pli par pli.



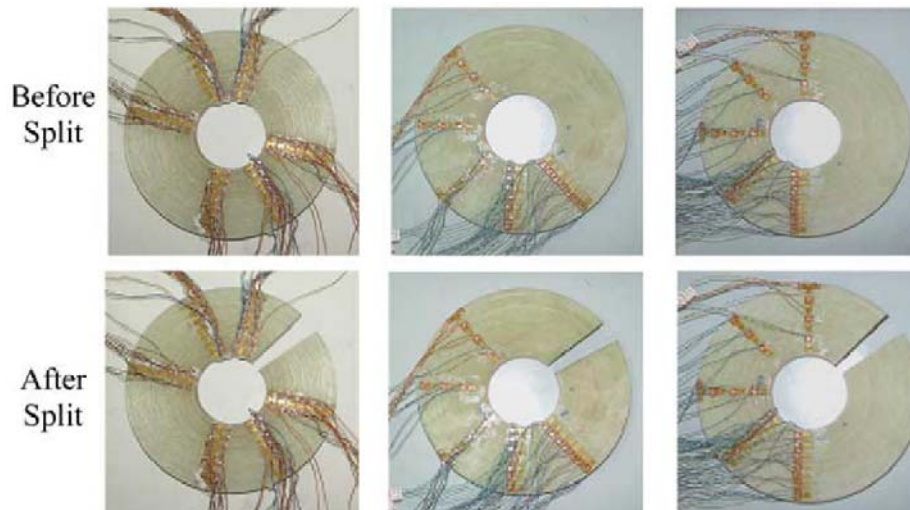


figure I-31 : Anneau en composite verre/époxy avant et après découpe radiale [Ha et al, 2005]

La méthode par perçage [Bateman et al, 2005] consiste à percer un trou à diamètre fixé par le foret dans le matériau composite (cf. figure I-32) et d'en mesurer le diamètre réel suivant la position dans l'épaisseur. Il est alors possible à partir de modèles numériques d'attribuer ces variations de diamètre à l'état de contraintes résiduelles (cf. figure I-33).

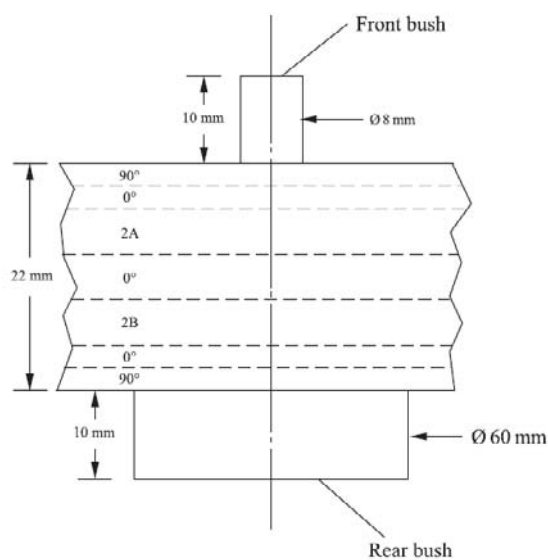


figure I-32 : Dispositif de perçage dans une plaque composite épaisse [Bateman et al, 2005]

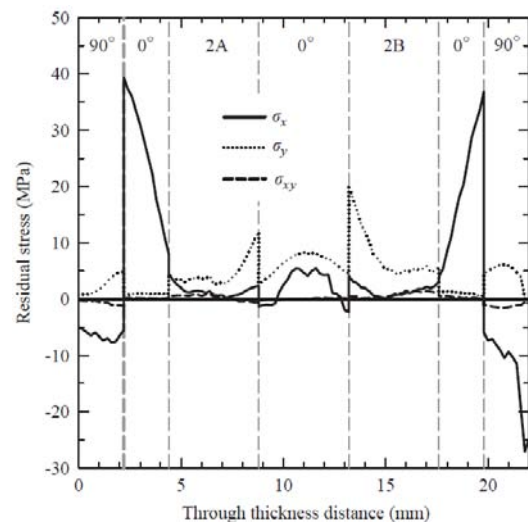


figure I-33 : Champ de contraintes résiduelles dans l'épaisseur du composite épais percé [Bateman et al, 2005]

Les méthodes de mesure des contraintes résiduelles dans un tube épais ayant une stratification complexe (capteurs de déformation dans l'épaisseur ou perçage du composite) sont, de manière générale, lourdes en termes de techniques mises en œuvre et/ou de matériels nécessaires. Retenons également que les auteurs ont remarqué que **les résultats obtenus par l'ensemble des méthodes de mesure des contraintes résiduelles présentées dans cette partie sont globalement en accord avec les contraintes d'origine thermique calculées à partir de la différence de dilatation des plis** (prenant en compte la stratification et la différence entre la température de service et de polymérisation).

### ***1.3.3.2 Comportement mécanique global***

Classiquement, les essais de caractérisation proposent d'imposer sur une éprouvette, ayant une géométrie standardisée, une sollicitation unidirectionnelle afin de déterminer des propriétés intrinsèques du matériau composite dans une, voire deux directions imposées par le placement des jauges de déformation. Certains auteurs ont choisi de suivre un raisonnement relativement différent : ils ont préféré conserver la géométrie globale et le mode de réalisation de leur structure réelle, de la solliciter avec un chargement complexe (cisaillement d'une plaque épaisse avec un montage de type Iosipescu [Pierron et al, 2000], traction/torsion/pression externe d'un tube [Crouzeix et al, 2009] ou encore compression d'un anneau [Moulart et al, 2006]) et de suivre son comportement mécanique à partir d'observations optiques et plus précisément de corrélation d'images.

L'intérêt commun à ses essais sur structures réelles réside dans la mise en évidence des hétérogénéités, dans le comportement mécanique, liées à des variations de propriétés physiques. A titre d'exemple, Crouzeix [Crouzeix et al, 2009] a fait le lien entre les propriétés mécaniques locales et le motif de tissage comme le montre la figure I-34.

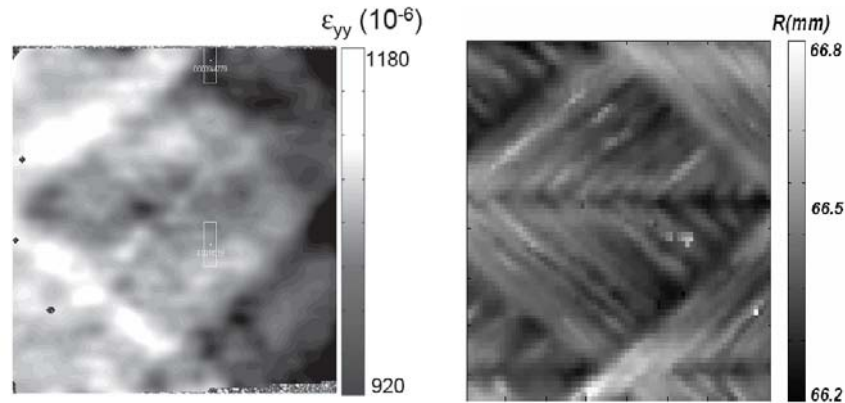


figure I-34 : Champ de déformation axiale mesuré lors d'un essai de traction/flexion comparé au motif local de bobinage du composite [Crouzeix et al, 2009]

De plus, l'étude du comportement mécanique d'un anneau bobiné épais sollicité en compression [Moulart et al, 2006] (cf. figure I-35) a permis de mettre en évidence des champs de déplacements non homogènes (cf. figure I-36) principalement liés, dans ce cas, à l'application d'un champ de contraintes non uniforme sur la circonférence de l'anneau.

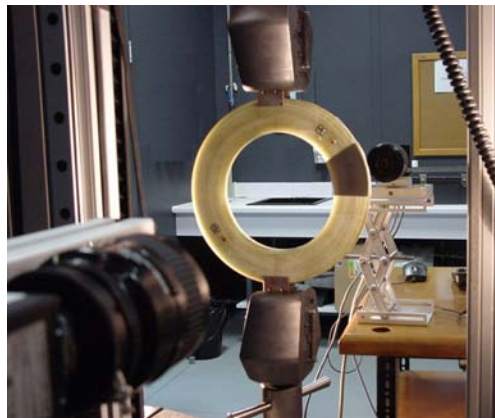


figure I-35 : Essai de compression sur un anneau composite verre/époxy suivi par corrélation d'images [Moulart et al, 2006]

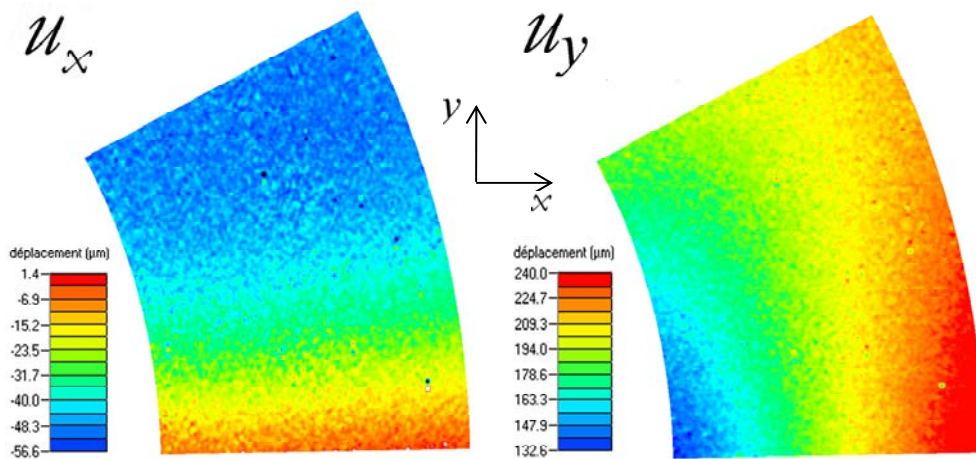


figure I-36 : Champs de déplacements mesurés par corrélation d'images sur l'essai de compression d'un anneau épais [Moulart et al, 2006]

La suite de cette partie précise la technique de mesure ainsi que les post-traitements utilisés pour ces différents essais.

### I.3.3.2.1 Principe de la corrélation d'images

La technique de corrélation d'images [Brémand et al, 2011] consiste à mettre en correspondance deux images numériques de la vue de la surface plane d'un objet, à deux états distincts de déformation, un état dit « de référence » (instant 1) et un état dit « déformé » (instant 2).

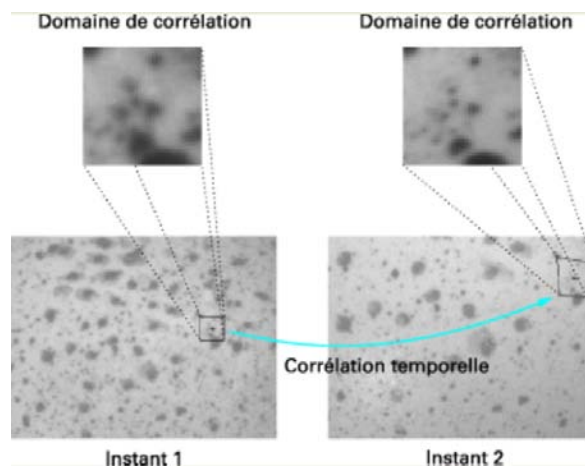


figure I-37 : Exemple d'images et de sous-domaine utilisés pour la corrélation [Brémand et al, 2011]

Comme le montre la figure I-37, la correspondance s'effectue sur des sous-domaines des images formant une grille virtuelle de points de mesure. Elle a pour objet, pour chaque sous-domaine de l'image initiale, de retrouver la position de son homologue dans l'image déformée en évaluant la ressemblance des niveaux de gris de chaque sous-domaine. Ainsi, pour chaque sous-domaine, la procédure de corrélation fournit les coordonnées du déplacement de son centre, représentant son mouvement entre les deux images. L'ensemble de ces valeurs pour tous les domaines forme le champ discret de déplacement de la matière à partir duquel on peut déterminer les déformations par dérivation numérique.

Pour mener à bien cette procédure, il est nécessaire de disposer d'un motif sur chaque domaine présentant des variations spatiales de niveaux de gris dans les images. En général, ce motif situé sur la surface de l'échantillon est apporté artificiellement : il peut s'agir soit d'une grille régulière de traits (obtenue par marquage, lithographie ou gravure), soit d'un mouchetis aléatoire réalisé par projection d'une peinture à l'aide d'un spray ou d'un aérographe.

La corrélation d'images présente deux inconvénients principaux : d'une part, elle ne permet de mesurer que des déformations planes et d'autre part, d'un point de vue expérimental, elle nécessite que le plan de déformations et le plan image de la caméra soient parallèles et le restent pendant l'essai, ce qui est difficile à garantir. La technique de stéréo-corrélation d'images, basée sur le principe de triangulation de deux images (en déterminant le correspondant d'un pixel de la première image dans la seconde et en calculant l'intersection des deux droites projectives), peut éventuellement lui être préférée dans le cas d'un champ de déformations 3D.

#### **I.3.3.3.2 Application de la corrélation d'images à la mesure de propriétés mécaniques**

La richesse de la corrélation d'images dans l'étude des propriétés mécaniques d'une structure complexe repose sur la caractérisation de plusieurs propriétés en un seul essai. En effet, à partir des observations optiques, toutes les propriétés ayant une influence sur le comportement mécanique dans le plan d'observation peuvent potentiellement être déterminées à partir d'une identification inverse. Celle-ci consiste à calculer, à partir du comportement mécanique à l'échelle macro de la structure testée, les propriétés à l'échelle méso du matériau composite.

Trois différentes méthodes d'identification inverse des propriétés mécaniques peuvent être utilisées [Avril et al, 2008] :

- Le recalage par éléments finis [Le Magorou et al, 2002; 2003; Molimard et al, 2005],
- L'écart à l'équilibre [Claire et al, 2004; Crouzeix et al, 2009; Périé et al, 2009],
- Les champs virtuels [Grédiac et al, 1999; Pierron et al, 2000; Grédiac et al, 2002].

Les méthodes de recalage par éléments finis et de l'écart à l'équilibre consistent toutes deux à modéliser l'essai réel par éléments finis avec un maillage ayant la même résolution spatiale que les données expérimentales d'observation optique.

Pour la méthode de recalage, les déformations et les déplacements sont simulés et une fonction coût définie par la relation suivante est minimisée en chaque point du maillage :

$$J = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^n \left( ue_i - u_i(C_{ij}) \right)^2 \quad (I.5)$$

avec  $ue_i$  correspondant au déplacement mesuré au nœud  $i$  et  $u_i$  au déplacement calculé au nœud  $i$  à partir d'une rigidité  $C_{ij}$

Le principal inconvénient de cette méthode est donc son caractère itératif.

Pour la méthode de l'écart à l'équilibre, les déplacements aux nœuds sont les entrées alors que les propriétés matériau sont les inconnues. Ainsi, on considère des éléments quadratiques carrés pour lesquels chaque nœud correspond à un point de mesure. Trois écritures de l'équilibre sont alors utilisées :

- Saut de contrainte normale nul entre deux éléments,
- Equilibre d'un élément interne au sein de la structure,
- Equilibre d'un nœud interne liant quatre éléments adjacents.

Le système ainsi formé est résolu en recherchant des contrastes par rapport à des rigidités de référence.

Enfin, la méthode des champs virtuels se base sur une description analytique : il faut définir autant de champs virtuels (basés sur le Principe des Travaux Virtuels, noté PTV) que de constantes indépendantes (loi de comportement élastique, non linéaires ou des gradients de propriétés). Il est donc nécessaire d'écrire le PTV appliqué aux différentes sollicitations de l'échantillon pendant l'essai. Il y a donc dissociation de certaines propriétés qui seront ainsi plus faciles à identifier. Le système linéaire global regroupant l'expression des constantes en fonction des champs peut alors être défini de la manière suivante (où  $K$  correspond au nombre de constantes à identifier,  $A$  est une matrice carré de taille  $K$  dépendant des déplacements expérimentaux, les composantes du vecteur  $P$  dépendent des sollicitations mécaniques appliquées à l'échantillon et  $B$  est un vecteur regroupant les  $K$  constantes) :

$$A \cdot \begin{pmatrix} P_1 \\ P_2 \\ \vdots \\ P_{K-1} \\ P_K \end{pmatrix} = B \quad (\text{I.6})$$

L'inversion de ce système permet ensuite une identification des propriétés mécaniques. Le principal inconvénient de cette méthode est qu'il peut être difficile d'écrire tous les champs nécessaires à l'identification puisqu'il faut que chaque champ puisse éliminer au moins une constante (la matrice  $A$  doit avoir sur chacune de ses lignes une composante nulle).

Une difficulté commune à l'ensemble de ces méthodes est l'identification de propriétés ayant peu d'impact sur le comportement de l'échantillon comme par exemple, le coefficient de Poisson, qui est très sensible au bruit de mesure lors des observations optiques.

#### **I.3.3.2.3 Conclusion sur l'intérêt de la corrélation d'images dans le suivi d'essais mécaniques sur structure complexe**

La corrélation d'images permet une analyse multi-échelle particulièrement intéressante dans le cas d'essai sur des matériaux hétérogènes. En effet, cette technique permet notamment d'avoir accès à des variations spatiales des déplacements et donc, des déformations sur l'ensemble de la surface observée au cours de l'essai. De plus, elle est peu coûteuse, non intrusive et sans contact.

L'ensemble des auteurs utilisent cette technique de mesure pour identifier les propriétés matériau mais il semble tout à fait envisageable de s'arrêter à l'extraction du champ de déplacements (ou déformations) ce qui permettrait notamment de vérifier la validité d'un modèle de comportement lors d'un essai sur structure réelle.

### **I.4 Démarche et limites**

Pour la conception de réservoirs, la sécurité est primordiale. Il est donc important de ne pas manipuler des structures « idéalisées » mais de tendre autant que possible vers des structures « réelles ». En ce sens, notre démarche de travail se veut pragmatique. Nous rappelons ici les éléments clés à retenir et que nous proposons d'intégrer dans le modèle de comportement du réservoir épais bobiné.

Les spécificités liées au procédé de réalisation et à l'épaisseur de la structure ont été identifiées dans la partie I.2 : variation dans l'épaisseur du taux volumique de fibres et de porosités, variations des propriétés de la matrice et des contraintes résiduelles d'origine thermique.

L'adéquation de notre travail avec la structure réelle repose sur la détermination expérimentale des variations de ces caractéristiques dans l'épaisseur. Les moyens techniques et les résultats des caractérisations propres à chacune de ces spécificités sont présentés dans le chapitre II.

Dans le chapitre III, un modèle de calcul analytique intégrant la présence et la plage de variation de ces hétérogénéités de propriétés dans l'épaisseur est utilisé dans l'étude de sensibilité de la pression d'éclatement du réservoir par rapport à l'ensemble de ces facteurs.

Enfin, le chapitre IV permet d'une part, de comparer différents essais de caractérisation du matériau composite de base (constituant le réservoir) et d'autre part, de proposer un essai permettant de comparer le comportement réel du réservoir par rapport à celui modélisé analytiquement.

Les caractérisations et modèles présentés dans la suite de ce document répondent à des attentes et contraintes industrielles. Notre travail porte sur l'étude du comportement mécanique sur la virole uniquement et pourra être étendue, dans le cadre du programme H<sub>2</sub>E, aux fonds du réservoir.



Ainsi, nous disposons, de par notre partenariat industriel avec Composites Aquitaine, de la virole épaisse et de la résine seule après leur cuisson ainsi que des paramètres généraux du procédé d'enroulement filamentaire.



## **- Chapitre II -**

### **Caractérisation spécifique de la structure bobinée**



# Chapitre II

## Caractérisation spécifique de la structure bobinée

II.1	Objet d'étude : le réservoir bobiné épais .....	75
II.2	Champ de températures dans l'épaisseur du tube .....	77
II.2.1	Protocole de mesure .....	77
II.2.2	Cartographie du champ de températures dans l'épaisseur .....	79
II.3	Module de la matrice dans l'épaisseur de la structure .....	83
II.3.1	Présentation de la technique de caractérisation : la nano-indentation.....	83
II.3.1.1	Généralités sur la technique.....	83
II.3.1.2	Appareil de mesure .....	84
II.3.2	Protocole et mise en place des essais .....	85
II.3.2.1	Préparation des échantillons .....	85
II.3.2.2	Application aux matériaux polymères .....	86
II.3.2.3	Adaptation à la caractérisation de la résine dans le composite.....	88
II.3.3	Cartographie, dans l'épaisseur de la structure, de la valeur de module d'élasticité de la matrice .....	91
II.4	Propriétés hors-plan du composite.....	92
II.4.1	Montages et protocoles expérimentaux.....	92
II.4.2	Résultats de caractérisation hors-plan .....	95
II.4.2.1	Propriétés élastiques hors-plan .....	95
II.4.2.2	Propriétés à rupture dans la direction hors-plan .....	96
II.5	Epaisseur des couches, fraction volumique de fibres et de porosités dans l'épaisseur ..	97
II.5.1	Etude volumique des porosités.....	97
II.5.1.1	Présentation de la technique de caractérisation : la microtomographie.....	97
II.5.1.2	Résultats expérimentaux issus de la microtomographie.....	99
II.5.1.2.1	Morphologie des porosités observées .....	99
II.5.1.2.2	Caractérisation globale sur les volumes scannés .....	102
II.5.1.2.3	Caractérisation à l'échelle des couches.....	103

II.5.2	Détermination du taux de fibres .....	105
II.5.2.1	Choix de la méthode d'analyse.....	105
II.5.2.1.1	Matériau d'étude .....	105
II.5.2.1.2	Dissolution chimique .....	107
II.5.2.1.2.1	Conditions expérimentales.....	107
II.5.2.1.2.2	Résultats .....	107
II.5.2.1.3	Solvolyse supercritique.....	108
II.5.2.1.3.1	Technique et conditions expérimentales.....	108
II.5.2.1.3.2	Résultats .....	109
II.5.2.1.4	Analyse d'images.....	112
II.5.2.1.4.1	Conditions expérimentales.....	112
II.5.2.1.4.2	Mise au point de l'outil d'analyse d'images par seuillage.....	114
II.5.2.1.4.3	Proposition d'une méthode d'analyse d'images par gaussiennes .	117
II.5.2.1.4.4	Résultats .....	119
II.5.2.1.5	Conclusion sur les méthodes d'analyse locales de la fraction volumique de fibres	120
II.5.2.2	Analyse d'images dans l'épaisseur du réservoir.....	120
II.5.2.2.1	Préparation des échantillons .....	120
II.5.2.2.2	Epaisseurs des couches .....	121
II.5.2.2.3	Fraction volumique de fibres .....	122

---

Le chapitre I a permis de mettre en évidence les spécificités liées au réservoir composite dont nous souhaitons étudier le comportement et notamment de mettre en évidence un certain nombre de variabilités sur les propriétés de ses constituants. Ce chapitre est destiné à présenter les résultats de caractérisation de ces variabilités sur le réservoir réel.

Après une description du réservoir sur lequel repose cette étude, chaque hétérogénéité supposée sur ce type de structure est étudiée par une ou plusieurs méthodes spécifiques. Ces différentes caractérisations de la structure réelle nous permettront d'alimenter le modèle de comportement. En effet, l'intérêt majeur de cette caractérisation est de pouvoir donner des bornes réalistes à l'étude de sensibilité sur la pression d'éclatement du réservoir présentée dans le chapitre III. Ces bornes seront donc représentatives du cas réel.

## II.1 Objet d'étude : le réservoir bobiné épais

Notre travail porte spécifiquement sur la partie cylindrique du réservoir de stockage d'hydrogène, encore appelée virole. En accord avec l'entreprise Composites Aquitaine, un tube de 500mm représentatif d'une virole réelle en carbone/époxy (cf. figure II-1) a été réalisé par enroulement filamentaire. L'empilement a été légèrement modifié et simplifié pour des raisons de confidentialité.



*figure II-1 : Photographie de la virole du réservoir de diamètre intérieur 310mm et d'épaisseur 40mm avec une règle de 50cm*

Le tube est bobiné sur un mandrin en acier de diamètre 310mm et a une épaisseur finale d'environ 40mm. La machine d'enroulement filamenteuse utilisée dispose de deux bacs d'imprégnation de la résine. Six mèches (trois par bac) sont imprégnées simultanément par contact avec des rouleaux partiellement immergés dans la résine. La nappe déposée sur le mandrin est donc constituée de ces six mèches imprégnées et est bobinée suivant la stratification  $[(\pm 15/\pm 25/90_2/\pm 35/\pm 45/90_2)_7/90]$ . Théoriquement, l'épaisseur moyenne d'une couche à  $\pm\theta^\circ$  ou de deux couches à  $90^\circ$  est de 0,69mm.

Le bobinage du tube se fait en 8h environ avec l'intervention d'un programmeur et d'un ouvrier. Leurs rôles sont : pour le programmeur, de contrôler les paramètres des étapes d'enroulement (angle de bobinage, transitions entre deux angles consécutifs...) et, pour l'ouvrier, d'assurer l'alimentation en matières premières et ponctuellement d'éliminer l'excédent de résine lors de la dépose par des essorages manuels au pinceau.

La polymérisation est relativement lente puisqu'elle est constituée de deux étapes distinctes ayant lieu pour la première à température ambiante et pour la seconde, en étuve à  $110^\circ\text{C}$ .

L'état de l'art réalisé dans le chapitre I a permis de mettre en évidence un certain nombre de phénomènes liés au champ de températures important pour les composites épais lors de leur cuisson. La formation de contraintes résiduelles et la sur-cuisson du matériau en sont les principaux effets éventuels.



## **II.2 Champ de températures dans l'épaisseur du tube**

Cette partie a pour objectif de caractériser le champ de températures dans l'épaisseur de la structure au cours de sa mise en œuvre. Celui-ci nous permettra, par la suite, de calculer un champ de contraintes résiduelles d'origine thermique reflétant le chargement thermique réel dans le tube épais.

La caractérisation qui est menée ici va nous apporter une meilleure connaissance de la polymérisation. Actuellement, la production en petite série des réservoirs, pour leur développement, permet à Composites Aquitaine de suivre un cycle de cuisson lent constitué de deux étapes : la première à température ambiante et la deuxième en étuve. La pièce passe alors plus de 12h à température ambiante pour assurer une première phase de polymérisation de la résine. Il est ensuite mis en étuve pour y suivre une cuisson finale présentant un unique palier en température à 110°C.

### **II.2.1 Protocole de mesure**

Lors du bobinage du tube épais, six thermocouples ont été introduits dans le composite afin de suivre le champ de températures dans son épaisseur durant la totalité du cycle. La difficulté de ce suivi repose principalement sur l'installation des thermocouples dans la matière et l'enregistrement de températures lors des différentes étapes de réalisation. En effet, l'enroulement filamentaire et la première étape de cuisson sont réalisés sur le mandrin en rotation alors que la deuxième étape a lieu en étuve pendant 6h à 110°C. Il est donc nécessaire, d'une part, que le dispositif d'enregistrement de la température soit entraîné par le même mouvement que le tube au cours du bobinage, et d'autre part, qu'il puisse résister à des températures assez élevées ou être déplacé (en conservant la connexion) à l'extérieur de l'étuve lors de la deuxième étape.

Notre choix s'est porté sur l'utilisation d'enregistreurs de température portables fixés sur l'axe de la machine d'enroulement et équipés de câbles d'extension permettant de sortir les boîtiers hors de l'enceinte lors de la cuisson en étuve (cf. figure II-2).

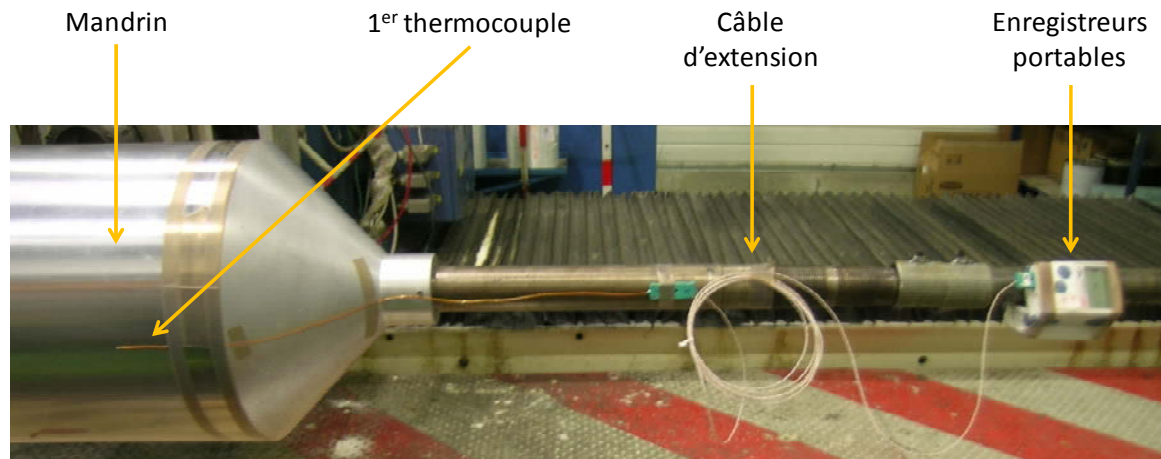


figure II-2 : Photographie de l'instrumentation placée sur l'axe de la machine d'enroulement filamenteire

L'introduction des thermocouples dans l'épaisseur du tube a été faite à chaque étape de découpe des fonds. En effet, le mandrin à fonds coniques visible sur la figure II-2 n'est pas adapté à la dépose d'une épaisseur de composite de 40mm. Il a donc été nécessaire de découper les fonds à quatre reprises au cours de l'enroulement. La figure II-3 permet de visualiser, d'une part, la préparation du composite pour éviter son relâchement sur les bords et d'autre part, la protection par un ruban métallique du thermocouple.

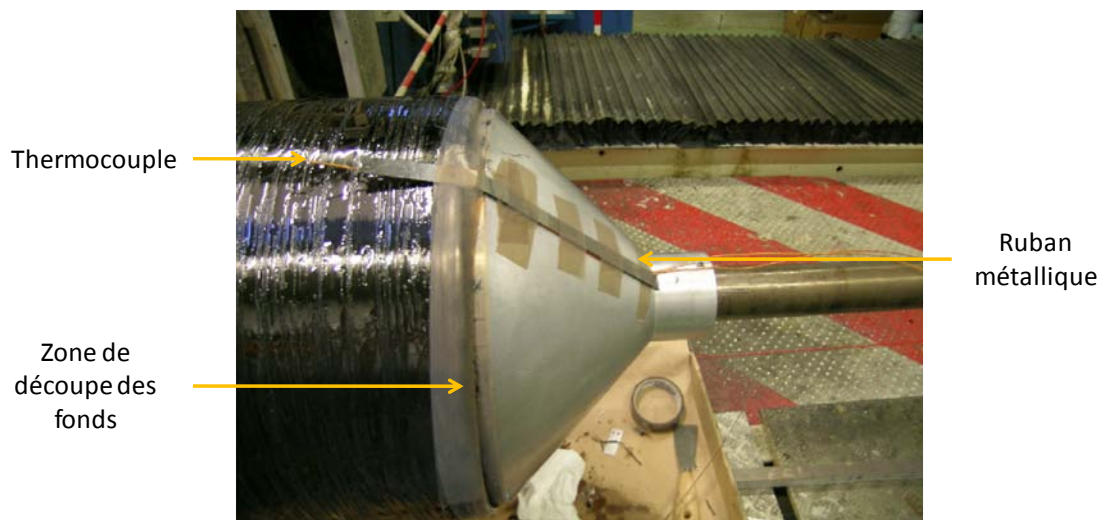


figure II-3 : Photographie illustrant la protection des thermocouples et du composite pour la découpe des fonds au cours du bobinage

Le ruban n'est placé dans le tube que provisoirement. En effet, il permet que le thermocouple ne soit pas endommagé lors de la découpe suivante mais est retiré à la fin de celle-ci.

Les six thermocouples sont placés dans l'épaisseur du tube suivant la séquence suivante :

**Th1** // A<sub>2</sub>/90<sub>2</sub> // **Th2** // A/90<sub>2</sub> // **Th3** // A/90<sub>2</sub> // **Th4** // A/B // **Th5** // C/B/C/90<sub>2</sub> // **Th6** // 90

avec A = [ $\pm 15/\pm 25/90_2/\pm 35/\pm 45$ ], B = [ $90_2/\pm 15/\pm 25/90_2$ ] et C = [ $\pm 35/\pm 45$ ]

La figure II-4 permet d'ailleurs de les visualiser dans le composite épais, à l'issue de la cuisson et après découpe des extrémités. L'intrusion a un effet limité sur le comportement thermique puisque la perturbation induite est très localisée.

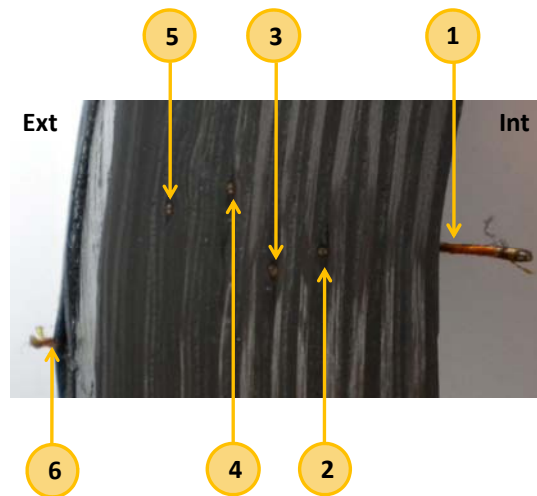


figure II-4 : Photographie de la position des thermocouples dans l'épaisseur du tube

## II.2.2 Cartographie du champ de températures dans l'épaisseur

La mise en œuvre du tube, les découpes successives des fonds et les manipulations lors de la mise en étuve ont endommagé certains thermocouples : le thermocouple 1 (en contact avec le mandrin) n'a pas fonctionné sur l'ensemble de l'enregistrement, le thermocouple 4 a seulement permis l'enregistrement pendant le bobinage et la première étape de cuisson et le thermocouple 6 uniquement pendant le cycle en étuve. Néanmoins, la quantité d'informations enregistrée fournit une première estimation du champ de températures dans l'épaisseur pendant l'ensemble de la réalisation (cf. figure II-5).

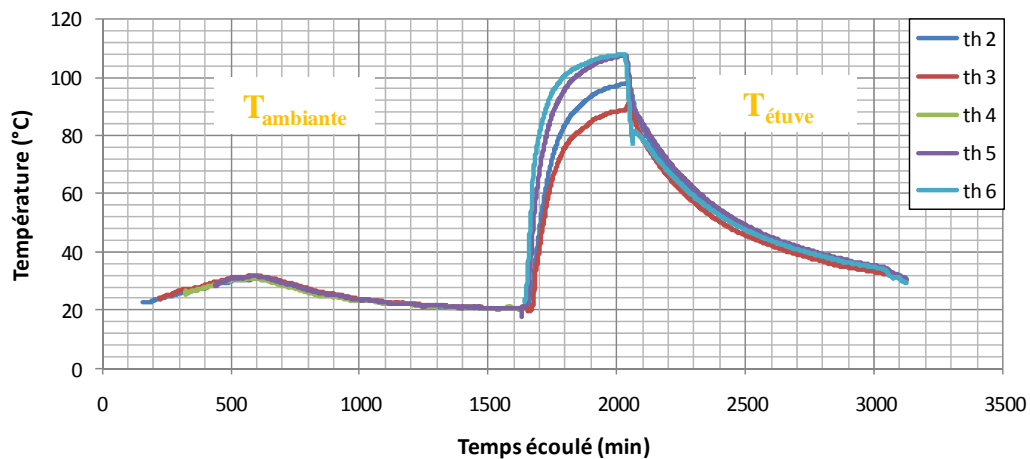


figure II-5 : Champ de températures relevé dans l'épaisseur du tube pendant sa réalisation (bobinage et polymérisation)

Lors du bobinage (première partie de la courbe avec le branchement successif des thermocouples jusqu'à 500min), la température dans le composite augmente (cf. figure II-6). Elle atteint environ 31°C après 600min, soit environ 1h30 après la fin du bobinage.

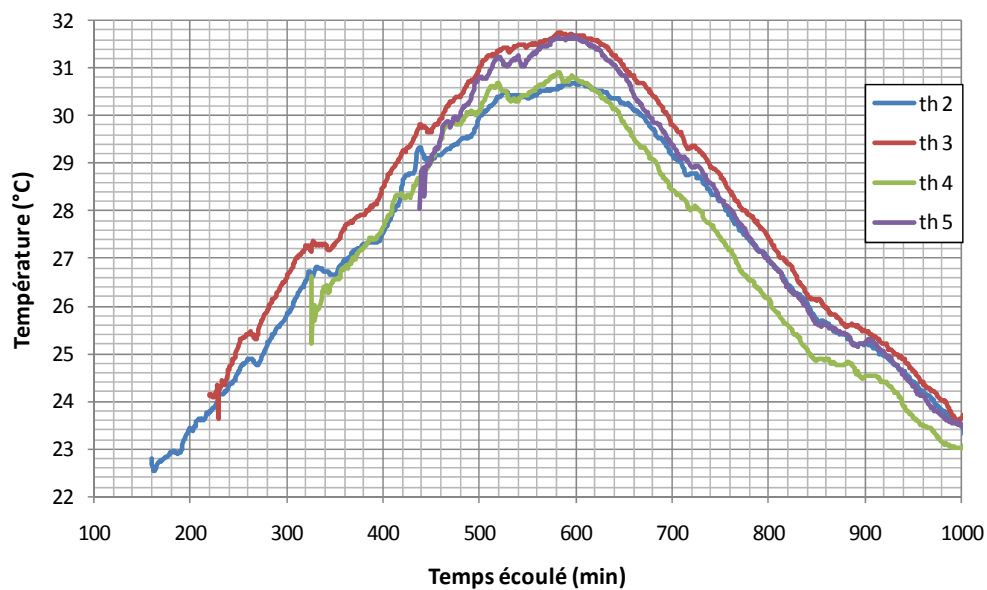


figure II-6 : Champ de températures dans l'épaisseur du tube pendant son bobinage et sa gélification

Cette élévation de températures est liée à l'exothermie de la réaction de polymérisation, entraînant la croissance et la ramification réticulante des chaînes carbonées. Ce phénomène se produit dans l'épaisseur avec une continuité visible dès le début de l'enregistrement des thermocouples. Même si la conductivité thermique dans la direction radiale du composite est faible (de l'ordre de  $0,5\text{W/m.K}$  [Sweeting et al, 2004]), elle semble suffire à transférer la chaleur dans l'épaisseur pour homogénéiser la température lors de cette étape.

La deuxième partie de la courbe de la figure II-6 (de 600 à 1000min) montre une diminution lente de la température dans l'épaisseur liée à la dissipation de chaleur dans le milieu environnant à  $20^\circ\text{C}$  et surtout au ralentissement progressif des réactions chimiques dans la résine. A l'issue de cette première étape de cuisson, la formation du réseau est incomplet mais la matrice est gélifiée ce qui permet de réaliser la deuxième étape sans maintenir en rotation la structure.

La cuisson en étuve à  $110^\circ\text{C}$  a lieu plus d'une journée après le début du bobinage du tube qui présente donc un état quasi stable de la matrice à température ambiante. Le relevé de température (cf. figure II-7) pendant cette étape montre qu'il y a un fort gradient thermique entre l'intérieur et l'extérieur de la structure mais qu'il n'est pas du type attendu.

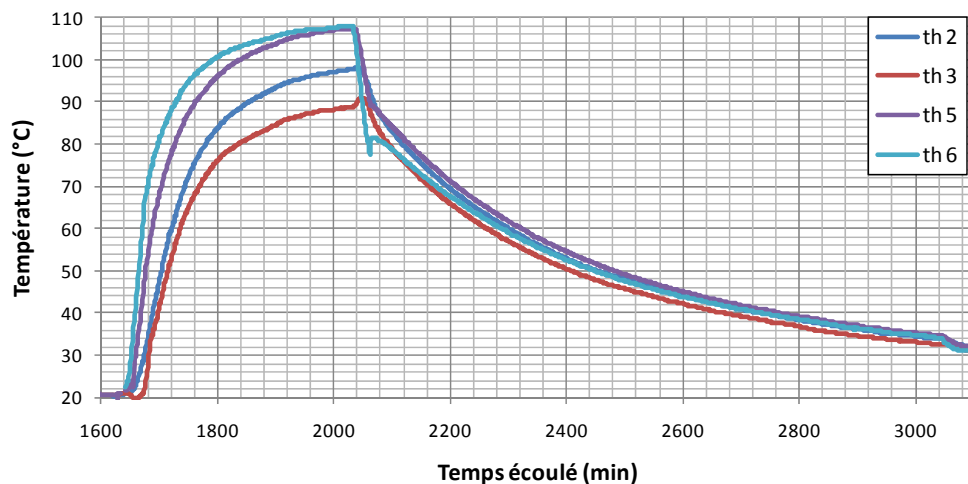


figure II-7 : Champ de températures dans l'épaisseur du tube pendant sa polymérisation

Dans le cas de la cuisson d'une structure épaisse présentée dans le chapitre 1 [Gower et al, 2008], la température maximale était atteinte au centre de la structure en raison de l'exothermie de la réaction. Dans notre cas, la variation du champ de températures dans l'épaisseur est liée au champ thermique appliqué par l'enceinte : un échange thermique par convection à l'extérieur et par conduction à l'intérieur grâce au mandrin acier. La température la plus basse est d'ailleurs relevée au milieu de l'épaisseur (thermocouple 3).

Le gradient de températures dans l'épaisseur peut être mis en évidence par la différence de température entre le thermocouple 6 (extérieur) et le thermocouple 3 (milieu). Ainsi, la figure II-8 permet de mettre en évidence les trois phases du cycle de cuisson en étuve : (a) la montée en température avec une différence de température positive atteignant 40°C, (b) le palier isotherme avec une différence finale de 20°C et (c) le refroidissement (brutal à l'extérieur) où la différence devient négative avant de s'annuler progressivement.

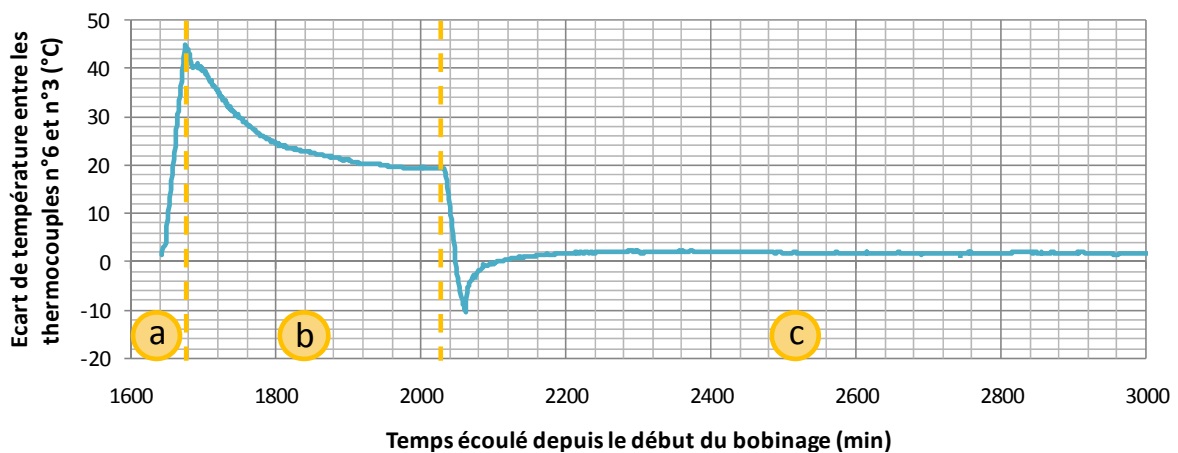


figure II-8 : Différence de températures entre l'intérieur et l'extérieur du tube pendant le cycle de cuisson en étuve

Pour conclure, il semble que les exothermies ayant lieu lors du maintien à température ambiante ainsi que le choix d'une température de 110°C pour le palier en étuve soient suffisants pour assurer la conversion de la résine. Ceci explique pourquoi nous n'observons pas d'emballement de la réaction et donc de sur-cuisson dans le composite épais au cours de sa cuisson en étuve comme cela a pu être constaté par d'autres auteurs.

Néanmoins, à la fin du palier isotherme en étuve, il existe dans la structure une différence de température d'environ 20°C entre le milieu et l'extérieur du tube. Ce champ de températures hétérogène (de 110°C à 90°C suivant la position dans l'épaisseur) auquel la structure s'est figée sera utilisé pour le calcul du champ de contraintes résiduelles.

## **II.3 Module de la matrice dans l'épaisseur de la structure**

L'objectif de cette partie est de déterminer si le taux de conversion de la matrice dans l'épaisseur est constant. Le module de la matrice étant fortement lié à celui-ci, nous avons donc choisi d'étudier sa variation dans l'épaisseur, sur la structure réelle.

L'état de l'art du chapitre I a montré que des essais d'indentation dans des structures épaisses permettent de retrouver des variations de propriétés de la matrice suivant sa position dans l'épaisseur [Parlevliet et al, 2008]. Ainsi, notre intérêt s'est porté vers ce type de technique. Seront ici présentés la méthode de caractérisation, le protocole d'essai et enfin, la cartographie du module de la matrice suivant la position dans l'épaisseur.

### **II.3.1 Présentation de la technique de caractérisation : la nano-indentation.**

#### **II.3.1.1 Généralités sur la technique**

Les essais de dureté permettent d'évaluer rapidement des variations de propriétés mécaniques liées à des conditions de réalisation, des traitements thermiques, la microstructure ou encore au vieillissement. La nano-indentation est utilisée lorsqu'on souhaite réaliser une cartographie des propriétés mécaniques du matériau à une échelle réduite.

A la base, ces techniques d'indentation à échelle nanométrique répondent à un besoin de caractérisation de films fins pour lesquelles la profondeur de pénétration doit être faible. Dans notre cas, c'est justement cette faible taille d'indenteur qui nous intéresse par rapport aux longueurs caractéristiques du composite. On notera également que, contrairement aux traitements en micro-indentation, l'analyse de l'essai n'est pas basée sur une mesure optique de la taille de l'empreinte après indentation mais sur un enregistrement continu de la position de l'indenteur au cours de l'essai. Ainsi, outre le fait que l'on gagne en précision par rapport au relevé visuel par un opérateur, on a accès à la relaxation élastique du matériau testé.

On retiendra que la nano-indentation est particulièrement intéressante du fait de la corrélation entre la dureté et le module d'élasticité mais également, dans le cas de la résine polymère, du fait de l'identification des variations du taux de conversion et de la température de transition vitreuse du matériau. On pourra donc diagnostiquer si la formation du réseau réticulé est homogène sur l'ensemble de l'échantillon.

### II.3.1.2 Appareil de mesure

Un CSM Nano Hardness Tester a été utilisé pour cette étude. Le principe de mesure est le suivant : une pointe est positionnée à la verticale de l'échantillon et pénètre de façon contrôlée dans la matière en appliquant une charge croissante jusqu'à obtention d'une force maximale prédéfinie. La charge est alors progressivement réduite jusqu'à obtention d'une relaxation partielle ou totale du matériau.

La pointe de l'indenteur choisie est de type Berkovich (cf. figure II-9 et figure II-10). Lors de l'essai, la profondeur d'indentation réelle est mesurée par rapport au déplacement vertical de l'indenteur et de la surface testée.

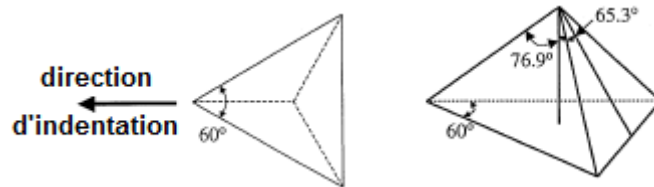


figure II-9 : Géométrie d'une pointe d'indenteur Berkovich

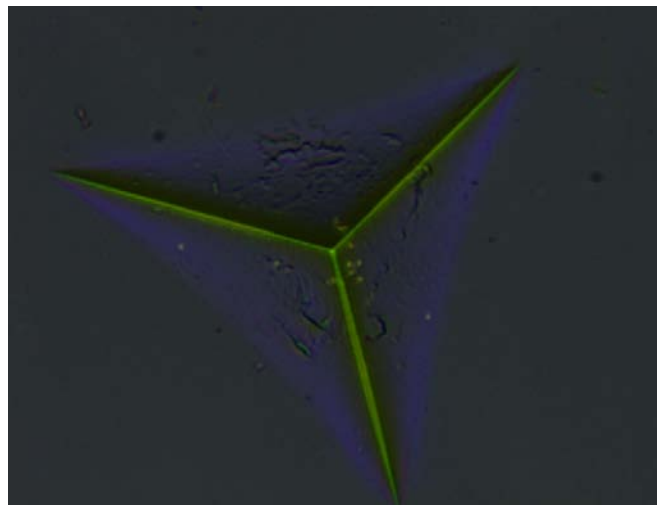


figure II-10 : Photographie d'une indentation laissée dans la résine (72x54 $\mu\text{m}^2$ )

En plus du mode d'essai statique qui consiste à appliquer une charge et la relâcher, deux autres modes sont possibles :

- CMC (Continuous Multi Cycles) qui permet de déterminer la dureté et le module élastique à partir de cycles de charge et décharge successifs et progressifs appliqués au même point.



- Sinus (analyse en mode dynamique) qui utilise un signal de charge sinusoïdal afin de calculer le module élastique en fonction de la profondeur de pénétration avec une fréquence d'acquisition fixée (jusqu'à 20Hz).

Le modèle de nano-indenteur utilisé présente les spécifications suivantes :

- Gamme de force : de 0.1 à 500mN avec une résolution de 0.04 $\mu$ N,
- Profondeur de pénétration maximale : 200 $\mu$ m avec une résolution de 0.04nm.

Le couplage avec un système de microscopie optique (grossissement x20 et x100) permet de positionner l'indenteur sur la surface avec une grande précision (0.1 $\mu$ m de résolution en déplacement). La méthode de détermination du module d'élasticité par nano-indentation est présentée dans l'**annexe 2**.

## **II.3.2 Protocole et mise en place des essais**

On réalisera dans le composite des indentations dans des poches de résine dont les propriétés doivent être relativement similaires à celles de la résine seule, c'est pourquoi nous avons d'abord choisi de mettre au point l'essai sur la résine seule. Pour ce faire, on dispose d'un échantillon de résine ayant suivi le cycle de cuisson du matériau composite.

### **II.3.2.1 Préparation des échantillons**

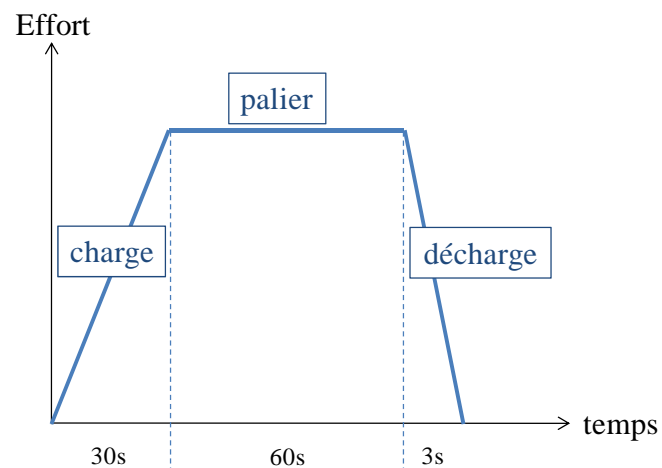
Pour réaliser l'ensemble des essais d'indentation, deux échantillons de résine seule et deux échantillons de composite issus du tube de 40mm d'épaisseur ont été préparés. Ces derniers ont été découpés suivant deux plans différents : le premier est perpendiculaire aux fibres à 90° et l'autre proche de la perpendicularité avec les fibres à 15°. Ce choix repose sur le constat que la direction d'indentation doit être parallèle à celle des fibres pour limiter l'effet des fibres [Gregory et al, 2005]. Ainsi, pour tester des poches de résine dans les couches et non pas seulement aux interfaces, on utilisera l'un ou l'autre des échantillons suivant l'orientation de la couche.

Chaque échantillon a été enrobé dans une résine à réticulation lente (6h) pour limiter l'échauffement et a ensuite été poli avec différents papier SiC et des suspensions de polissage fin jusqu'à 0.05 $\mu$ m. En effet, la microrugosité et l'ondulation de la surface peuvent introduire des erreurs dans la détermination des propriétés mécaniques [Petitet et al, 2004]. On souhaite donc s'en affranchir.

### II.3.2.2 Application aux matériaux polymères

Dans le cas de matériaux viscoélastiques, une zone où le déplacement augmente alors que l'effort diminue apparaît en début de décharge [Tang et al, 2003]. Un « nez » se forme sur la courbe de décharge du fait que la vitesse de fluage du matériau est supérieure à la vitesse de décharge pendant la première partie de cette étape. Ce phénomène peut donc être évité en maintenant la charge suffisamment longtemps pour se placer dans une zone de la courbe de fluage pour laquelle la vitesse est moindre. Ainsi, on choisit d'ajouter à la courbe classique de charge/décharge un palier à charge maximale.

Une série d'essais d'indentation sur la résine seule a permis de choisir le cycle de chargement (cf. figure II-11) : 30s de charge, 60s de palier et 3s de décharge quelle que soit le niveau de charge. Celui-ci est conservé pour toutes les indentations réalisées afin de pouvoir comparer différentes charges, notamment par rapport au fait que le déplacement vertical lié au fluage se retrouve en partie dans la profondeur de pénétration.



*figure II-11 : Protocole général pour la réalisation des essais d'indentation*

Une série d'essais CMC (Continuous Multi Cycles) a permis de déterminer d'une part, la profondeur de pénétration de l'indenteur en fonction de la charge appliquée (cf. figure II-12) et d'autre part, la valeur du module élastique calculé en fonction de la profondeur (cf. figure II-13).

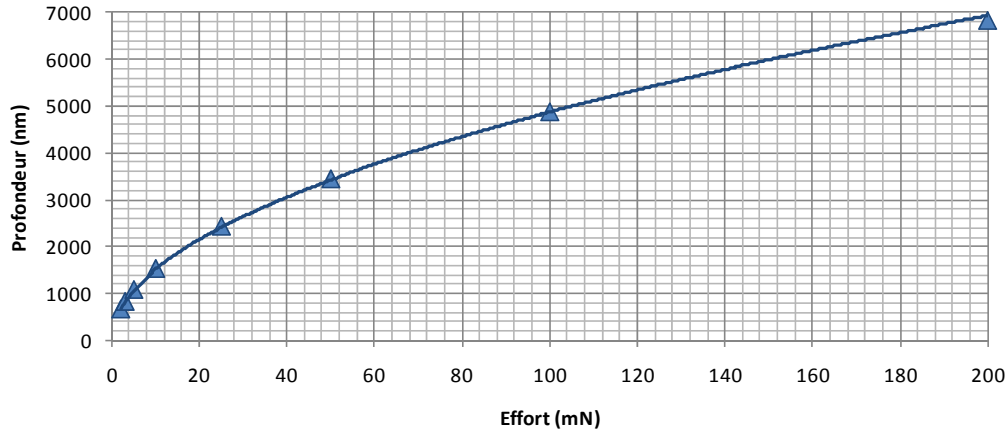


figure II-12 : Variation de la profondeur de pénétration en fonction de l'effort appliqué sur un échantillon de résine seule

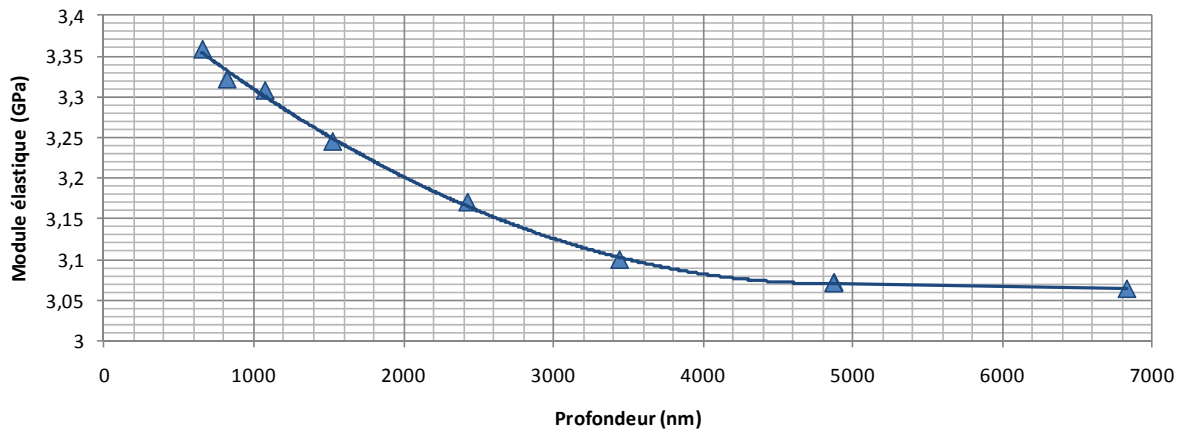


figure II-13 : Variation du module déterminé en fonction de la profondeur de pénétration sur un échantillon de résine seule

Le module d'élasticité calculé diminue jusqu'à atteindre une asymptote (autour de 3.06GPa) lorsque la charge appliquée augmente ou encore lorsque la profondeur de pénétration augmente. D'autres auteurs ont mis en évidence ce phénomène de durcissement ou rigidification de surface sur un grand nombre de systèmes polymère différents. Parmi les hypothèses émises, on retiendra :

- une modification des propriétés de surface liées au polissage des échantillons [Briscoe et al, 1998; Manika et al, 2006; Han, 2010],
- une influence de la structure moléculaire [Han, 2010].

En effet, Han a mis en évidence un phénomène de durcissement de surface (cf. figure II-14) lié aux interactions moléculaires liées à la présence de composants aromatiques rigides dans les chaînes des polymères (tels que les deux cycles présents dans les monomères de l'époxy).

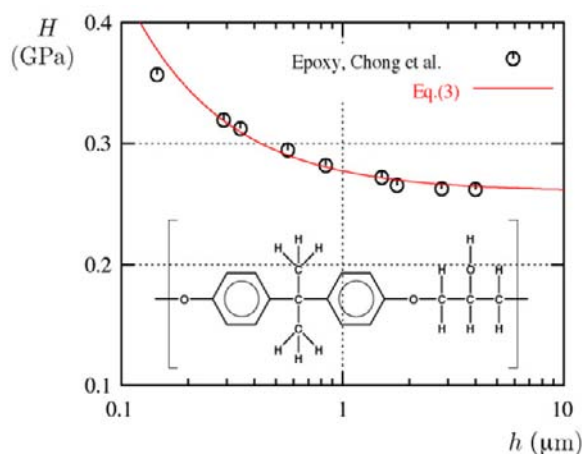


figure II-14 : Dureté en fonction de la profondeur de pénétration dans une résine époxyde [Han, 2010]

Dans la mesure où cette modification de la rigidité de surface est uniforme sur l'ensemble de la surface, elle n'altère pas l'étude de la variation du module suivant la position dans l'épaisseur du composite.

### II.3.2.3 Adaptation à la caractérisation de la résine dans le composite

Une poche de résine dans le matériau composite (cf. figure II-15) a été choisie pour réaliser le même type d'essai CMC à charge croissante que sur la résine seule (cf. figure II-16).

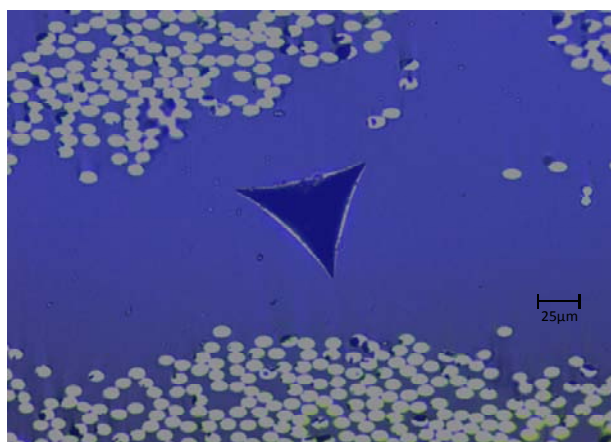


figure II-15 : Zone à l'interface 45°/35° sur le matériau composite après indentation sous une charge maximale de 500mN

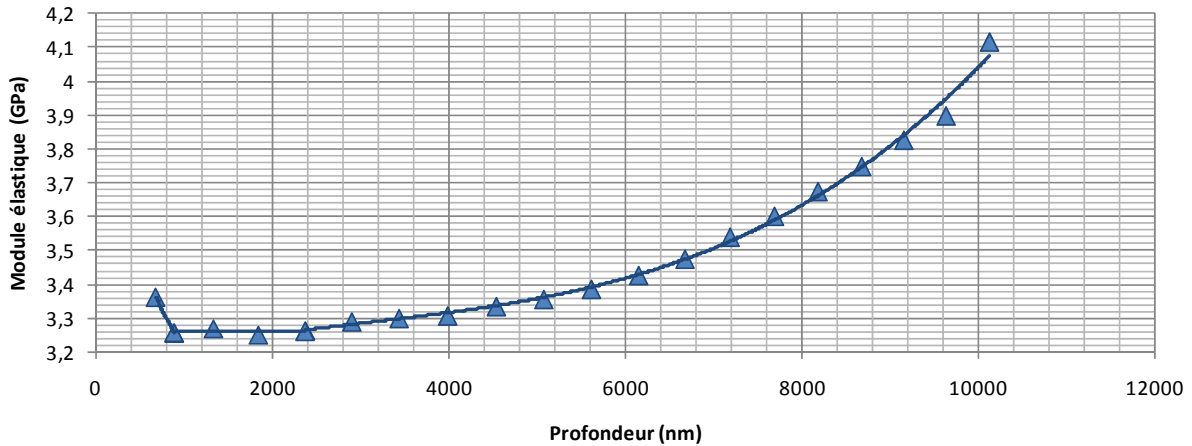


figure II-16 : Variation du module en fonction de la profondeur de pénétration sur le composite

La courbe de variation du module en fonction de la profondeur de pénétration présente trois portions distinctes : un durcissement de surface, un palier à module constant et une augmentation parabolique du module.

L'effet de durcissement en surface identifié sur la résine seule (sur 5 $\mu$ m environ) ne se retrouve pas dans les mêmes proportions sur la résine dans le composite (inférieur à 1 $\mu$ m). On peut supposer que la profondeur sur laquelle la surface a été modifiée par le polissage est moindre du fait de la présence des fibres.

La valeur du module au niveau du palier est de 3.26GPa et est donc supérieur de 6.5% à celui du palier sur l'échantillon de résine seule (3.06GPa). Plusieurs auteurs ayant travaillé sur la résine seule et la résine dans le composite ont également dressé le même type de constat mais dans des proportions plus importantes. Une modification des propriétés de la résine liée à la présence des fibres lors de sa réticulation pourrait en être à l'origine.

L'augmentation du module à partir de 2500nm de profondeur est liée à la présence des fibres à proximité. Par exemple, sur la figure II-15, la position de l'indentation a été choisie de sorte que les fibres en bas de l'empreinte soient à la même distance que celles du haut à gauche. Pour cet essai, la distance entre le centre de l'indentation et les fibres est de 61.7 $\mu$ m. Pour quantifier l'effet des fibres sur le module mesuré, nous avons calculé le rapport  $x$  entre le rayon minimal de la poche de résine  $r_{poche}$  (ou encore la distance minimale du centre de l'indentation aux fibres les plus proches) et la profondeur de pénétration de l'indenteur  $h_c$  :

$$x = \frac{r_{poche}}{h_c} \quad (II.1)$$

La plage de valeurs admissibles a été calculée à partir des résultats de l'essai CMC sur composite, présentés sur la figure II-17.

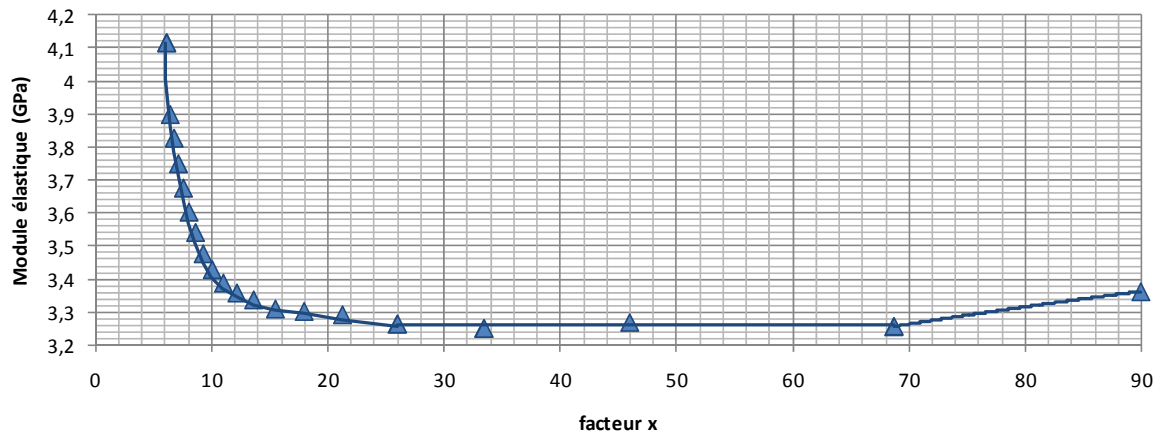


figure II-17 : Détermination des valeurs admissibles du facteur multiplicatif  $x$  pour le calcul du module élastique en présence de fibres

Ainsi, pour que la valeur de module calculée ne soient pas surestimée du fait de la présence des fibres, il faut, d'après les résultats expérimentaux, que :

$$r_{poche} \geq 30 \times h_c \quad (II.2)$$

Dans la suite et par sécurité, la poche de résine aura un rayon d'environ 50 fois la profondeur de pénétration. Cette valeur minimale du facteur  $x$  se retrouve dans les travaux numériques de Gregory [Gregory et al, 2005].

Il est donc important de trouver un compromis afin de limiter la profondeur de pénétration pour disposer d'un maximum de zones à indenter dans le composite tout en évitant de se trouver dans la zone artificiellement rigidifiée du fait du polissage. La figure II-13 montre qu'une profondeur de pénétration supérieure à 800nm est acceptable, ce qui correspond à un effort de 3mN. Les poches de résine dans le composite devront donc avoir un diamètre minimal d'environ 80 à 90 $\mu$ m.

### II.3.3 Cartographie, dans l'épaisseur de la structure, de la valeur de module d'élasticité de la matrice

La nano-indentation a été conduite sur des zones riches en résine d'au moins 80 $\mu$ m de diamètre comme déterminé précédemment. Il a donc été particulièrement difficile de trouver un grand nombre de zones répondant à ce critère dans l'épaisseur de la structure. Néanmoins, une cartographie de la valeur du module de la matrice a pu être réalisée suivant la position de la zone indentée dans l'épaisseur (cf. figure II-18).

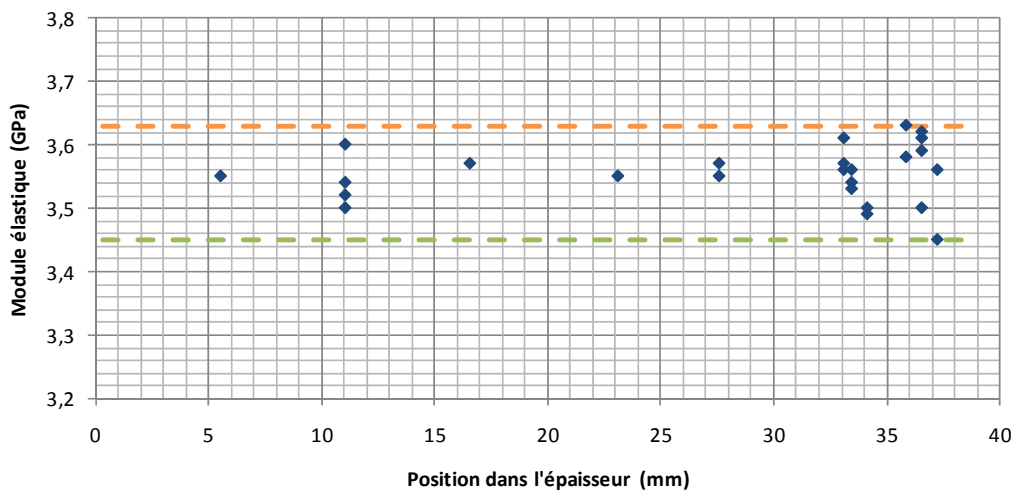


figure II-18 : Cartographie dans l'épaisseur de la structure de la valeur du module de la matrice

Les vingt-cinq valeurs mesurées sont relativement homogènes dans l'épaisseur puisqu'elles restent comprises entre 3,45 et 3,63GPa. La dispersion peut être attribuée à la précision de la mesure ou à une légère hétérogénéité indépendante de la position dans l'épaisseur.

Pour conclure, il apparaît que les conditions de réalisation de la structure, notamment la polymérisation lente en deux étapes, n'entraînent aucune modification significative de la valeur du module de la matrice dans l'épaisseur.

## II.4 Propriétés hors-plan du composite

Peu de méthodes de caractérisation du matériau composite sont applicables à des structures aussi épaisses que le réservoir que nous étudions. Parmi les essais relativement élémentaires, on dispose d'essais de caractérisation uniaxiale des propriétés hors-plan du matériau (présentés dans la partie I.3.3.2). Maintenant que nous avons montré que les propriétés élastiques de la matrice sont relativement constantes sur l'épaisseur du matériau, la caractérisation hors-plan du matériau a pour objectif de déterminer des propriétés mécaniques supposées homogènes à l'échelle des plis dans l'épaisseur.

### II.4.1 Montages et protocoles expérimentaux

Une éprouvette de géométrie RARDE (cf. figure II-19) a été choisie pour permettre de déterminer, à la fois, le module et la résistance hors-plan en traction et en compression.

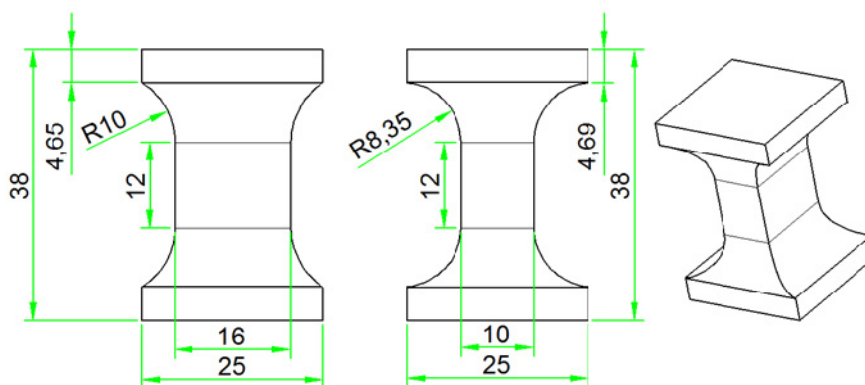


figure II-19 : Géométrie d'éprouvette hors-plan de type RARDE réalisée

Ce profil a été préféré au profil circulaire pour faciliter l'instrumentation des éprouvettes. En effet, les quatre faces planes dans la zone utile permettent d'installer sur les deux plus larges des jauges bidirectionnelles (longitudinalement et transversalement par rapport à l'axe de l'éprouvette) et sur les deux autres des jauges unidirectionnelles (longitudinales).

Etant donnée leur complexité géométrique, les éprouvettes sont directement usinées dans l'épaisseur du tube épais par jet d'eau. Dans notre cas, il est nécessaire que la direction longitudinale des éprouvettes soit perpendiculaire à l'ensemble des rayons des couches du matériau [Ferguson et al, 1998], comme le montre la figure II-20.



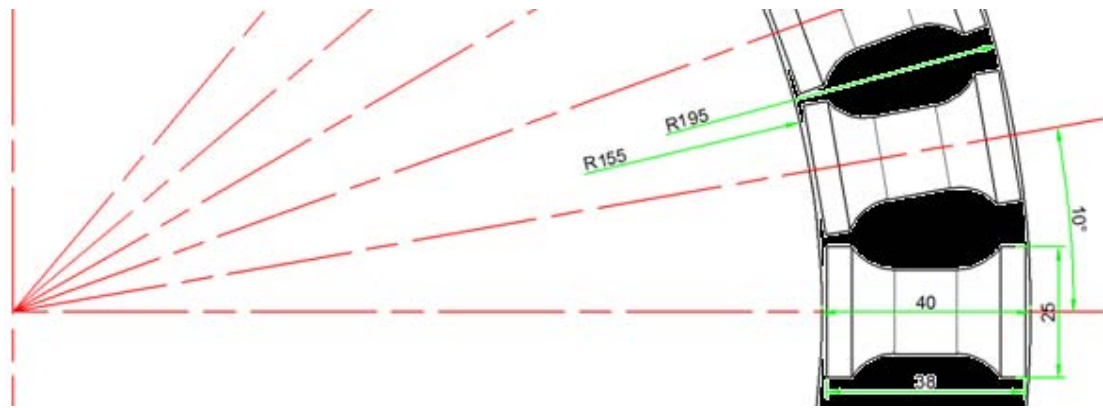


figure II-20 : Représentation de la découpe des éprouvettes hors-plan sur le tube épais

Des mesures tridimensionnelles ont été réalisées pour vérifier la planéité et le parallélisme des deux faces parallélépipédiques (haute et basse) sur lesquelles repose l'application de la charge. De plus, une étape de polissage manuel des quatre faces au centre de l'éprouvette a été nécessaire du fait de la rugosité des surfaces (jusqu'à  $250\mu\text{m}$  d'amplitude) correspondant notamment à la relaxation des contraintes dans les couches (cf. figure II-21).

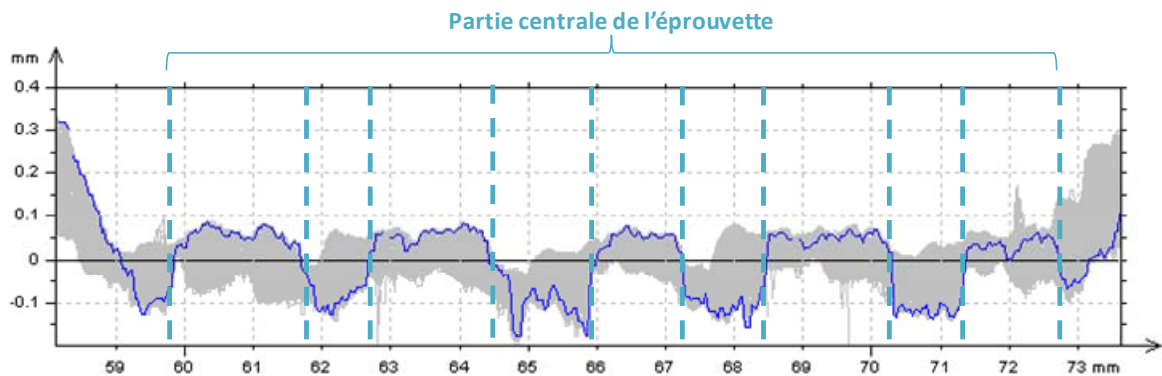
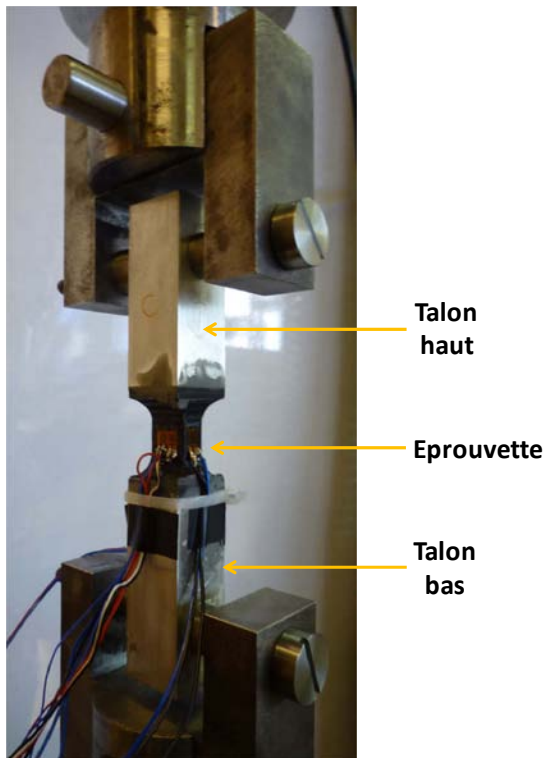


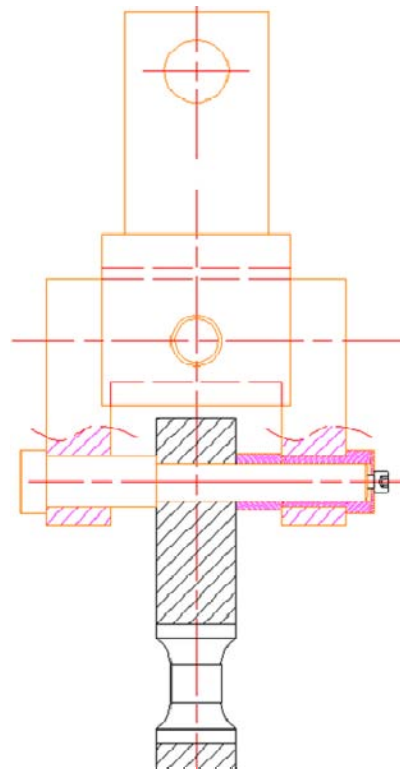
figure II-21 : Profil sur une face centrale d'une éprouvette hors-plan obtenu au rugosimètre 3D avec un capteur optique, une vitesse de mesure de 1mm/s et une fréquence de 30Hz

Nous avons choisi de caractériser le matériau en traction et en compression, à titre comparatif, même si le chargement sous pression interne d'un réservoir sollicite le matériau uniquement en compression dans sa direction hors-plan. Ces deux types de chargement peuvent être réalisés sur la même géométrie d'éprouvette (avec la même instrumentation) mais leur préparation diffère sensiblement.

Pour solliciter l'éprouvette hors-plan en traction, il est nécessaire de coller des talons (en aluminium dans notre cas) à ses deux extrémités pour transférer la charge (cf. figure II-22).



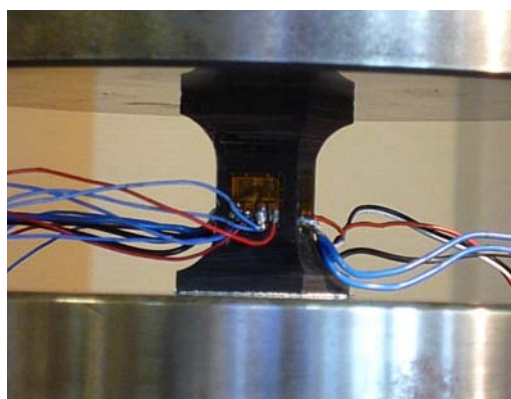
*figure II-22 : Photographie prise lors d'un essai de traction hors-plan*



*figure II-23 : Représentation schématique du demi-montage de traction hors-plan*

Cette étape de collage ainsi que les différentes liaisons permettant le chargement (cf. figure II-23) sont extrêmement importantes puisqu'elles assurent l'homogénéité et l'unidirectionnalité du chargement.

La sollicitation en compression ne nécessite pas de talons puisqu'elle se fait entre deux plateaux (dont un rotulé) par contact direct avec les faces parallélépipédiques haute et basse de l'éprouvette (cf. figure II-24).



*figure II-24 : Photographie prise lors d'un essai de compression hors-plan*

## II.4.2 Résultats de caractérisation hors-plan

### II.4.2.1 Propriétés élastiques hors-plan

Les jauges bidirectionnelles portent les numéros 1 et 3 alors que les unidirectionnelles sont numérotées 2 et 4. Les essais réalisés permettent d'extraire les modules élastiques en traction (cf. figure II-25) et en compression (cf. figure II-26) des éprouvettes hors-plan.

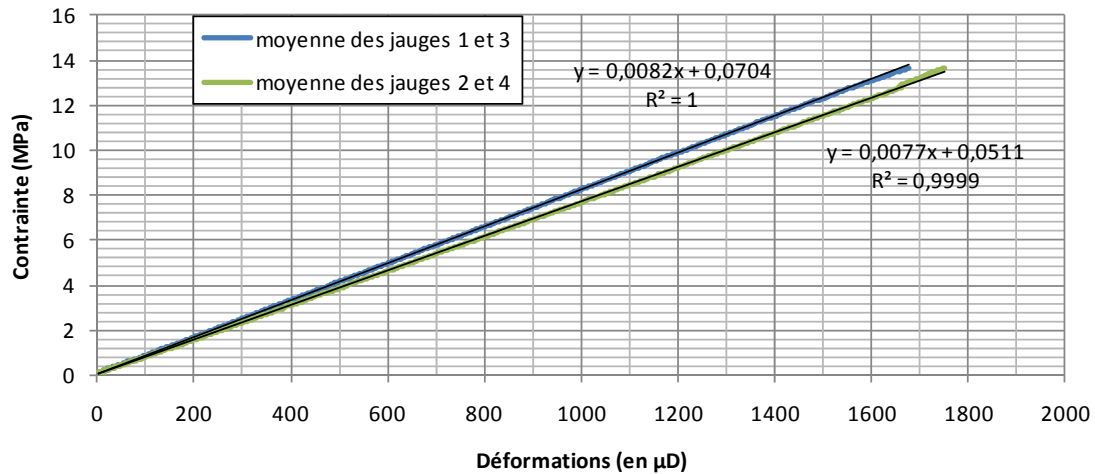


figure II-25 : Partie linéaire de la courbe contrainte/déformations pour un essai de traction hors-plan

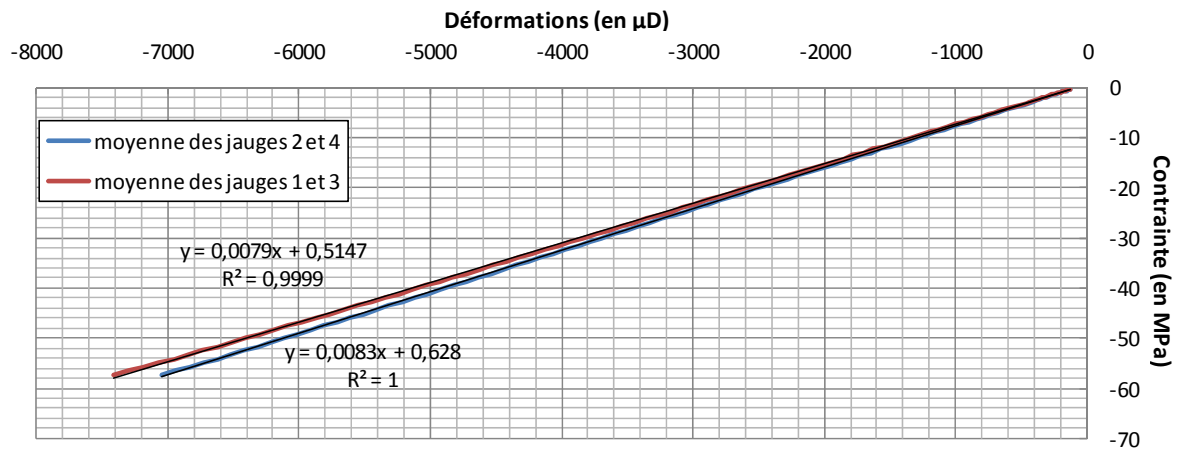


figure II-26 : Partie linéaire de la courbe contrainte/déformations caractéristique d'un essai de compression hors-plan

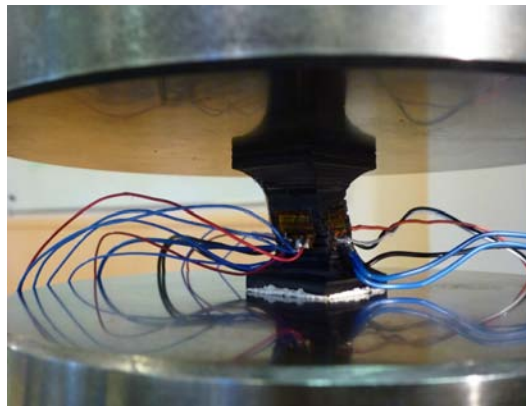
Globalement, les résultats obtenus présentent une dispersion comparable à celle classiquement obtenus lors d'essais en traction transverse (cf. tableau II-1).

	Essai 1	Essai 2	Essai 3
Module en traction	7,95GPa $\pm$ 0,25	7,0GPa $\pm$ 0	
Module en compression	8,15GPa $\pm$ 0,05	7,8GPa $\pm$ 0,4	8,1GPa $\pm$ 0,2

*tableau II-1 : Récapitulatif des modules élastiques obtenus en traction et compression hors-plan*

#### II.4.2.2 Propriétés à rupture dans la direction hors-plan

A partir d'un certain chargement, les courbes contraintes/déformations obtenus lors des essais en traction et en compression hors plan ne présentent plus un comportement linéaire. De plus, la flexion dans les éprouvettes dépasse le critère d'admissibilité de 10% [Shaw et al, 2004] conduisant donc à des ruptures en mode mixte (cf. figure II-27).



*figure II-27 : Photographie prise à la fin d'un essai de compression hors-plan*

Ces phénomènes se retrouvent dans les deux types d'essais ce qui ne nous permet pas de déterminer de manière précise une résistance hors-plan du matériau en compression ou en traction. Néanmoins, ces propriétés ne sont pas primordiales puisque, expérimentalement, le réservoir sous pression interne ne présente pas ce type de rupture.

## **II.5 Epaisseur des couches, fraction volumique de fibres et de porosités dans l'épaisseur**

L'objectif de cette partie est de déterminer s'il existe, sur le réservoir de 40mm d'épaisseur, une variation de l'épaisseur des couches, de la fraction volumique de fibres et de porosités dans l'épaisseur et, si c'est le cas, de la quantifier.

L'étude bibliographique sur les méthodes d'analyse du taux de fibres et de porosités a montré que deux méthodes étaient envisageables dans le cas de composite épais : la microtomographie et l'analyse d'images. En ce qui concerne l'analyse d'images, il est nécessaire de connaître, a priori, la morphologie des constituants à analyser pour que l'estimation des propriétés volumiques à partir d'observations surfaciques soit pertinente.

Dans un premier temps, la microtomographie de laboratoire, permettant d'avoir accès directement aux caractéristiques 3D des porosités, a été choisie pour déterminer la morphologie des pores, la fraction volumique de porosités et son éventuelle variation dans l'épaisseur.

En parallèle et sur des échantillons de référence, le taux volumique de fibres a été déterminé par analyse d'images et comparé à une méthode d'analyse semi-locale innovante : la solvolysse supercritique. L'épaisseur et la teneur en fibres suivant les orientations et la position des couches ont alors été déterminées sur l'échantillon de réservoir de 40mm d'épaisseur.

### **II.5.1 Etude volumique des porosités**

#### **II.5.1.1 Présentation de la technique de caractérisation : la microtomographie**

La microtomographie par rayons X permet de produire des images 3D de la structure interne d'un matériau avec une résolution spatiale de l'ordre du micron. Comme précisé dans le chapitre 1, son coût élevé rend son utilisation peu fréquente dans l'étude des matériaux, et plus encore des composites.

Celui-ci étant d'autant plus élevé que la résolution de l'appareil est grande, l'utilisation du synchrotron (disponible à Grenoble) n'a pas été jugée nécessaire. En effet, une radiation synchrotron permet d'avoir une résolution suffisante pour différencier les fibres de la résine (environ 0.7 $\mu$ m de résolution sur le volume reconstruit) alors que le microtomographe de laboratoire que nous avons utilisé se limite à 4.5 $\mu$ m de résolution. Cette

technique, plus facilement accessible, permet tout de même de localiser les porosités en tant qu'hétérogénéités au sein de l'échantillon à partir du niveau d'absorption des rayons X par la matière. La définition d'un seuil d'absorption permet de fixer une limite entre l'absorption caractéristique des porosités et celle du reste de la matière (cf. figure II-28).

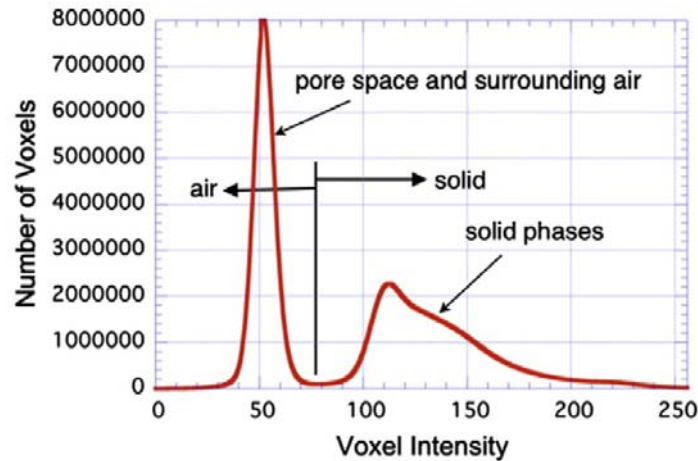


figure II-28 : Histogramme de l'intensité d'absorption des rayons X dans un matériau poreux [Landis et al, 2010]

Les niveaux d'absorption faibles correspondent à des éléments de volume représentatifs des porosités alors que les absorptions plus importantes correspondent à la matrice et/ou aux fibres. Cette méthode de seuillage, représentée sur la figure II-28 par la différence entre la traversée d'un milieu solide ou d'air, est donc utilisée dans la détermination du taux volumique de porosités. La précision des résultats dépend de la reproductibilité du spectre d'absorption sur les différentes zones scannées puisqu'une même valeur seuil a été utilisée lors de l'analyse de toutes les zones.

Le microtomographe utilisé est un Nanotom (Phoenix X-ray) avec une cible générant les rayons X en Molybdène et une taille de voxel de  $4,5 \times 4,5 \times 4,5 \mu\text{m}^3$ . Chaque porosité est identifiée et isolée de sorte qu'elle peut alors être définie par son volume (en voxels) et qu'un traitement statistique peut lui être appliqué. Ce traitement consiste en une identification de sa matrice inertielle diagonalisée représentant ses axes d'inertie dans les trois directions de l'espace. Pour chaque porosité scannée, on dispose alors de sa forme (sphérique, allongée, aplatie...), son volume (à partir de l'équivalence entre voxels et dimensions) et son orientation par rapport aux axes principaux.

L'échantillon étudié est un parallélépipède rectangle issu du réservoir représentant toute son épaisseur et faisant 4,5mm de côté. Cinq zones cylindriques de  $13,55\text{mm}^3$  ( $2,259\text{mm} \times 2,259\text{mm} \times 2,655\text{mm}$ ) ont été scannées dans la hauteur afin de proposer une cartographie dans l'épaisseur du taux de porosités (cf. figure II-29).

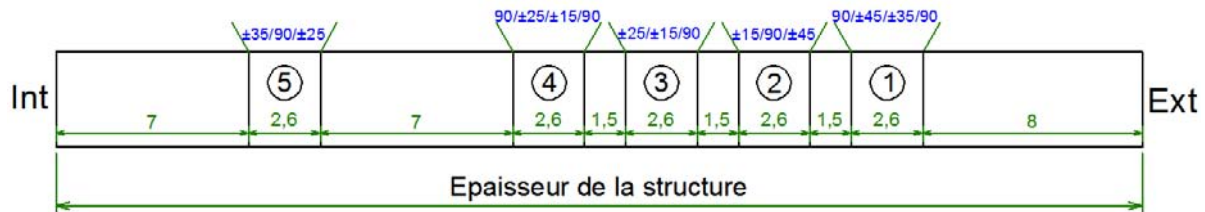


figure II-29 : Repérage des zones scannées au microtomographe dans l'épaisseur de la structure

Ces zones, numérotées de 1 (pour celle située le plus à l'extérieur de l'épaisseur) à 5 (pour celle le plus à l'intérieur), sont représentatives de l'ensemble des orientations des couches du composite. De plus, elles contiennent toutes une couche à  $90^\circ$  ce qui nous permettra de suivre l'évolution, dans l'épaisseur et sur une couche d'orientation donnée, du taux de porosités.

## II.5.1.2 Résultats expérimentaux issus de la microtomographie

### II.5.1.2.1 Morphologie des porosités observées

L'intérêt majeur de la microtomographie est de pouvoir visualiser les porosités en trois dimensions dans le matériau composite. Les constats particulièrement intéressants que nous avons pu faire sont que les porosités ont :

- Une forme très allongée (en moyenne leur longueur vaut 5 fois leur diamètre),
- Une orientation préférentielle de leur axe suivant la direction des fibres (cf. figure II-30).

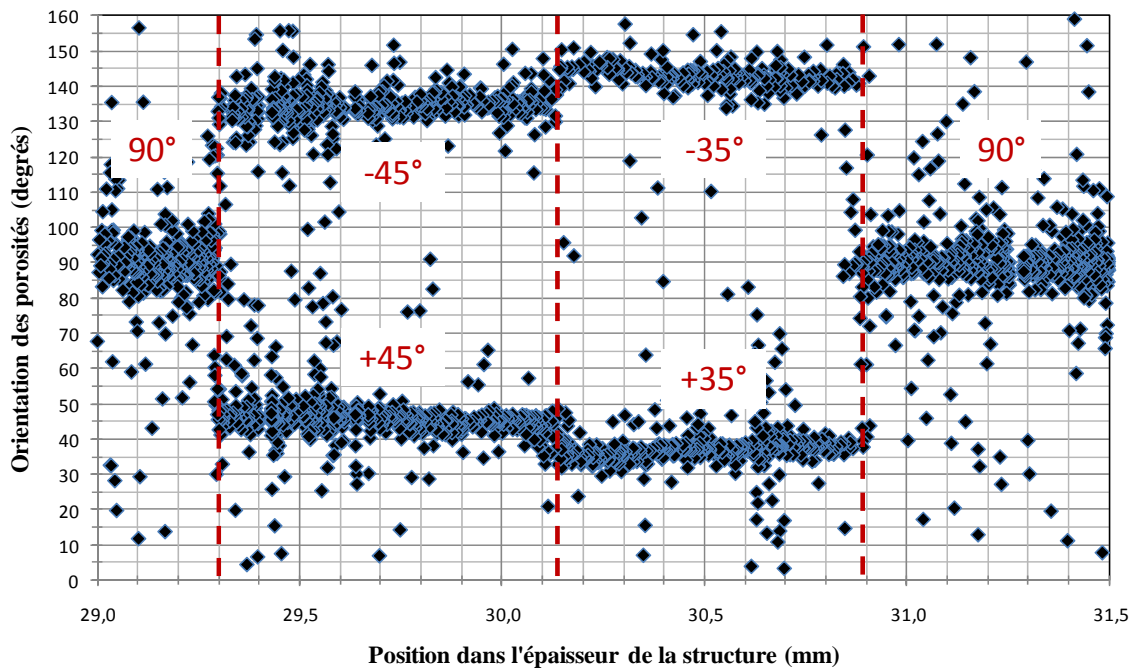


figure II-30 : Orientation des porosités dans l'épaisseur de la structure (exemple de la zone n°1)

Ces constats sont intimement liés au mode de réalisation par enroulement filamentaire du matériau et éventuellement à un défaut d'imprégnation des fibres. Ainsi, nous avons vérifié les hypothèses que font l'ensemble des auteurs qui s'intéressent à la quantification du taux de porosités par analyse d'images.

La figure II-31 donne l'exemple d'une couche à  $\pm 45^\circ$  et d'une couche à  $90^\circ$  issues de la zone n°2 ; le plan représenté en bleu est orienté à  $0^\circ$ , parallèlement à l'axe du réservoir et sert ici de référence. Une double orientation des porosités à  $+45^\circ$  et  $-45^\circ$  peut être constatée sur la couche à  $\pm 45^\circ$  alors que la couche à  $90^\circ$  présente essentiellement des porosités unidirectionnelles dans cette direction. Il s'agit donc de porosités liées au bobinage.



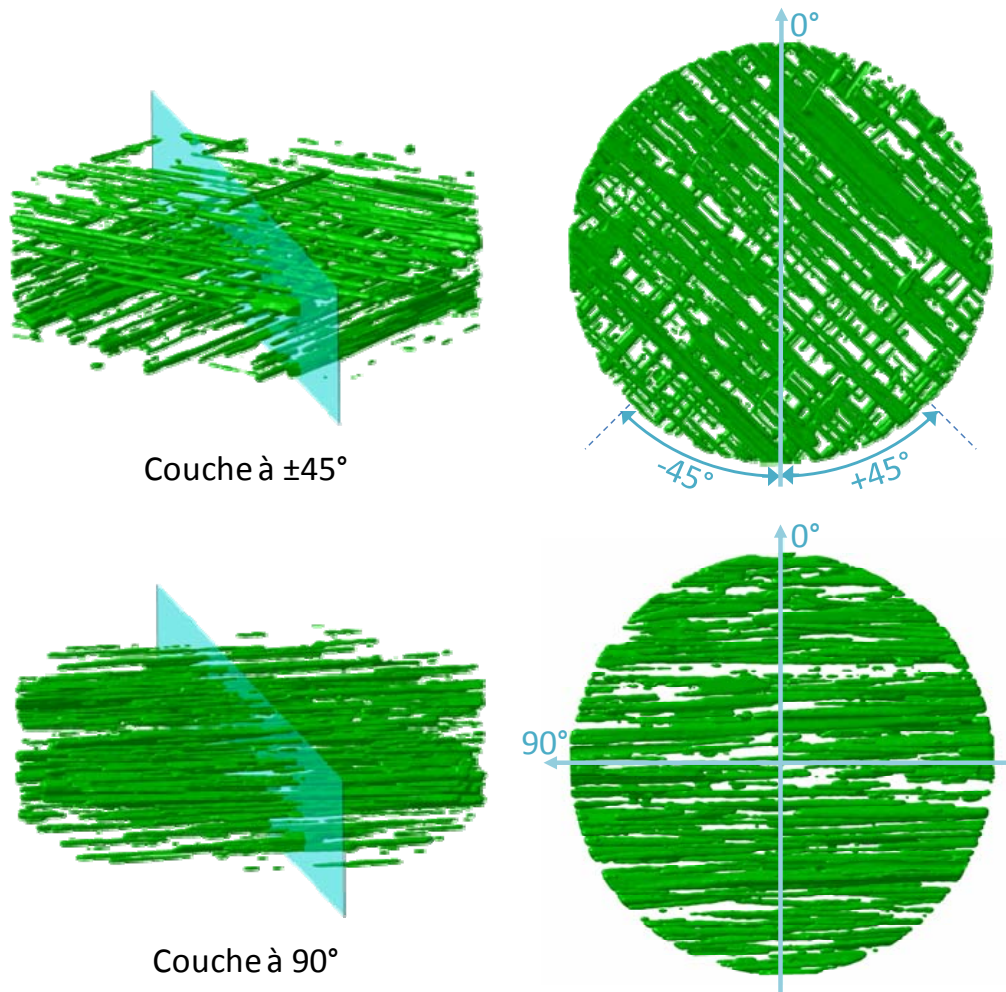


figure II-31 : Visualisation 3D de l'orientation des porosités dans une couche à  $\pm 45^\circ$  et une couche à  $90^\circ$  issues de la zone n°2 des scans microtomographiques

Certains auteurs [Rousseau et al, 1999; Ledru, 2009] ont pu constater, à partir d'observations micrographiques, que les plus grosses porosités se trouvaient à l'interface entre couches. C'est en effet, ce qui peut être observé sur la figure II-32 puisque parmi les porosités de géométrie classique (ellipsoïdale plus ou moins allongée), certaines sont plus irrégulières et massives.



figure II-32 : Porosités à l'interface des couches  $\pm 45^\circ$  et  $90^\circ$  dans la zone 2 en perspective et en vue de dessus

Le fait que les zones inter-couches soient localement plus riches en résine est certainement à l'origine de moins de contraintes exercées sur les bulles de gaz lors de leur formation et/ou de leur développement dans le composite.

#### II.5.1.2.2 Caractérisation globale sur les volumes scannés

Les cinq taux volumiques de porosités calculés à partir des analyses microtomographiques sont présentés sur la figure II-33.

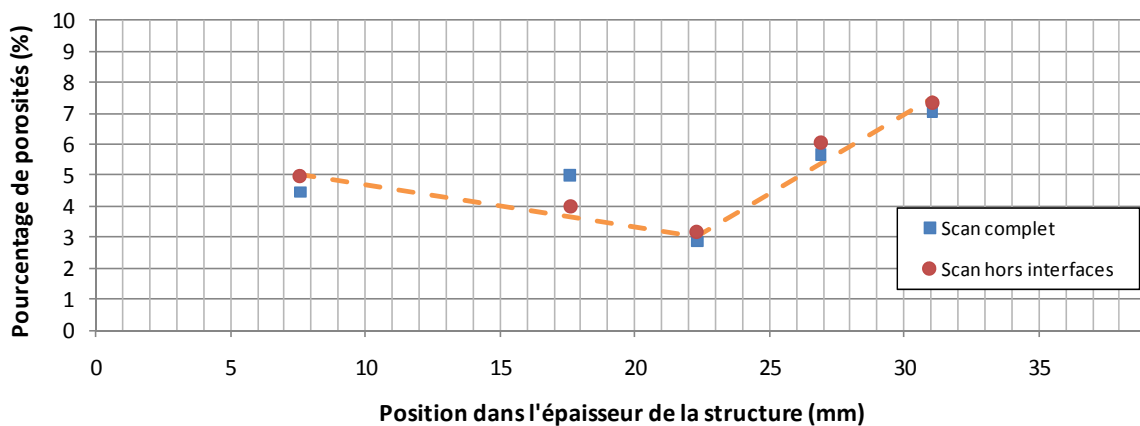


figure II-33 : Taux de porosité dans les volumes scannés avec et sans les interfaces entre couches en fonction de la position dans l'épaisseur

Du fait de l'éventuelle présence de porosités plus massives aux interfaces entre couches d'orientation différentes, nous avons souhaité faire la distinction entre les taux de porosités calculés sur l'ensemble du volume scanné (incluant les interfaces entre couches) et ce volume hors interface.

Les points correspondants au taux volumique de porosités calculé sur le volume complet de la figure II-33 montrent qu'il est, en fait, du même ordre que lorsqu'il est calculé hors interfaces, sauf pour la zone située à 17,6mm.

De manière générale, le taux volumique de porosités diminue légèrement de l'intérieur au centre et augmente ensuite du centre vers l'extérieur. Ces deux tendances sont à rattacher à deux effets distincts :

- Lors du bobinage et de la polymérisation, les inclusions de gaz ont tendance à migrer pour s'échapper de la matière (en partie du fait du compactage) ce qui pourrait donc expliquer que le taux de porosités diminue de l'intérieur au centre,
- Le manque de compactage en fin de bobinage et le durcissement de la matière plus rapide en surface pendant la cuisson seraient à l'origine de l'augmentation de la teneur en porosités du centre vers l'extérieur.

A notre connaissance, aucun auteur ne s'est intéressé à la variation du taux de porosités dans les structures épaisses bobinées. L'analyse que nous proposons ici est donc basée sur des généralités physiques liées au procédé de réalisation et de cuisson.

Néanmoins, l'étude des différents scans superpose l'effet de la position dans l'épaisseur et de l'orientation des couches du volume scanné. Nous avons donc choisi d'analyser le taux volumique de porosités couche par couche pour vérifier la tendance générale précédemment identifiée et pour dissocier les effets de l'orientation des couches et de la position dans l'épaisseur.

### **II.5.1.2.3     *Caractérisation à l'échelle des couches***

La figure II-34 permet de visualiser la variation du taux volumique de porosités suivant la position et l'orientation des couches analysées.

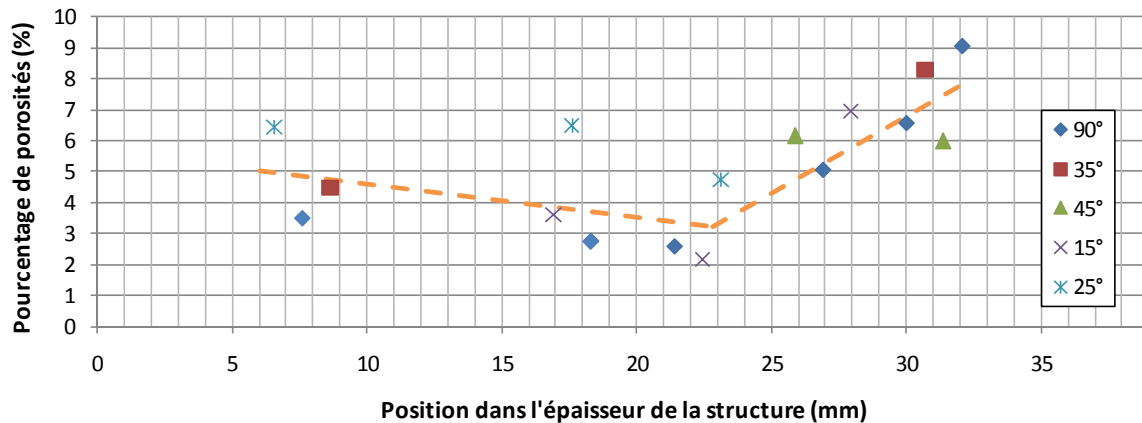


figure II-34 : Taux de porosité couche par couche en fonction de la position dans l'épaisseur

Cette analyse montre que les deux tendances globales dégagées précédemment (diminution puis augmentation) se retrouvent à l'échelle des couches sur le tracé orange en pointillés, notamment dans les couches à 90° qui sont présentes sur les cinq scans. Les deux couches à  $\pm 35^\circ$  montrent une augmentation du taux de porosités entre l'intérieur et l'extérieur de la structure. Celles à  $\pm 25^\circ$  reflètent une diminution de la teneur en porosités de l'intérieur au centre et l'augmentation du centre à l'extérieur, avec un taux de porosités plus grand à l'extérieur qu'à l'intérieur.

On notera néanmoins que les couches à  $\pm 25^\circ$  présentent un écart maximal de 60% sur le scan n°4 (à 17,5mm dans l'épaisseur) par rapport à la tendance globale.

Pour conclure, le taux volumique de porosités suit l'évolution globale, pour toutes les couches, présentée sur la figure II-35. Cette tendance sera utilisée dans l'étude de sensibilité correspondante dans le chapitre IV.

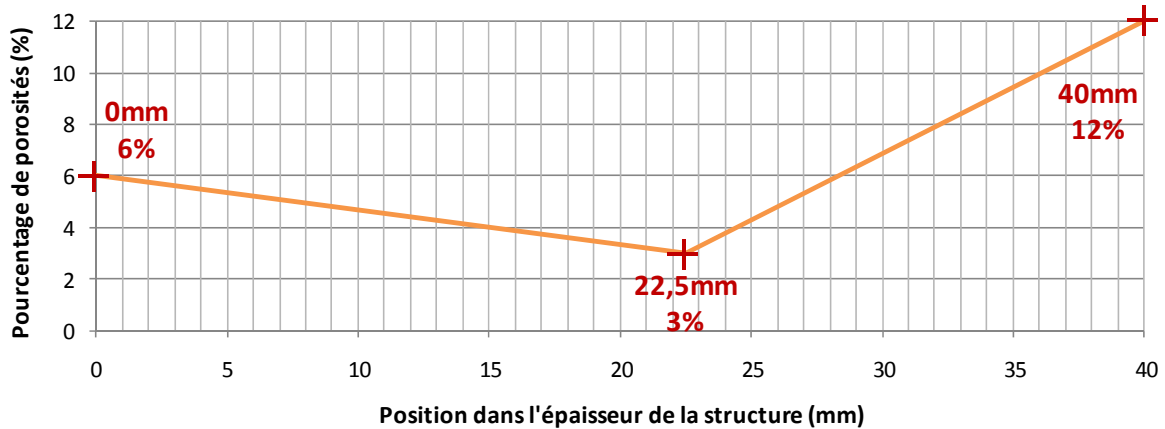


figure II-35 : Tendance de variation du taux volumique de porosités dans l'épaisseur de la structure

## II.5.2 Détermination du taux de fibres

On souhaite dans cette partie déterminer le taux de fibres ainsi que son éventuelle variation dans l'épaisseur de la structure bobinée. Dans un premier temps, deux méthodes d'analyse ont été comparées à la méthode normalisée de dissolution chimique de la résine sur des matériaux composite carbone/époxy de référence. La plus probante sera appliquée à la caractérisation du tube épais.

### II.5.2.1 Choix de la méthode d'analyse

Nous voulons avoir accès au taux de fibres à une échelle réduite par rapport à l'épaisseur de la structure. Nous avons choisi de tester la validité d'une méthode « semi-locale », la solvolysse supercritique et d'une méthode locale, l'analyse d'images. Nous présentons donc ici ces différentes méthodes et les comparerons à la méthode de référence (la dissolution chimique normalisée).

Nous avons souhaité tester ces méthodes sur un matériau de référence présentant peu de porosités et une épaisseur relativement faible. Ainsi, nous avons réalisé des plaques de matériau composite dont la cuisson a été réalisée en autoclave. Ces conditions de cuisson permettent d'avoir un taux de porosités faible pour se placer dans la situation où seules deux phases sont en présence (les fibres et la matrice).

#### II.5.2.1.1 Matériau d'étude

Deux plaques carrées de 160mm de côté et d'environ 4,5mm d'épaisseur ont été réalisées par empilement de préimprégné UD CYCOM 977-2 (carbone/époxy).

La première plaque est unidirectionnelle et la seconde a comme stratification  $[+5/-5/+20/-20/90]_s$  que nous noterons par la suite  $[\pm 5/\pm 20/90]_s$ . Ces empilements ont été choisis afin de représenter à la fois un empilement simple (UD) et le type d'empilement que l'on peut rencontrer dans un réservoir.

La polymérisation de la résine a eu lieu suivant le cycle de cuisson recommandé par le fabricant (température de palier de 180°C) en autoclave sous 7bar de pression.

Après avoir été détournée sur plusieurs centimètres, chacune de ces plaques est ensuite découpée en six morceaux (cf. figure II-36). Les morceaux 1, 3 et 5 seront utilisés pour la méthode par dissolution chimique alors que les morceaux 2, 4 et 6 le seront pour la méthode par solvolysé supercritique.

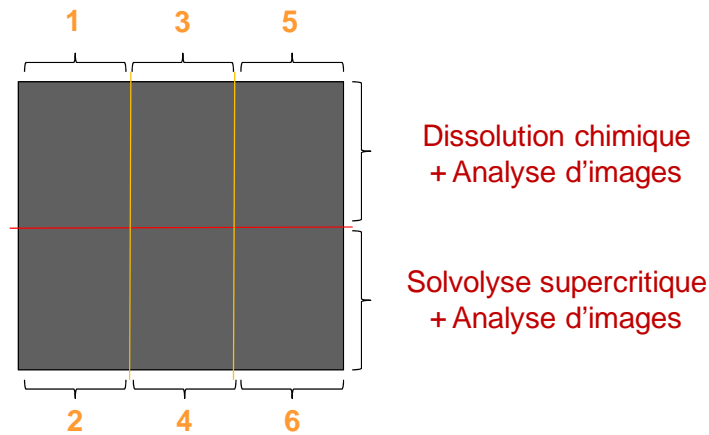


figure II-36 : Représentation schématique d'une plaque (numérotation et utilisation)

Les deux plaques sont alors différenciées pour les découpes des échantillons, à l'aide d'une scie diamantée (cf. figure II-37).

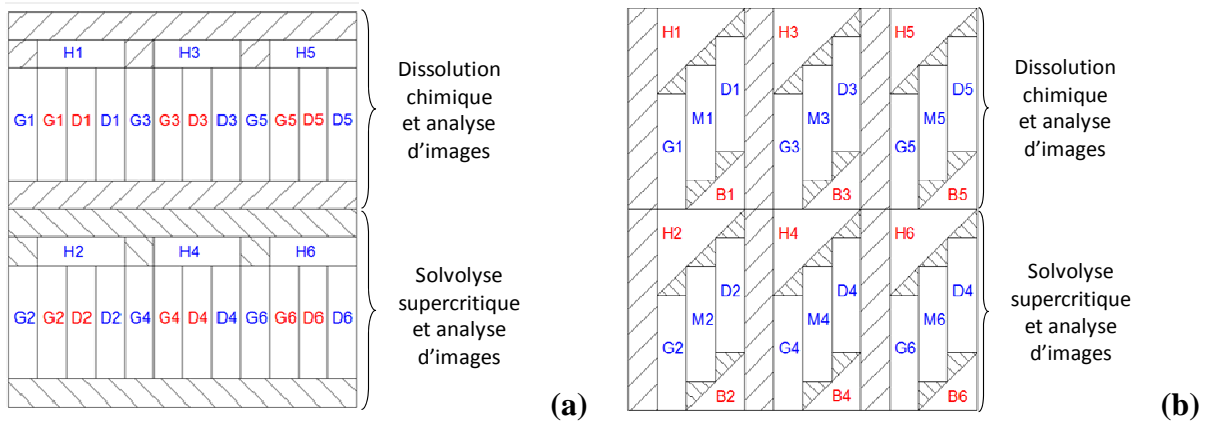


figure II-37 : Placement des échantillons sur la plaque (a) UD et (b)  $[\pm 5/\pm 20/90]_s$

Les échantillons sont représentés en rouge pour l'analyse d'image. Ceux référencés en bleu sont utilisés soit pour la dissolution chimique (dans la partie haute de la plaque) soit pour la solvolysse supercritique (dans la partie basse). Les découpes des échantillons assurent que les observations se font dans un plan perpendiculaire aux fibres pour la plaque UD et dans un plan à 45° (biaisé) pour la plaque  $[\pm 5/\pm 20/90]_s$ , afin de pouvoir analyser en une seule fois l'ensemble des couches.

Les échantillons utilisés pour la dissolution chimique et la solvolysse supercritique sont de même taille, soit 25mm x 10mm.

#### **II.5.2.1.2      *Dissolution chimique***

Il s'agit dans cette partie de préciser les conditions de réalisation des dissolutions chimiques conduites par Rescoll (Société de recherche accréditée COFRAC et NADCAP à Pessac) et d'en fournir les principaux résultats.

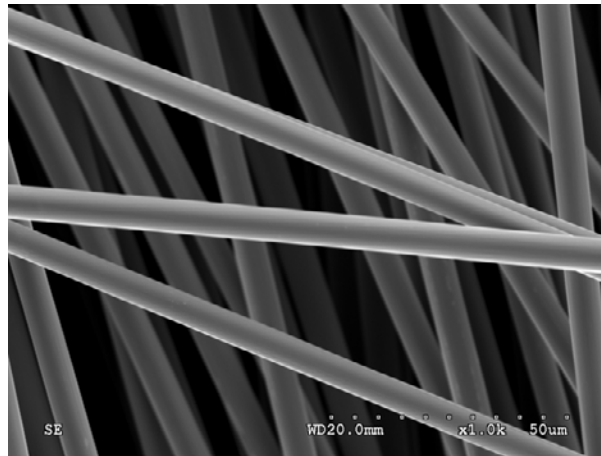
##### **II.5.2.1.2.1      *Conditions expérimentales***

Il existe trois méthodes de dissolution chimique normalisées pour la résine époxyde utilisant l'acide nitrique, l'acide sulfurique ou l'hydroxyde de potassium (norme **NF EN 2564**). C'est l'acide sulfurique en association avec le peroxyde d'hydrogène qui a été utilisé dans notre cas. Cette méthode fournit des fractions volumiques de fibres précises à 0,5%.

Les échantillons sont pesés avant et après dissolution de la résine. C'est donc cette variation de masse qui permet, par l'intermédiaire de la masse volumique des constituants, de calculer la fraction volumique de fibres. La densité du composite permet également d'avoir une évaluation du taux de porosités, ce qui nous permettra de vérifier que celui-ci est négligeable.

##### **II.5.2.1.2.2      *Résultats***

La dissolution de la résine par cette méthode est complète comme le montre l'absence de résidus lors de l'observation, au microscope électronique, des fibres après traitement (cf. figure II-38).



*figure II-38 : Cliché MEB des fibres après traitement par dissolution chimique*

La liste exhaustive des résultats est présentée en **annexe 3**. Globalement, la plaque UD présente un taux de fibres légèrement plus élevé que la plaque  $[\pm 5/\pm 20/90]_s$ , respectivement 59,42% et 58,57%. L'écart type est également légèrement plus grand pour le taux de fibres calculé sur la plaque UD (0,80% contre 0,72%).

### **II.5.2.1.3 Solvolyse supercritique**

La solvolyse supercritique est une technique récemment développée dans le domaine du recyclage des matériaux composite à fibres de carbone et à matrice thermodurcissable. Notre intérêt s'est porté sur cette technique parce qu'elle permet de récupérer les fibres dans l'ordre d'empilement initial de la structure. Nous allons donc décrire son principe ainsi que les conditions opératoires utilisées avant de présenter les résultats obtenus.

#### **II.5.2.1.3.1 Technique et conditions expérimentales**

L'appellation de solvolyse supercritique est utilisée pour décrire ici un procédé d'hydrolyse de la résine par de l'eau supercritique. En effet, lorsque l'eau est portée à une température supérieure à sa température critique (374.1°C) et sous une pression supérieure à sa pression critique (221bar), elle permet par une réaction radicalaire de couper les liaisons présentes dans la structure macromoléculaire des polymères [Piñero-Hernanz et al, 2008; Bai et al, 2010; Loppinet-Serani et al, 2010]. C'est donc dans ces conditions que nous allons utiliser l'eau pour extraire la résine du composite. Par rapport aux travaux de recherche cités précédemment, nous nous sommes placés dans des conditions de température et pression préconisées (400°C et 250bar) mais pendant un temps de réaction surestimé de façon à s'assurer que l'hydrolyse soit maximale. De telles conditions de pression et de température ne conduisent pas à une dégradation des fibres [Bai et al, 2010].



La solvolyse a lieu sous flux d'eau supercritique continu (1150g/h en régime stationnaire). Trois séries de traitement contenant chacune six échantillons de même taille ont été réalisées. La masse de résine à hydrolyser étant relativement constante d'une série à l'autre, nous avons pu conserver un même débit d'eau ainsi qu'un même temps pour tous les traitements. La faible vitesse du flux (de l'ordre de quelques centimètres par seconde) permet de retrouver les couches dissociées après traitement. Cette caractéristique nous permettrait donc de déterminer le taux de fibres « semi-local » dans la mesure où les taux de fibres de chaque couche d'orientation différente pourraient être calculés.

La réaction d'hydrolyse se fait dans un réacteur cylindrique de 30mm de diamètre intérieur sur une hauteur utile de 120mm. Les six échantillons sont répartis dans la hauteur du réacteur de façon à pouvoir les récupérer après traitement dans l'ordre dans lequel ils ont été déposés.

La détermination de la fraction volumique de fibres se fait de la même manière que pour la dissolution chimique, avec la pesée des masses initiales et finales des échantillons (en connaissant la masse volumique du composite et de la matrice) et en supposant nul le taux de porosités.

#### **II.5.2.1.3.2 Résultats**

Globalement (l'ensemble des résultats étant présenté en **annexe 3**), la plaque UD présente un taux de fibres bien plus élevé que la plaque  $[\pm 5/\pm 20/90]_s$ , respectivement 64,24% et 60,83%. L'écart type est également plus important pour le taux de fibres calculé sur la plaque UD (1,31% contre 0,65%).

Les échantillons issus de la plaque UD se présentent après traitement sous la forme d'un seul bloc (cf. figure II-39). Ils conservent leur épaisseur initiale et un état de surface lisse qui assure la cohésion de l'ensemble.

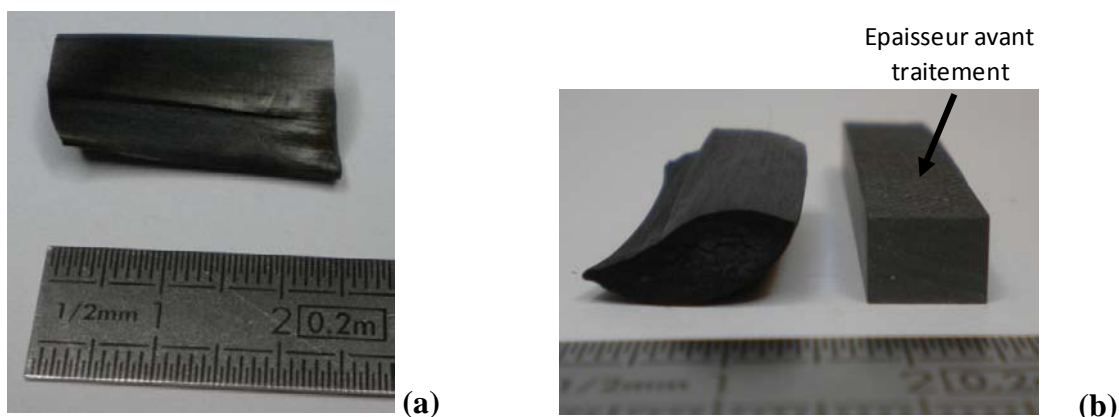


figure II-39 : Photographie dans le sens de la longueur (a) et de la largeur (b) de l'échantillon UD D6 après solvolysé supercritique

Les échantillons de la plaque  $[\pm 5/\pm 20/90]_s$  se décomposent, quant à eux, en autant de morceaux que de couches d'orientations différentes dans l'empilement initial (cf. figure II-40).

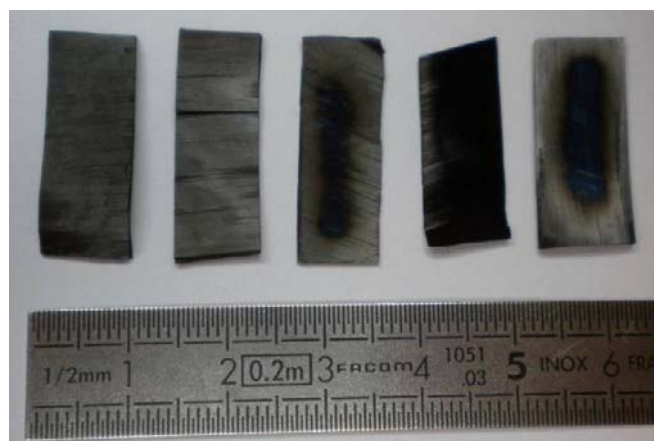
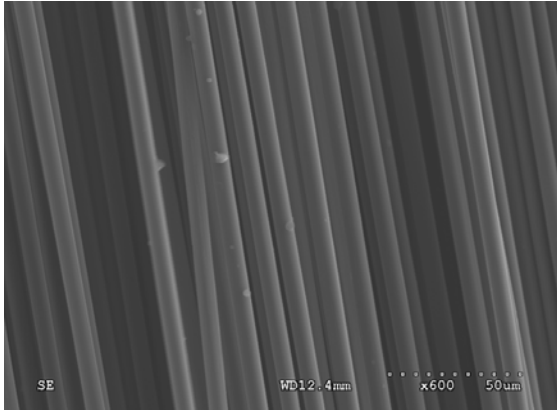
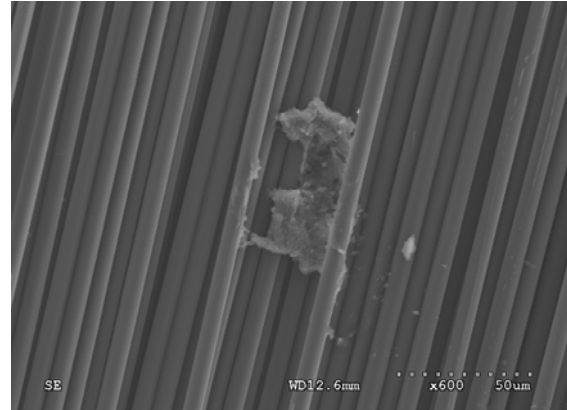


figure II-40 : Photographie des couches  $+5^\circ$ ,  $-5^\circ$ ,  $+20^\circ$ ,  $-20^\circ$  et  $90^\circ$  de l'échantillon M4 après solvolysé supercritique

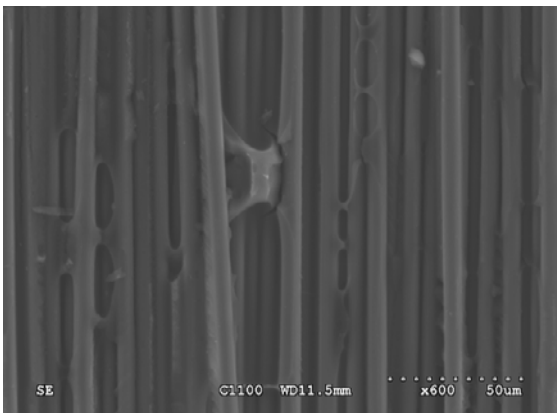
Ce constat sur l'apparence des échantillons après traitement (surprenant au vue des pertes de masses subies) nous a conduits à les observer au microscope électronique à balayage. Sur la majorité de la surface des échantillons observés, les fibres sont propres (cf. figure II-41). Deux types de résidus sont présents : les particules lisses, ancrées dans au moins une fibre ou à l'interface entre deux (cf. figure II-43 et figure II-44) et les particules non géométriques qui semblent posées sur les fibres (cf. figure II-42).



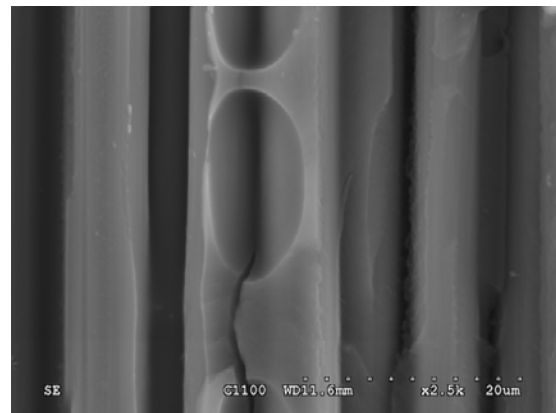
*figure II-41 : Image MEB caractéristique de l'ensemble des échantillons après solvolyse*



*figure II-42 : Image MEB d'un type de dépôt rare correspondant à l'attaque du montage*



*figure II-43 : Image MEB des résidus de résine présents dans les échantillons UD*



*figure II-44 : Image MEB zoomée d'un résidu de résine des échantillons UD*

Des analyses par rayons X de ces deux types de particules nous permettent de les attribuer respectivement à des résidus de résine et à des dépôts parasites liés à l'oxydation du montage d'essai (réacteur et support) en inconel. En effet, concernant ce dernier point (relativement anecdotique malgré tout), ce sont du fer, de l'oxygène, du chrome et du nickel qui composent ces dépôts.

Quantitativement plus présents que les dépôts liés à l'oxydation du montage, les résidus de résine sont également bien plus nombreux sur les échantillons de la plaque UD. Ces observations sont cohérentes avec la différence de plus de 3% de taux de fibres entre les deux types de plaques.

La faible vitesse du flux conduit à un nombre de Reynolds faible (pas d'agitation, pas de mélange) et donc un écoulement du fluide de type laminaire. L'hypothèse que nous avons retenue pour expliquer la quantité de résine résiduelle sur les échantillons UD est que le flux continu d'eau supercritique, qui se déplace suivant le sens de l'épaisseur de l'échantillon, a, de par son écoulement laminaire, moins de facilité à accéder aux interfaces entre deux couches que dans un échantillon  $[\pm 5/\pm 20/90]_s$  (cf. figure II-45).

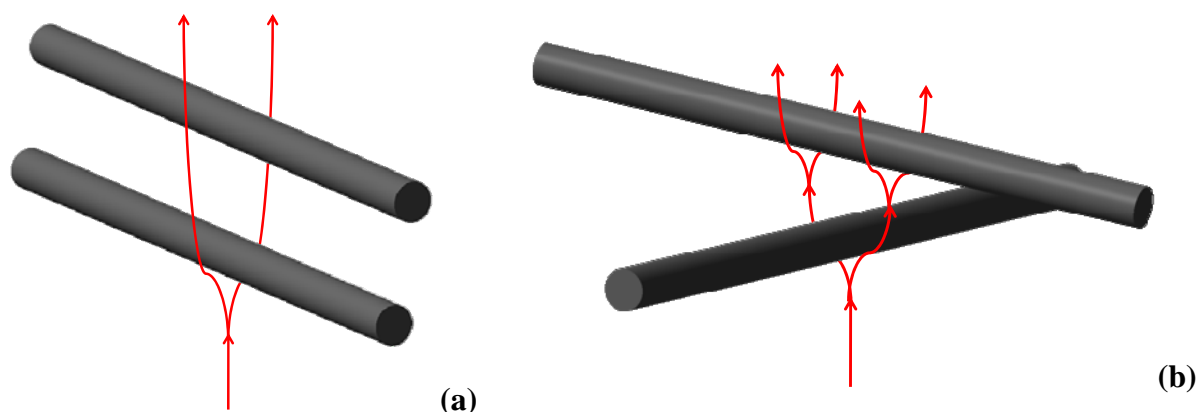


figure II-45 : Représentation schématique du flux d'eau supercritique dans un échantillon de type (a) UD et (b)  $[\pm 5/\pm 20/90]_s$

Le placement des fibres en quinconce permet non seulement de casser l'écoulement linéaire du flux mais également de l'agiter ce qui a tendance à augmenter l'échange dans la réaction radicalaire avec la résine. De plus, nous avons vérifié que la dispersion entre les résultats au sein des deux plaques ne provenait pas de la position des échantillons dans le réacteur puisque les observations sont équivalentes pour les échantillons en bas et en haut du réacteur.

#### II.5.2.1.4 Analyse d'images

Le chapitre I a montré que l'analyse d'images était une méthode largement utilisée dans la détermination de la fraction volumique de fibres et qu'elle permet surtout d'avoir accès à des informations à une échelle locale dans le matériau composite.

##### II.5.2.1.4.1 Conditions expérimentales

Chaque échantillon a été enrobé puis poli avec différents papier SiC et des suspensions de polissage fin jusqu'à  $0,05\mu\text{m}$ . En effet, la préparation des échantillons est primordiale en analyse d'images qu'il s'agisse bien sûr de la qualité du polissage mais également de l'absence de résidus de polissage (trainées noires liées à l'utilisation de suspensions de polissage).

Les autres paramètres fondamentaux sont ceux relatifs à la prise d'images. En effet, il faut absolument éviter toutes les opérations automatiques de type autofocus ou encore des corrections d'éclairage automatiques. Il est nécessaire que les géométries des éléments observés soit conservées (pas de distorsion liée à l'autofocus par exemple) et que l'éclairage soit homogène. En effet, il faut que toutes les fibres aient, quelle que soit leur localisation sur l'échantillon et d'un échantillon à l'autre, la même « couleur », c'est-à-dire le même niveau de gris. Dans un premier temps, nous avons donc pris soin de figer les paramètres d'éclairage et d'acquisition du microscope optique lors de la prise de vue (luminosité, type d'éclairage, ouverture de l'objectif, temps de pause...).

Le traitement et l'analyse des images assemblées sont réalisés avec un outil de calcul numérique à partir des outils intégrés au logiciel et de programmes spécifiquement développés. Chaque échantillon découpé dans les plaques suivant les indications de la figure II-37 a été observé en trois bandes aléatoirement réparties sur le long de la face polie. Chaque bande (cf. figure II-46) a donc pour longueur, l'épaisseur de l'échantillon composite (en moyenne, après recadrage, 4,3mm) et pour largeur, la taille d'une image au grossissement choisi (soit  $300\mu\text{m}$ ). Le choix du grossissement fixe la taille d'un pixel qui est, dans notre cas, de  $0,26\mu\text{m} \times 0,26\mu\text{m}$ .

Sur la figure II-46, la grande image centrale représente une bande avec dans la direction horizontale, l'épaisseur de l'échantillon. Pour déterminer la fraction volumique de fibres dans un morceau de la plaque, on utilise au total une surface d'environ  $7,74\text{mm}^2$ .

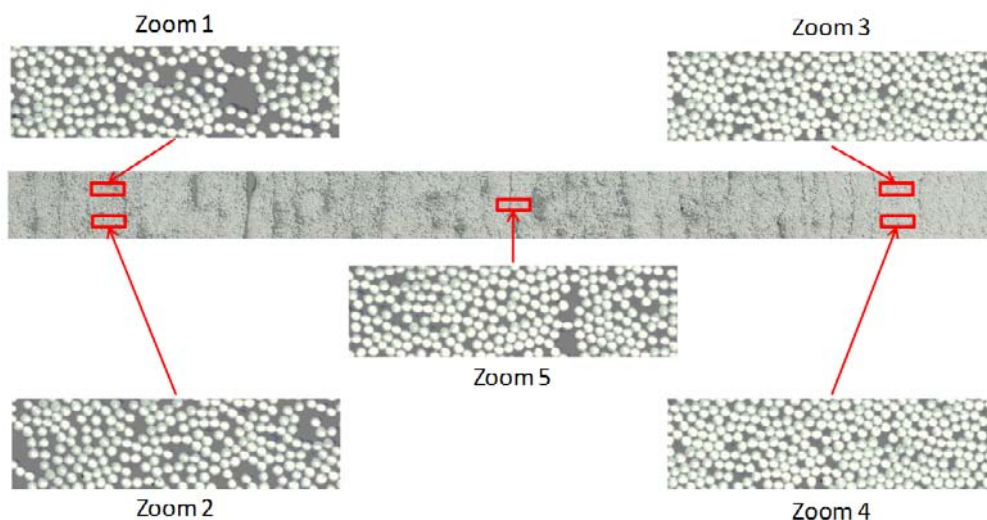


figure II-46 : Localisation des zooms utilisés pour valider la valeur du seuil à l'échelle de la bande

#### II.5.2.1.4.2 Mise au point de l'outil d'analyse d'images par seuillage

La méthode de détermination du taux de fibres par seuillage nécessite de choisir une valeur de niveau de gris seuil. Tous les pixels ayant un niveau de gris supérieur à cette valeur sont attribués à des fibres alors que tous ceux ayant un niveau inférieur sont attribués à la matrice.

L'application d'un filtre binaire (transformant tous les pixels dont le niveau de gris est au-dessus de la valeur seuil en blanc et tous ceux qui sont en-dessous en noir) permet de s'assurer que le choix de la valeur seuil est correct, c'est-à-dire qu'il n'y ait pas de pixels noirs dans les fibres et de pixels blancs dans la matrice. Cette vérification est illustrée, dans le tableau suivant, pour deux zooms de la bande présentée sur la figure II-46.

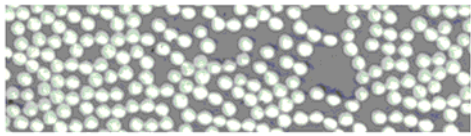
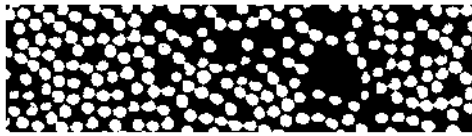
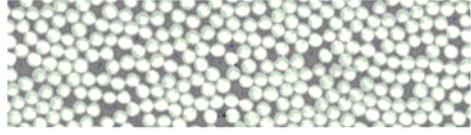
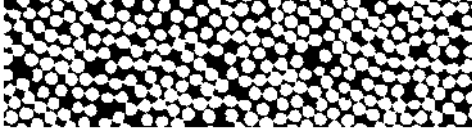
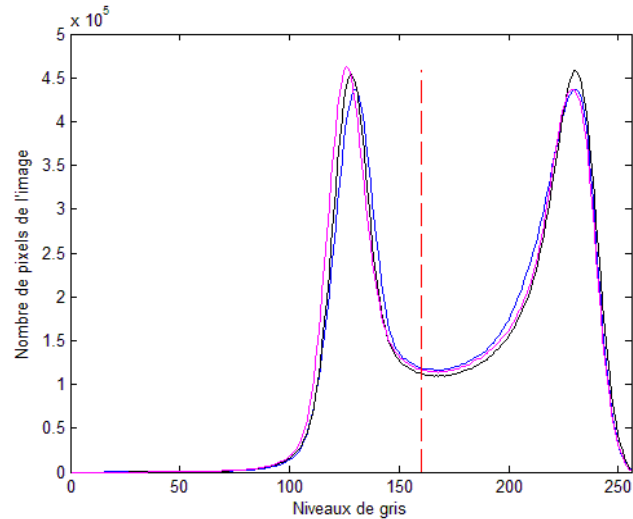
	Avant traitement	Après traitement pour une valeur seuil donnée
Zone 1		
Zone 3		

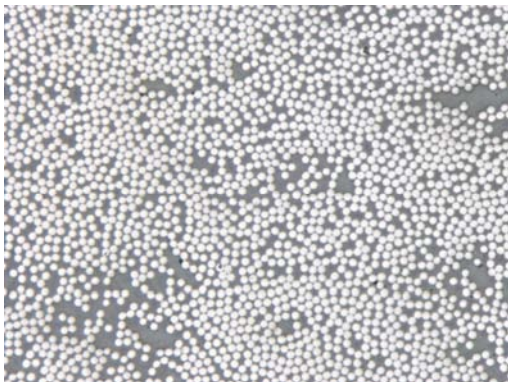
tableau II-2 : Comparaison de l'effet de la valeur seuil pour une image sur différents zooms

Il est alors nécessaire de s'assurer que la même valeur seuil soit applicable, dans un premier temps, sur différentes bandes d'un même échantillon et dans un deuxième temps, sur des échantillons différents issus de la plaque UD. Pour ce faire, les histogrammes de répartition des pixels en fonction de leur niveau de gris sur trois bandes distinctes d'un échantillon ont été superposés (cf. figure II-47). Les positions des pics correspondant aux pixels représentatifs des fibres et de la matrice sont identiques ce qui assurent que la valeur seuil choisie sur une zone est valable sur l'ensemble de l'échantillon.

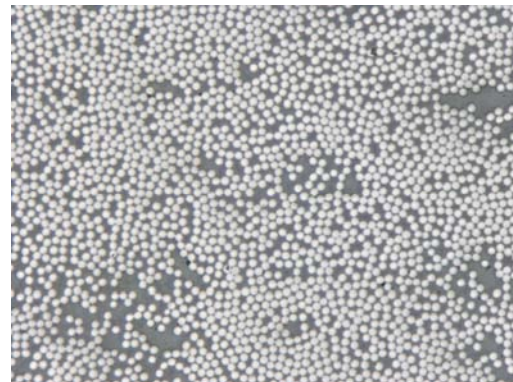


*figure II-47 : Superposition des histogrammes de répartition des pixels pour trois zones distinctes sur un même échantillon*

En ce qui concerne l'utilisation d'une même valeur seuil quelle que soit l'échantillon observé, il s'avère que les conditions d'éclairage ne sont pas les seules responsables de variation de luminosité des échantillons. En effet, nous avons pu constater qu'une même technique de polissage ne conduit pas au même rendu en termes de luminosité sur les échantillons. Ce constat est également imputable au « vieillissement » des échantillons, un intervalle d'un mois modifiant l'aspect de surface d'un échantillon. Pour illustrer ce phénomène, une image de référence (cf. figure II-49) a été volontairement surexposée (figure II-48) et sous-exposée (cf. figure II-50).



*figure II-48 : Image surexposée*



*figure II-49 : Image de référence pour l'exposition*

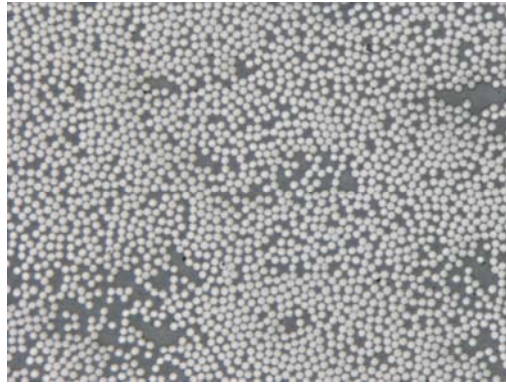


figure II-50 : Image sous-exposée

Les histogrammes de répartition des pixels ne sont alors plus superposables (cf. figure II-51) ce qui ne permet pas d'utiliser une même valeur seuil pour l'ensemble des échantillons à analyser.

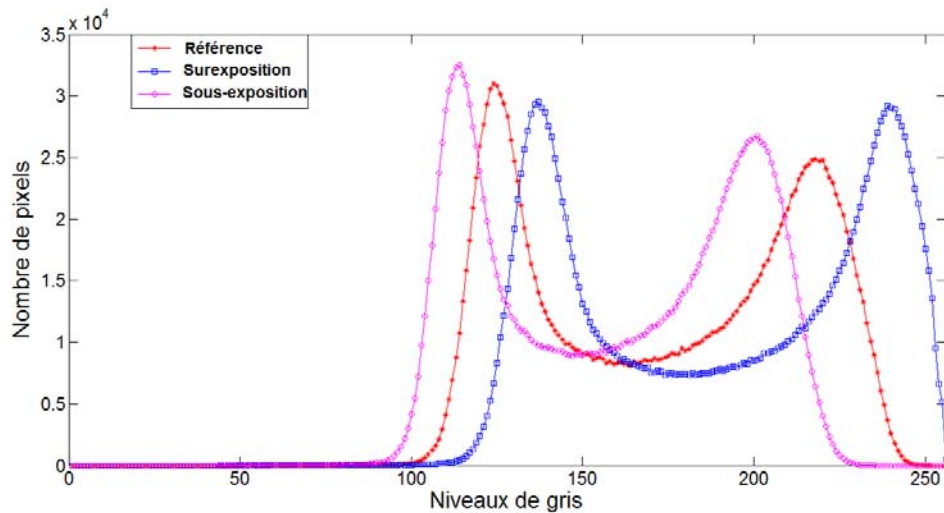


figure II-51 : Histogrammes de répartition des pixel en fonction de leur niveau de gris pour une même image sous différentes expositions

Une méthode de correction consistant à décaler et étirer les histogrammes a donc été développée pour s'affranchir de ces effets indésirables. L'objectif est de faire coïncider le niveau de gris des pics correspondant aux fibres et à la matrice de l'image à traiter avec ceux d'une image de référence. La correction se fait uniquement sur l'échelle des niveaux de gris à partir de l'équation suivante :

$$x_c = (x - x_m) \frac{\overline{x_f} - \overline{x_m}}{\overline{x_f} - \overline{x_m}} + \overline{x_m} \quad (\text{II.3})$$



Où  $x$  est le niveau de gris initial,  $x_c$  est le niveau de gris corrigé,  $\overline{x_m}$  et  $\overline{x_f}$  les niveaux de gris correspondant respectivement aux pics de matrice et de fibres sur l'image de référence et,  $x_m$  et  $x_f$  les niveaux de gris correspondant respectivement aux pics de matrice et de fibres sur l'image à corriger.

Le tableau suivant permet de comparer les fractions volumiques de fibres calculées à partir des histogrammes bruts et corrigés pour les différentes expositions d'images vues précédemment.

	<b>Taux de fibres sans correction (seuil 150)</b>	<b>Taux de fibres après correction (seuil 150)</b>	<b>Seuil « équivalent » sans correction des histogrammes</b>
<b>Image de référence</b>	62,50%	62,50%	150
<b>Image surexposée</b>	69,90%	61,91%	166
<b>Image sous-exposée</b>	56,75%	62,51%	138

tableau II-3 : Comparaison de l'effet de l'exposition sur le taux de fibres calculé avec ou sans correction des histogrammes de répartition des pixels suivant leur niveau de gris

Pour chaque image, une nouvelle valeur seuil de la répartition non corrigée peut être calculée. A titre indicatif, cette valeur est donnée pour chaque image dans le tableau précédent. Alors que les fractions volumiques de fibres calculées peuvent diverger de plus de 7% sur les images brutes, la correction des répartitions permet d'avoir un écart maximum de 0,6%. Cet ordre de grandeur sur l'erreur commise due à la prise de vue uniquement est comparable à celui de la méthode normalisée par dissolution chimique.

Néanmoins, l'inconvénient majeur de cette méthode par seuillage est que la détermination de la valeur seuil est faite par un opérateur. Il y a donc d'éventuelles variations de la fraction volumique calculée liées à ce choix [Cann et al, 2008; Kite et al, 2008; Ledru, 2009]. En effet, Kite a montré un écart de 10% sur la fraction volumique lors de l'utilisation de la méthode par seuillage par quatre individus différents.

#### II.5.2.1.4.3 Proposition d'une méthode d'analyse d'images par gaussiennes

Pour palier aux inconvénients de la méthode par seuillage, nous avons cherché à utiliser une technique plus systématique et robuste. La méthode d'analyse d'images proposée se base sur une approximation de la répartition expérimentale des pixels par une fonction

constituée de deux gaussiennes. Une optimisation automatisée permet d'identifier les paramètres géométriques des deux courbes gaussiennes représentant les deux distributions de niveau de gris. Elles correspondent alors, par ordre d'apparition, aux pixels représentatifs de la matrice et des fibres (cf. figure II-52).

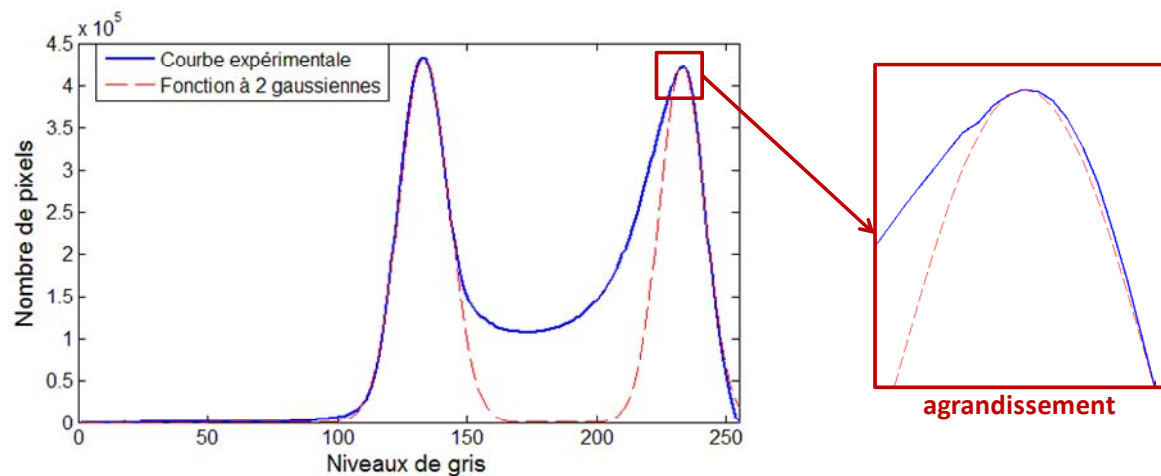


figure II-52 : Approximation de la répartition des pixels par une fonction à deux gaussiennes

Cette méthode permet d'identifier seulement 66% des pixels de l'image. Ceux non utilisés correspondent majoritairement aux interfaces fibre/matrice. Cette omission peut être à l'origine de la sous-estimation de la fraction volumique de fibres qui est calculée à partir du pic de droite à 47%.

On notera également que cette erreur d'estimation peut être liée à la difficulté d'optimiser les paramètres géométriques d'une gaussienne pour approximer le pic correspondant aux fibres. En effet, la variation de luminosité liée à un léger défaut d'orientation ou de vieillissement du polissage des fibres génère des hétérogénéités sur la distribution de ces pixels, comme le montre l'agrandissement de la figure II-52. Ce constat est encore plus visible dans le cas d'une coupe biaise, telle que sur une plaque  $[\pm 5/\pm 20/90]_s$  (cf. figure II-53).

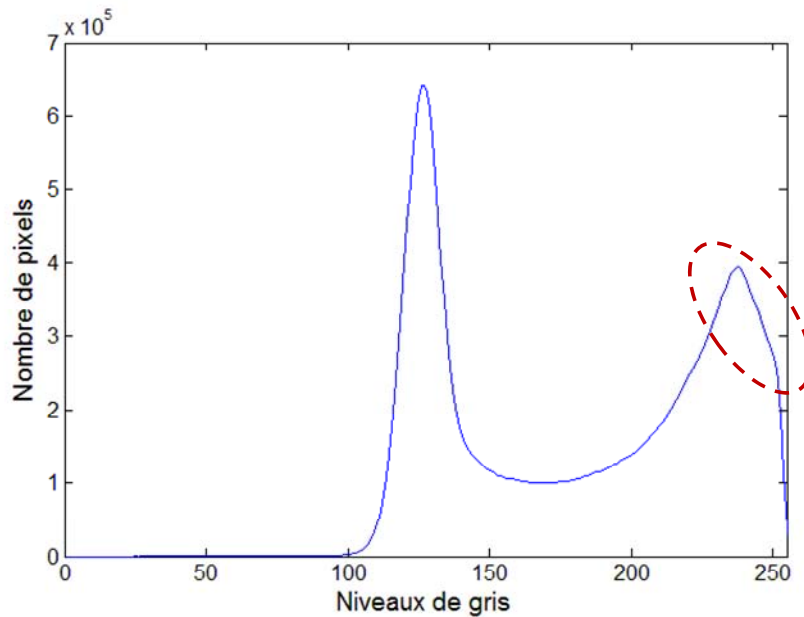


figure II-53 : Répartition des pixels en fonction de leur niveau de gris dans le cas d'une coupe biaisée sur un échantillon de la plaque  $[\pm 5/\pm 20/90]_s$

Cette méthode ne sera donc pas utilisée dans la suite puisqu'elle demanderait un grand nombre de plan de coupe différents pour analyser toute l'épaisseur du réservoir.

#### II.5.2.1.4.4 Résultats

L'analyse d'images par seuillage a nécessité la prise d'un grand nombre d'images et le recollage de ces images pour reconstruire les 36 zones (issues des 12 échantillons différents) utilisées dans l'analyse (cf. **annexe 3**).

Globalement, la plaque UD a un taux de fibres supérieur à celui de la plaque  $[\pm 5/\pm 20/90]_s$ , respectivement 59,12% et 58,15%. L'écart type est plus élevé pour le taux de fibres calculé sur la plaque UD (1,49% contre 1,07%). Ces valeurs sont relativement importantes et sont attribuables à l'échelle d'observation qui accentue les hétérogénéités dans la matière. Il s'agit d'un effet directement lié à l'utilisation d'un échantillonnage I.U.R. assurant une bonne représentativité du matériau [Ledru, 2009].

### II.5.2.1.5 Conclusion sur les méthodes d'analyse locales de la fraction volumique de fibres

Les fractions volumiques de fibres déterminées par dissolution chimique constituent notre référence dans le cas des plaques étudiées dans cette partie. Le tableau II-4 permet de comparer les valeurs obtenues par la solvolysé supercritique et l'analyse d'images avec cette référence.

<i>Fraction volumique de fibres (écart type)</i>	<b>Dissolution chimique</b>	<b>Solvolysé supercritique</b>	<b>Analyse d'images par seuillage</b>
<b>Plaque UD</b>	59,42% (0,80%)	64,24% (1,31%)	59,12% (1,49%)
<b>Plaque [<math>\pm 5/\pm 20/90</math>]<sub>s</sub></b>	58,57% (0,72%)	60,83% (0,65%)	58,15% (1,07%)

tableau II-4 : Récapitulatif des fractions volumiques de fibres déterminées par la dissolution chimique, la solvolysé supercritique et l'analyse d'images sur les plaques de référence

La solvolysé supercritique surestime le taux volumique de fibres du fait de la présence de résidus de résine sur les fibres à l'issue du traitement. L'analyse d'image par seuillage permet, grâce à la méthode de correction proposée, d'obtenir des teneurs en fibres comparables à celles calculées par la méthode normalisée. Les écarts types calculés sur les séries de données montrent une plus grande dispersion des résultats dans le cas de l'analyse d'images qui reflète les hétérogénéités du matériau à l'échelle d'observation. Enfin, concernant l'effet du facteur humain dans le choix de la valeur seuil, cette étude préliminaire peut être considérée comme un étalonnage fondamental pour s'assurer de la validité des mesures à venir.

L'analyse d'images par seuillage avec correction de la répartition des pixels est donc la méthode retenue pour l'étude de la fraction volumique de fibres dans l'épaisseur du réservoir.

## II.5.2.2 Analyse d'images dans l'épaisseur du réservoir

### II.5.2.2.1 Préparation des échantillons

Deux échantillons découpés dans le tube de 40mm d'épaisseur ont été préparés. Le matériau a été découpé suivant deux plans orthogonaux comme pour les essais de nano-indentation (perpendiculairement aux fibres à 90° pour l'un et aux fibres à 15° pour l'autre). Ainsi, les couches à 90° sont observées sur le premier échantillon et les autres couches sur le deuxième.

Chaque échantillon a été enrobé et ensuite poli avec différents papier SiC et des suspensions de polissage fin jusqu'à  $0,05\mu\text{m}$ .

L'interface entre les couches à  $\pm 15^\circ$  et  $\pm 25^\circ$  ou celle entre les couches à  $\pm 35^\circ$  et à  $\pm 45^\circ$  sont difficilement identifiables. Ainsi, dans l'étude à suivre, ces paires de couches sont regroupées et analysées ensemble.

### II.5.2.2.2 Epaisseurs des couches

Tout d'abord, l'épaisseur réelle des couches a été mesurée au microscope (cf. figure II-54) et doit être comparée à l'épaisseur théorique moyenne de 1,38mm.

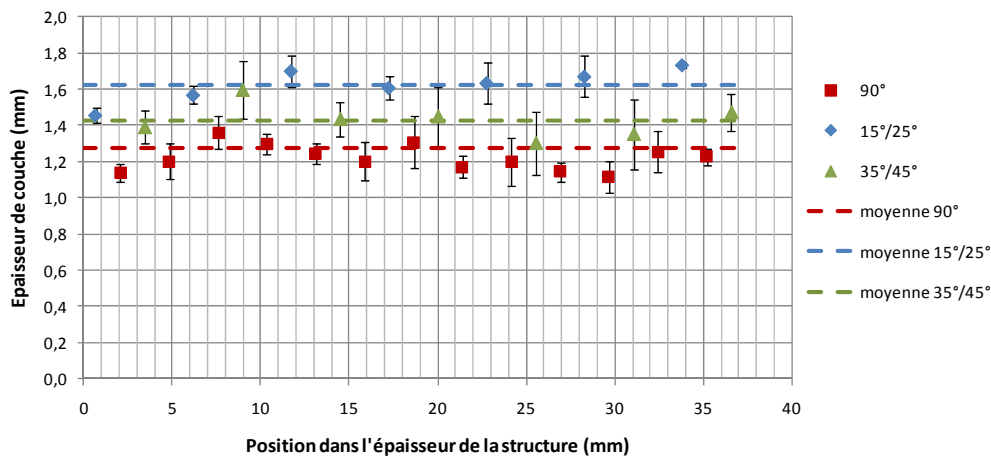


figure II-54 : Epaisseur des couches en fonction de leur orientation et de la position dans l'épaisseur de la structure

Ainsi, les couches ont des épaisseurs différentes suivant leur orientation : les couches à  $90^\circ$  sont les plus fines (1,28mm en moyenne), les couches à  $\pm 35^\circ/\pm 45^\circ$  ont une épaisseur moyenne de 1,43mm et les couches à  $\pm 15^\circ/\pm 25^\circ$  sont les plus épaisses avec 1,63mm en moyenne. Ce phénomène s'explique par le compactage naturellement lié à l'angle de dépose et à la tension circonférentielle qui est d'autant plus important que l'angle est proche de  $90^\circ$ . Néanmoins, quelques variations d'épaisseur peuvent également être constatées pour un ensemble de couches d'une même orientation. Etant données leur caractère aléatoire dans l'épaisseur, elles peuvent éventuellement être liées à l'essorage manuel réalisé ponctuellement par l'ouvrier lors du bobinage. La présence d'interfaces riches en résine (cf. figure II-55) pourrait également influencer sur les mesures réalisées même si celles-ci sont plus rarement rencontrées que les interfaces jointives (cf. figure II-56).

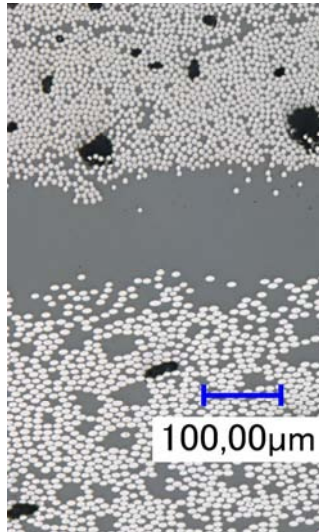


figure II-55 : Exemple d'interface entre couches riche en résine

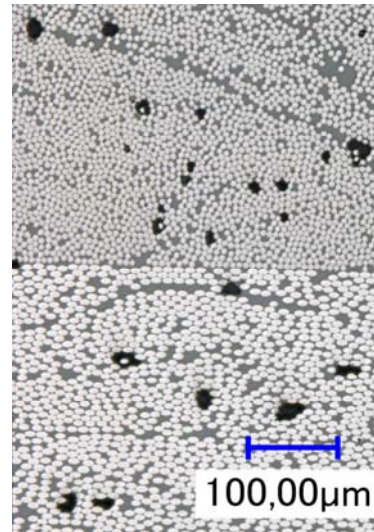


figure II-56 : Interface entre couches « classiques » sans excès de résine

### II.5.2.2.3 Fraction volumique de fibres

Le procédé d'enroulement filamentaire et les paramètres associé à la réalisation du tube sont tels que la quantité de fibres déposée pour une orientation donnée est identique quelle que soit sa position dans l'épaisseur. Sachant que l'épaisseur d'une couche varie aléatoirement dans l'épaisseur, la fraction volumique de fibres devrait présenter des variations relativement irrégulières. C'est d'ailleurs le cas pour les couches à  $\pm 15^\circ/\pm 25^\circ$  (cf. figure II-57) et pour les couches à  $\pm 35^\circ/\pm 45^\circ$  (cf. figure II-58) qui présentent respectivement une valeur moyenne de taux de fibres de 63% et de 65,6%.

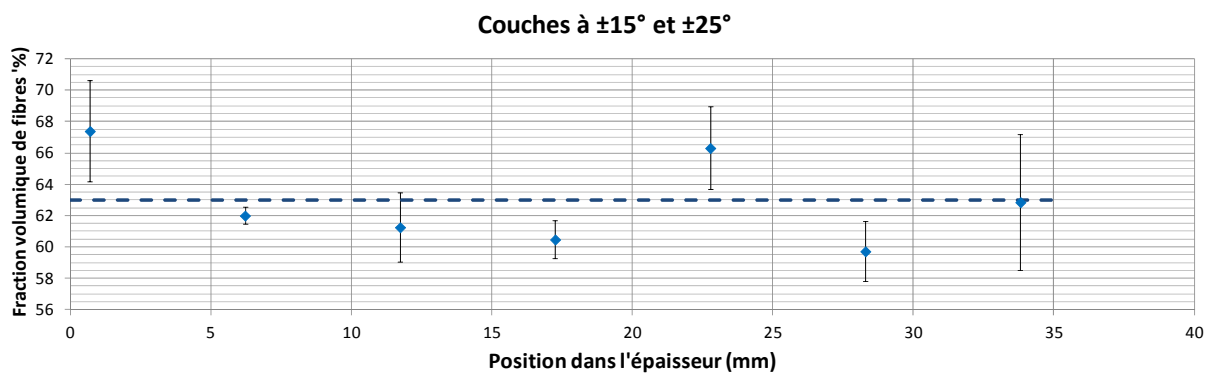


figure II-57 : Variation dans l'épaisseur de la fraction volumique de fibres dans les couches à  $\pm 15^\circ/\pm 25^\circ$

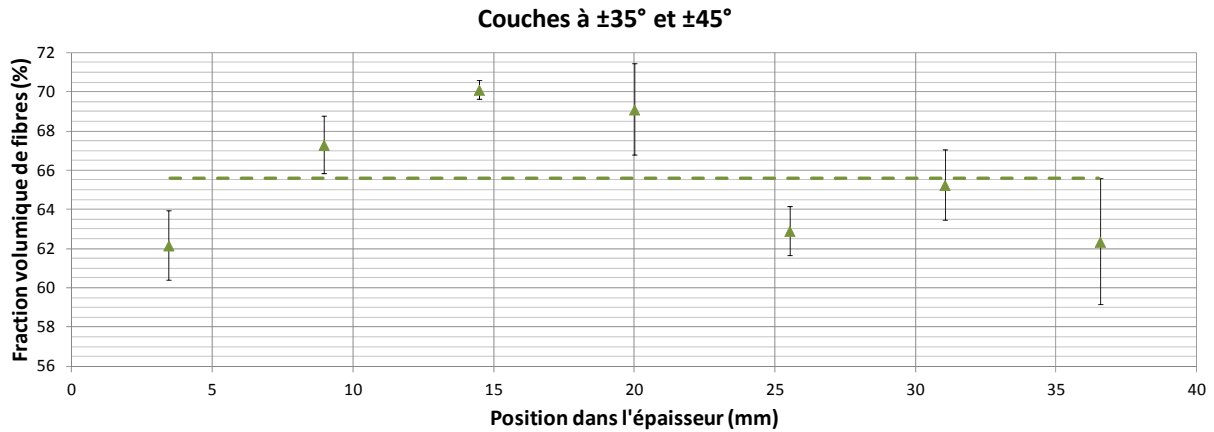


figure II-58 : Variation dans l'épaisseur de la fraction volumique de fibres dans les couches à  $\pm 35^\circ/\pm 45^\circ$

En ce qui concerne les couches à  $90^\circ$ , la fraction volumique de fibres calculée est relativement homogène dans l'épaisseur avec une valeur moyenne de 69% jusqu'à 30mm pour diminuer ensuite de 10% à l'extérieur de la structure (cf. figure II-59).

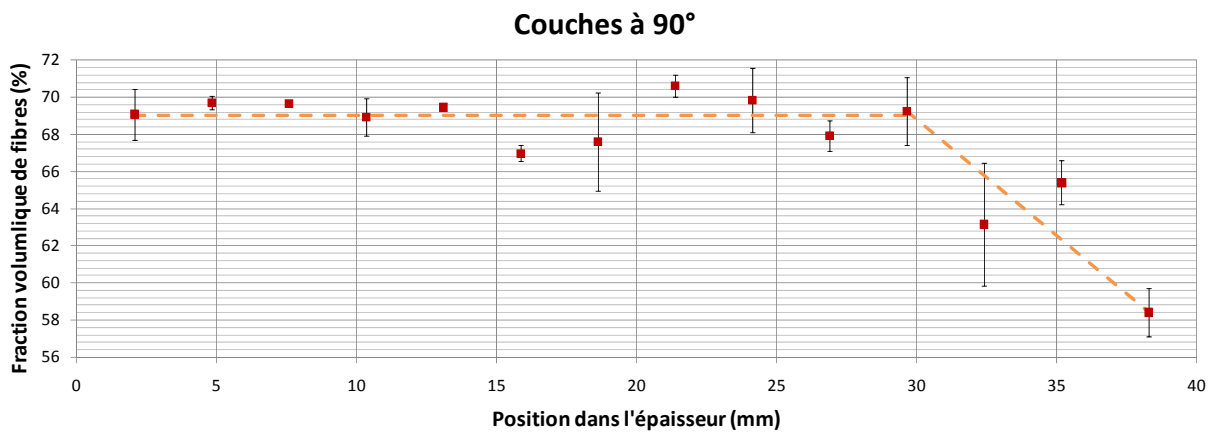


figure II-59 : Variation dans l'épaisseur de la fraction volumique de fibres dans les couches à  $90^\circ$

Nous avons montré dans le paragraphe II.5.1.2 que le taux de porosités augmente nettement à l'extérieur de la structure en parallèle de cette diminution de fraction volumique de fibres sur les couches à  $90^\circ$ . De plus, une migration de la résine vers l'extérieur a été observée, celle-ci ayant certainement lieu lors de la rotation du mandrin pendant la phase de cuisson.

Pour conclure, cette étude nous a permis de mettre en évidence une variation d'épaisseur et de fraction volumique de fibres dans les couches d'orientations différentes constituant le réservoir. La fraction volumique moyenne dans toute l'épaisseur étant d'environ 66%, les caractéristiques des couches que nous utiliserons par la suite sont résumées dans le tableau suivant :

	<b>Couches à <math>\pm 15^\circ/\pm 25^\circ</math></b>	<b>Couches à <math>\pm 35^\circ/\pm 45^\circ</math></b>	<b>Couches à <math>90^\circ</math></b>
<b>Epaisseur moyenne (en mm)</b>	1,63	1,43	1,28
<b>Fraction volumique moyenne de fibres (en %)</b>	63%	65,6%	69% jusqu'à 30mm d'épaisseur -10% de 30mm à l'extérieur

*figure II-60 : Récapitulatif des variations d'épaisseur et de teneur en fibres suivant l'orientation des couches dans le réservoir*

Les couches les plus fines sont, comme attendu, celles qui présentent le taux volumique de fibres les plus élevé.



## **- Chapitre III -**

### **Modèle de comportement de la structure bobinée épaisse et hétérogène**



# Chapitre III

## Modèle de comportement de la structure bobinée épaisse et hétérogène

III.1	Résistance d'un réservoir épais sous pression interne .....	129
III.1.1	Modèle analytique « épais » .....	129
III.1.1.1	Définition des repères de travail .....	129
III.1.1.2	Hypothèses sur les champs de déplacements et de déformations .....	130
III.1.1.3	Définition des propriétés élastiques du matériau .....	131
III.1.1.4	Relation contraintes/déformations dans le repère du tube .....	134
III.1.1.5	Résolution de l'équilibre mécanique en déplacement .....	135
III.1.1.6	Conclusions sur le modèle analytique épais choisi .....	137
III.1.2	Endommagement et rupture du réservoir sous pression interne .....	138
III.1.2.1	Mécanismes physiques d'endommagement .....	138
III.1.2.2	Etude du comportement jusqu'à rupture du réservoir .....	140
III.1.3	Application au réservoir de référence .....	144
III.1.3.1	Propriétés de la structure et du matériau .....	144
III.1.3.2	Détermination de la pression d'éclatement .....	144
III.1.3.3	Comparaison des modèles fin et épais .....	146
III.2	Passage des propriétés macroscopiques aux propriétés microscopiques et inversement	147
III.2.1	Modèle analytique pour le passage des propriétés macroscopiques aux propriétés microscopiques du matériau .....	147
III.2.1.1	Description des deux modèles micro/macro envisagés .....	147
III.2.1.2	Comparaison de ces deux modèles .....	149
III.2.1.3	Hypothèse nécessaire à la résolution .....	151
III.2.2	Détermination des propriétés des constituants à partir des propriétés des plis et inversement .....	152
III.2.2.1	Détermination des propriétés élastiques effectives des constituants .....	152

III.2.2.2	Détermination des propriétés élastiques d'une couche à partir de celles de ses constituants .....	152
III.3	Modélisation des spécificités liées à l'enroulement filamentaire et au composite épais	153
III.3.1	Prise en compte de l'état de contrainte d'origine thermique.....	153
III.3.1.1	Présentation du sous-modèle .....	153
III.3.1.2	Application au réservoir d'étude .....	155
III.3.2	Propriétés transverses et remise en cause de l'hypothèse d'isotropie transverse..	157
III.3.2.1	Influence du module transverse .....	157
III.3.2.2	Remise en cause de l'hypothèse d'isotropie transverse.....	158
III.3.3	Prise en compte de la variation du taux volumique de porosités dans l'épaisseur	159
III.3.3.1	Etat de l'art des modèles existants.....	159
III.3.3.2	Présentation du modèle choisi .....	160
III.3.3.2.1	Propriétés élastiques d'une couche composite poreuse .....	160
III.3.3.2.2	Résistance à rupture sens fibres d'une couche composite poreuse ....	161
III.3.3.3	Application au réservoir d'étude .....	162
III.3.4	Variation de la fraction volumique de fibres et de l'épaisseur des couches suivant leur orientation.....	162
III.4	Bilan des effets et couplages des hétérogénéités .....	165
III.4.1	Champ de contraintes résiduelles d'origine thermique .....	165
III.4.2	Plan d'essai complet pour les autres paramètres .....	165
III.4.2.1	Remise en cause de l'hypothèse d'isotropie transverse.....	165
III.4.2.2	Variation des épaisseurs et des fractions volumiques de fibres des couches	166
III.4.2.3	Présence des porosités .....	166
III.4.2.4	Valeur du module transverse .....	167

---

Ce chapitre est dédié à la présentation d'un modèle de calcul analytique représentant le comportement du réservoir sous pression. Le modèle développé est enrichi afin de prendre en compte les hétérogénéités rencontrées dans les structures épaisses et bobinées. Ainsi, le chapitre II ayant permis de caractériser le matériau réel constituant le réservoir, il nous est possible d'adopter des bornes réalistes lors d'une étude de sensibilité. Celle-ci nous donnera des indications sur l'influence de ces hétérogénéités sur la pression d'éclatement du réservoir.

### **III.1 Résistance d'un réservoir épais sous pression interne**

Les modèles analytiques ont été choisis pour prendre en compte les hétérogénéités de la structure du fait de la facilité d'accès à la définition des paramètres d'entrée du calcul. Dans un premier temps, le modèle de comportement du réservoir sous pression interne, basé sur les équations classiques de la mécanique des milieux continus, est présenté. L'étude de sensibilité, présentée dans la partie III.3, se base sur la pression d'éclatement du réservoir pour laquelle le choix d'un critère de résistance est discuté. Enfin, le modèle et le critère de rupture sélectionnés sont appliqués au réservoir épais étudié.

Les calculs réalisés pour cette étude s'appuient sur un outil de programmation numérique. Les paramètres d'entrée du modèle sont principalement définis dans un fichier texte pour faciliter l'interface avec l'utilisateur.

#### **III.1.1 Modèle analytique « épais »**

La structure étudiée est un réservoir ayant au moins une ouverture à une extrémité et soumis à une pression interne. Néanmoins, comme nous l'avons dit précédemment, notre étude se limite à celle de la virole (partie cylindrique) pour laquelle l'effet de la pression sur les fonds est représenté par un chargement axial.

Comme précisé dans le chapitre I, de nombreux auteurs ont proposé des modèles analytiques pour décrire le comportement de tubes épais. En accord avec les spécificités de notre structure bobinée, nous développons ici la résolution de l'équilibre mécanique en déplacement radial [Odru et al, 1991; Kress, 1995; Xia et al, 2001; Jacquemin et al, 2004; Chappelle et al, 2006; Bakaiyan et al, 2009; Ansari et al, 2010].

##### **III.1.1.1 Définition des repères de travail**

Pour représenter le comportement du réservoir, on définit un repère structure  $R_S(\vec{e}_z, \vec{e}_\theta, \vec{e}_r)$  et autant de repères couches  $R_C^k(\vec{e}_l^k, \vec{e}_t^k, \vec{e}_r^k)$  qu'il y a de couches d'orientations différentes (cf. figure III-1).

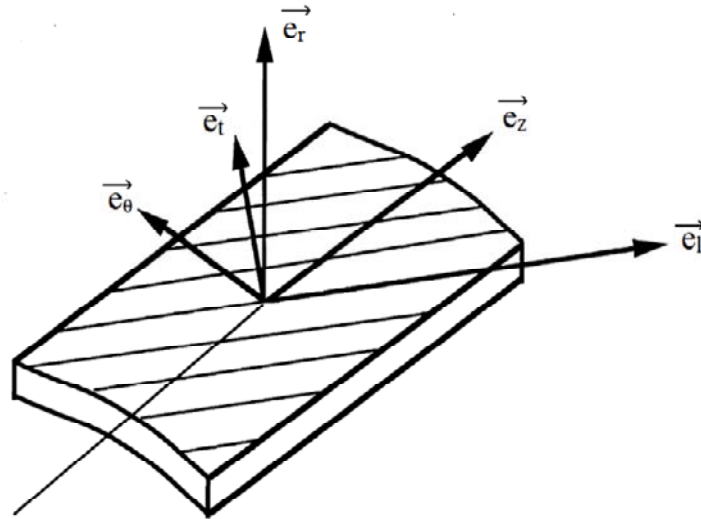


figure III-1 : Représentation schématique des repères structure et couche

Pour le repère structure,  $\vec{e}_z$  correspond à la direction de l'axe du cylindre et  $\vec{e}_\theta$  est la direction angulaire. La direction  $\vec{e}_r$  est commune aux deux types de repères puisqu'elle représente à la fois la direction radiale et normale à l'empilement du multicouche. Enfin,  $\vec{e}_l$  et  $\vec{e}_t$  correspondent respectivement à la direction parallèle et perpendiculaire aux fibres de la couche considérée.

### III.1.1.2 Hypothèses sur les champs de déplacements et de déformations

La géométrie du tube ainsi que le chargement de pression interne sont supposés axisymétriques de sorte que l'ensemble des composantes des déplacements, des déformations et des contraintes sont indépendantes de  $\theta$ . En considérant l'axe du tube fixe (aucun mouvement de corps rigide), les champs de déplacements, dans la virole, s'expriment comme suit ( $u_r$  correspond au déplacement radial,  $u_\theta$  au déplacement circonférentiel et  $u_z$  au déplacement axial) [Xia et al, 2001] :

$$\left. \begin{aligned} u_r &= f(r) \\ u_\theta &= 0 \\ u_z &= f(z) \end{aligned} \right|_{R_s} \quad (\text{III.1})$$

A partir des équations (III.1), les déformations s'expriment par :

$$\left. \begin{aligned} \varepsilon_{rr} &= \frac{\partial u_r}{\partial r} & \gamma_{\theta r} &= \frac{\partial u_\theta}{\partial r} - \frac{u_\theta}{r} \\ \varepsilon_{\theta\theta} &= \frac{u_r}{r} & \gamma_{zr} &= \frac{\partial u_z}{\partial r} + \frac{\partial u_r}{\partial z} = 0 \\ \varepsilon_{zz} &= \frac{\partial u_z}{\partial z} = \varepsilon_0 & \gamma_{z\theta} &= \frac{\partial u_\theta}{\partial z} = 0 \end{aligned} \right|_{R_s} \quad (\text{III.2})$$

Le fait que le cylindre étudié soit fermé à ses extrémités et supposé suffisamment long implique que la déformation  $\varepsilon_{zz}$  soit une constante non nulle [Wild et al, 1997], notée par la suite  $\varepsilon_0$ .

### III.1.1.3 Définition des propriétés élastiques du matériau

Le comportement linéaire du matériau anisotrope est décrit par 21 coefficients indépendants regroupés dans la matrice de rigidité  $C$  suivante :

$$C = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26} \\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ C_{14} & C_{24} & C_{34} & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ C_{15} & C_{25} & C_{35} & C_{45} & C_{55} & C_{56} \\ C_{16} & C_{26} & C_{36} & C_{46} & C_{56} & C_{66} \end{bmatrix}_{R_c} \quad (\text{III.3})$$

Un matériau composite à fibres longues possède trois plans de symétrie perpendiculaires deux à deux. Il est donc orthotrope et sa matrice de rigidité n'a plus que 9 constantes d'élasticité indépendantes ( $C_{11}$ ,  $C_{22}$ ,  $C_{33}$ ,  $C_{12}$ ,  $C_{13}$ ,  $C_{23}$ ,  $C_{44}$ ,  $C_{55}$  et  $C_{66}$ ).

Enfin, l'hypothèse suivant laquelle la cellule élémentaire d'un matériau composite unidirectionnel est constituée d'une fibre entourée d'un cylindre de matrice [Berthelot, 2005], appelée hypothèse d'isotropie transverse, est classiquement adoptée. Le composite se comporte alors comme un matériau orthotrope avec en plus un axe de révolution. La matrice de rigidité est alors constituée de 5 constantes indépendantes et peut s'écrire à partir des constantes de l'ingénieur de la manière suivante :

$$C = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_l} & -\frac{\nu_{lt}}{E_l} & -\frac{\nu_{lt}}{E_l} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{lt}}{E_l} & \frac{1}{E_t} & -\frac{\nu_t}{E_t} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{lt}}{E_l} & -\frac{\nu_t}{E_t} & \frac{1}{E_t} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{2(1+\nu_t)}{E_t} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{lt}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{lt}} \end{bmatrix}_{R_C} \quad (\text{III.4})$$

Les coefficients élastiques indépendants sont :

- Le module d'Young dans le sens des fibres :  $E_l$ ,
- Le module d'Young dans le sens transverse aux fibres :  $E_t$ ,
- Le module de cisaillement dans le plan  $(\vec{e}_l, \vec{e}_t)$  :  $G_{lt}$ ,
- Les coefficients de Poisson :  $\nu_{lt}$  et  $\nu_t$ .



Dans la suite du document, la notation des constantes de la matrice de rigidité  $C_{ij}$  sera conservée pour la description du comportement élastique du composite même dans ses directions principales.

Le tube étant une structure multicouche, l'étude de son comportement mécanique nécessite de travailler dans son repère de référence et pas dans ceux des  $k$  couches d'orientations différentes d'angle  $\theta_k$ . Ainsi, il faut effectuer un changement de base de la matrice de rigidité à partir de la relation suivante [Xia et al, 2001; Berthelot, 2005] :

$$\begin{pmatrix} \bar{C}_{11}^{(k)} \\ \bar{C}_{12}^{(k)} \\ \bar{C}_{13}^{(k)} \\ \bar{C}_{16}^{(k)} \\ \bar{C}_{22}^{(k)} \\ \bar{C}_{23}^{(k)} \\ \bar{C}_{26}^{(k)} \\ \bar{C}_{33}^{(k)} \\ \bar{C}_{36}^{(k)} \\ \bar{C}_{44}^{(k)} \\ \bar{C}_{45}^{(k)} \\ \bar{C}_{55}^{(k)} \\ \bar{C}_{66}^{(k)} \end{pmatrix}_{R_S} = \begin{bmatrix} m^4 & n^4 & 0 & 2m^2n^2 & 0 & 0 & 0 & 0 & 4m^2n^2 \\ m^2n^2 & m^2n^2 & 0 & m^4+n^4 & 0 & 0 & 0 & 0 & -4m^2n^2 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & m^2 & n^2 & 0 & 0 & 0 \\ m^3n & -mn^3 & 0 & -m^3n+mn^3 & 0 & 0 & 0 & 0 & -2m^3n+2mn^3 \\ n^4 & m^4 & 0 & 2m^2n^2 & 0 & 0 & 0 & 0 & 4m^2n^2 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & n^2 & m^2 & 0 & 0 & 0 \\ mn^3 & -m^3n & 0 & m^3n-mn^3 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2m^3n-2mn^3 \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & mn & -mn & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & m^2 & n^2 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & -mn & mn & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & n^2 & m^2 & 0 \\ m^2n^2 & m^2n^2 & 0 & -2m^2n^2 & 0 & 0 & 0 & 0 & (m^2-n^2)^2 \end{bmatrix} \cdot \begin{pmatrix} C_{11}^{(k)} \\ C_{22}^{(k)} \\ C_{33}^{(k)} \\ C_{12}^{(k)} \\ C_{13}^{(k)} \\ C_{23}^{(k)} \\ C_{44}^{(k)} \\ C_{55}^{(k)} \\ C_{66}^{(k)} \end{pmatrix}_{R_C^k} \quad (\text{III.5})$$

Avec  $C_{ij}^{(k)}$  et  $\bar{C}_{ij}^{(k)}$  correspondant respectivement aux coefficients de la matrice de rigidité dans le repère des couches unidirectionnelles et dans le repère de la structure,  $m = \cos(\theta)$  et  $n = \sin(\theta)$ .

Dans la partie virole du réservoir, l'empilement varie suivant la position dans la circonférence, le nombre de couches à  $+\theta$  étant égal au nombre de couches bobinées à  $-\theta$ . Ainsi, il semble plus pertinent de considérer notre composite multicouches bobiné comme un empilement de couches équilibrées  $\pm\theta$  reflétant mieux le chevauchement et l'alternance des angles de bobinage.

La matrice de rotation de l'équation (III.5) montre que les  $\bar{C}_{11}, \bar{C}_{12}, \bar{C}_{13}, \bar{C}_{22}, \bar{C}_{23}, \bar{C}_{33}, \bar{C}_{44}, \bar{C}_{55}$  et  $\bar{C}_{66}$  sont égaux quel que soit le signe de  $\theta$ , alors que les  $\bar{C}_{16}, \bar{C}_{26}, \bar{C}_{36}$  et  $\bar{C}_{45}$  ont des valeurs opposées. On peut définir une matrice de rigidité équivalente de la couche équilibrée  $\pm\theta$  correspondant à la moyenne des deux matrices avec la rotation à  $+\theta$  et celle à  $-\theta$ . Ainsi, les termes de cisaillement  $\bar{C}_{16}, \bar{C}_{26}, \bar{C}_{36}$  et  $\bar{C}_{45}$  s'annulent, empêchant un effet de torsion parasite sous l'effet d'un chargement dans les axes principaux du tube. De plus, la matrice de rotation montre que ces mêmes termes sont nuls lorsque  $\theta=90^\circ$ . Pour conclure, les termes de cisaillement  $\bar{C}_{16}, \bar{C}_{26}, \bar{C}_{36}$  et  $\bar{C}_{45}$  sont nuls sur l'ensemble de la stratification de sorte que la matrice de rigidité hors axes a la même forme mathématique que celle dans les axes principaux du composite UD (cf. équation (III.4)).

### III.1.1.4 Relation contraintes/déformations dans le repère du tube

La relation entre les contraintes et les déformations est décrite par la loi de Hooke généralisée qui fait intervenir les propriétés du composite multicouches hors axes :

$$\left\{ \begin{array}{l} \sigma_{zz} \\ \sigma_{\theta\theta} \\ \sigma_{rr} \\ \tau_{\theta r} \\ \tau_{zr} \\ \tau_{z\theta} \end{array} \right\}_{R_S}^{(k)} = \left[ \begin{array}{cccccc} \bar{C}_{11} & \bar{C}_{12} & \bar{C}_{13} & 0 & 0 & 0 \\ \bar{C}_{12} & \bar{C}_{22} & \bar{C}_{23} & 0 & 0 & 0 \\ \bar{C}_{13} & \bar{C}_{23} & \bar{C}_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \bar{C}_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \bar{C}_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \bar{C}_{66} \end{array} \right]_{R_S}^{(k)} \left\{ \begin{array}{l} \varepsilon_{zz} \\ \varepsilon_{\theta\theta} \\ \varepsilon_{rr} \\ \gamma_{\theta r} \\ \gamma_{zr} \\ \gamma_{z\theta} \end{array} \right\}_{R_S}^{(k)} \quad (III.6)$$

En couplant les équations (III.2) et (III.6), on peut écrire la relation entre les contraintes et les déplacements :

$$\left\{ \begin{array}{l} \sigma_{zz}^{(k)} = \bar{C}_{11}^{(k)} \varepsilon_0 + \bar{C}_{12}^{(k)} \frac{u_r^{(k)}}{r} + \bar{C}_{13}^{(k)} \frac{\partial u_r^{(k)}}{\partial r} \\ \sigma_{\theta\theta}^{(k)} = \bar{C}_{12}^{(k)} \varepsilon_0 + \bar{C}_{22}^{(k)} \frac{u_r^{(k)}}{r} + \bar{C}_{23}^{(k)} \frac{\partial u_r^{(k)}}{\partial r} \\ \sigma_{rr}^{(k)} = \bar{C}_{13}^{(k)} \varepsilon_0 + \bar{C}_{23}^{(k)} \frac{u_r^{(k)}}{r} + \bar{C}_{33}^{(k)} \frac{\partial u_r^{(k)}}{\partial r} \\ \tau_{\theta r}^{(k)} = \bar{C}_{44}^{(k)} \left( \frac{\partial u_\theta^{(k)}}{\partial r} - \frac{u_\theta^{(k)}}{r} \right) = 0 \\ \tau_{zr}^{(k)} = \bar{C}_{55}^{(k)} \gamma_{zr} = 0 \\ \tau_{z\theta}^{(k)} = \bar{C}_{66}^{(k)} \gamma_{z\theta} = 0 \end{array} \right. \quad (III.7)$$

On notera que seules les contraintes normales  $\sigma_{zz}, \sigma_{\theta\theta}$  et  $\sigma_{rr}$  sont non nulles dans l'épaisseur de la structure.

### III.1.1.5 Résolution de l'équilibre mécanique en déplacement

Les équations d'équilibre projetées en coordonnées polaires sont les suivantes :

$$\begin{cases} \frac{\partial \sigma_{rr}}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial \tau_{\theta r}}{\partial \theta} + \frac{\partial \tau_{zr}}{\partial z} + \frac{\sigma_{rr} - \sigma_{\theta\theta}}{r} = 0 \\ \frac{\partial \tau_{\theta r}}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial \sigma_{\theta\theta}}{\partial \theta} + \frac{\partial \tau_{z\theta}}{\partial z} + 2 \frac{\tau_{\theta r}}{r} = 0 \\ \frac{\partial \tau_{zr}}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial \tau_{z\theta}}{\partial \theta} + \frac{\partial \sigma_{zz}}{\partial z} + \frac{\tau_{zr}}{r} = 0 \end{cases} \quad (\text{III.8})$$

L'utilisation des expressions des contraintes de l'équation (III.7) permet d'obtenir la relation d'équilibre suivante :

$$\frac{\partial \sigma_{rr}^{(k)}}{\partial r} + \frac{\sigma_{rr}^{(k)} - \sigma_{\theta\theta}^{(k)}}{r} = 0 \quad (\text{III.9})$$

L'association de l'équation d'équilibre en contrainte radiale et de l'expression de cette contrainte en fonction du déplacement radial (équation (III.7)) donne l'équation différentielle du second ordre en déplacement radial suivante :

$$\frac{d^2 u_r^{(k)}}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{du_r^{(k)}}{dr} - \frac{\bar{C}_{22}^{(k)}}{\bar{C}_{33}^{(k)}} \frac{u_r^{(k)}}{r^2} = \frac{\bar{C}_{12}^{(k)} - \bar{C}_{13}^{(k)}}{\bar{C}_{33}^{(k)}} \frac{\varepsilon_0}{r} \quad (\text{III.10})$$

Un outil de calcul formel permet de résoudre cette équation différentielle et de retrouver la forme simplifiée du déplacement radial pour chaque couche présentée par [Xia et al, 2001] :

$$u_r^{(k)}(r) = A^{(k)} r^{\beta^{(k)}} + B^{(k)} r^{-\beta^{(k)}} + \alpha_1^{(k)} \varepsilon_0 \cdot r \quad (\text{III.11})$$

$$\text{Avec } \beta^{(k)} = \sqrt{\frac{\bar{C}_{22}^{(k)}}{\bar{C}_{33}^{(k)}}} \text{ et } \alpha_1^{(k)} = \frac{\bar{C}_{12}^{(k)} - \bar{C}_{13}^{(k)}}{\bar{C}_{33}^{(k)} - \bar{C}_{22}^{(k)}}$$

Il est ensuite nécessaire de déterminer l'ensemble des constantes du problème, à savoir les  $N$  valeurs  $A^{(k)}$  et de  $B^{(k)}$  et la valeur de  $\varepsilon_0$  pour décrire le comportement mécanique de la structure,  $N$  étant le nombre de couches de l'empilement global. Il faut donc écrire un système de  $2N+1$  équations pour calculer les  $2N+1$  constantes du problème. Pour ce faire, on utilise les conditions aux limites suivantes :

- Continuité des déplacements radiaux aux  $N-1$  interfaces :

$$u_r^{(k)}(r_{k+1}) = u_r^{(k+1)}(r_{k+1}) \quad (\text{III.12})$$

- Continuité des contraintes radiales aux  $N-1$  interfaces :

$$\sigma_r^{(k)}(r_{k+1}) = \sigma_r^{(k+1)}(r_{k+1}) \quad (\text{III.13})$$

- Conditions sur la contrainte radiale liées au chargement sous pression interne sur le rayon interne  $r_1$  de la virole et à la surface libre sur son rayon externe  $r_{N+1}$  :

$$\sigma_r^{(1)}(r_1) = -p_0 \quad (\text{III.14})$$

$$\sigma_r^{(N)}(r_{N+1}) = 0 \quad (\text{III.15})$$

- Condition d'équilibre axial de la virole prenant en compte l'effet des fonds ; la déformation axiale de chaque couche étant constante, le chargement axial total est égal à l'intégrale des contraintes axiales [Odrů et al, 1991; Wild et al, 1997] :

$$2\pi \sum_{k=1}^N \int_{r_k}^{r_{k+1}} r \cdot \sigma_z^{(k)}(r) dr = r_0^2 \pi \cdot p_0 \quad (\text{III.16})$$

La résolution consiste alors à écrire le problème sous forme d'un système linéaire (équation (III.17)) et à le résoudre pour obtenir les valeurs des constantes.

$$\begin{pmatrix} A^{(1)} \\ \vdots \\ A^{(N)} \\ B^{(1)} \\ \vdots \\ B^{(N)} \\ \varepsilon_0 \end{pmatrix} \cdot M = F \quad (\text{III.17})$$

où  $M$  est une matrice carrée de taille  $2N+1$  et  $F$  un vecteur de longueur  $2N+1$  regroupant respectivement les termes en facteur de  $A^{(k)}, B^{(k)}$  et  $\varepsilon_0$  et les autres termes des expressions des conditions aux limites.

On peut également remarquer que l'équation classiquement utilisée dans la bibliographie pour déterminer que la valeur du déplacement circonférentiel  $u_\theta$  est nulle, est la condition de torsion nulle de la structure :

$$2\pi \sum_{k=1}^N \int_{r_k}^{r_{k+1}} r^2 \cdot \tau_{z\theta}^{(k)}(r) dr = 0 \quad (\text{III.18})$$

La contrainte de cisaillement  $\tau_{z\theta}$  étant nulle, par définition dans notre cas, cette équation est toujours vérifiée.

### III.1.1.6 Conclusions sur le modèle analytique épais choisi

Suite à la détermination des  $2N$  valeurs  $A^{(k)}$  et de  $B^{(k)}$  et de la valeur de  $\varepsilon_0$ , on peut calculer directement l'évolution des déplacements radiaux dans l'épaisseur de la virole et grâce aux équations (III.2) et (III.7), l'évolution des déformations non nulles ( $\varepsilon_r$ ,  $\varepsilon_\theta$  et  $\varepsilon_z$ ) et des contraintes non nulles ( $\sigma_r$ ,  $\sigma_\theta$  et  $\sigma_z$ ) dans la direction radiale.

L'intérêt de ce travail est de décrire au mieux le comportement mécanique du réservoir sous pression interne. Pour ce faire, les hypothèses majeures que nous avons faites portent sur :

- Le chargement (axisymétrique et homogène sur la longueur de la virole),
- Le matériau orthotrope,
- La stratification (regroupement des couches  $+\theta$  et  $-\theta$  en une couche équilibrée  $\pm\theta$  donnant lieu à une simplification de la matrice de rigidité hors axe).

Il s'agit maintenant de déterminer la pression d'éclatement du réservoir sur laquelle s'appuie l'étude de sensibilité relative à la présence d'hétérogénéités dans l'épaisseur de la structure.

### **III.1.2 Endommagement et rupture du réservoir sous pression interne**

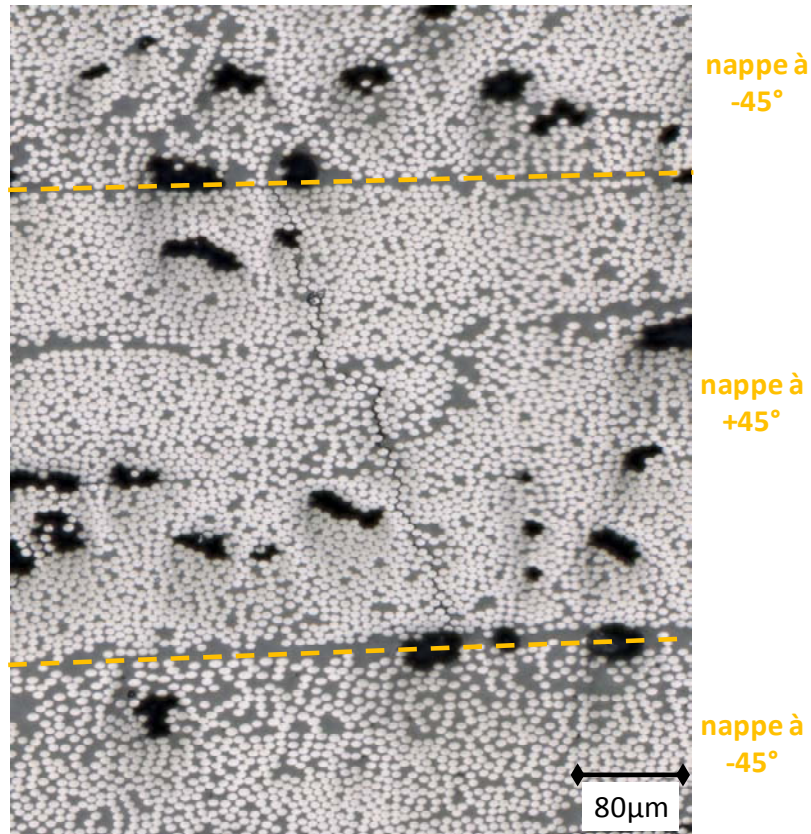
#### **III.1.2.1 Mécanismes physiques d'endommagement**

L'endommagement du réservoir composite a lieu naturellement lors de son chargement sous pression interne. L'hétérogénéité de la structure fait que la morphologie des défauts dépend principalement de l'arrangement des constituants du composite.

Les endommagements classiquement rencontrés dans les structures composites à fibres longues se caractérisent :

- A l'échelle microscopique, par des décohésions fibres/matrice à l'interface entre les deux constituants et des ruptures de fibres,
- A l'échelle mésoscopique, les décohésions coalescent jusqu'à former des fissures transverses s'étendant sur toute l'épaisseur du pli. Les extrémités de celles-ci peuvent à leur tour être à l'origine de micro-délaminages, c'est-à-dire de décollements entre les plis.

Nous avons pu observer l'ensemble de ces endommagements sur des éprouvettes bobinées réalisées avec le même matériau que celui constituant le réservoir (cf. figure III-2 avec l'exemple d'une fissure transverse).



*figure III-2 : Fissuration transverse observée dans une éprouvette bobinée à  $\pm 45^\circ$  du matériau après un essai de traction*

Cette figure permet d'illustrer le fait que la microstructure du matériau composite intervient fortement dans le mode de propagation des fissures. D'une part, les porosités sont des sites d'initiation préférentiels des microfissures entre les fibres et la matrice et d'autre part, elles favorisent la coalescence des fissures du fait de l'absence locale de matière sur le chemin de propagation [Varna et al, 1995; Bai et al, 1997].

On retiendra également dans notre cas l'influence des zones de chevauchement présentes dans les couches à  $\pm\theta$ . Elles peuvent correspondre à des zones de microfissuration préférentielle [Rousseau et al, 1999] entraînant une réduction de la résistance des fibres causée par le moment de flexion induit [Gramoll et al, 1995]. Cependant, l'alternance de plis  $+\theta$  et  $-\theta$  permet de limiter la propagation des fissures transverses dans le plan de la stratification. En effet, la figure III-2 montre une fissure s'étant propagée sur toute l'épaisseur d'une nappe à  $+45^\circ$  et s'arrêtant aux interfaces avec les nappes à  $-45^\circ$  présentes de part et d'autre.

Ainsi, comme le préconise Talreja [Talreja, 2009], il est primordial de prendre en compte le procédé de réalisation et donc l'état réel de la structure pour pouvoir estimer convenablement son scénario d'endommagement.

### III.1.2.2 Etude du comportement jusqu'à rupture du réservoir

Classiquement, le rôle de l'endommagement doit être pris en compte suivant deux aspects illustrés dans la figure III-3:

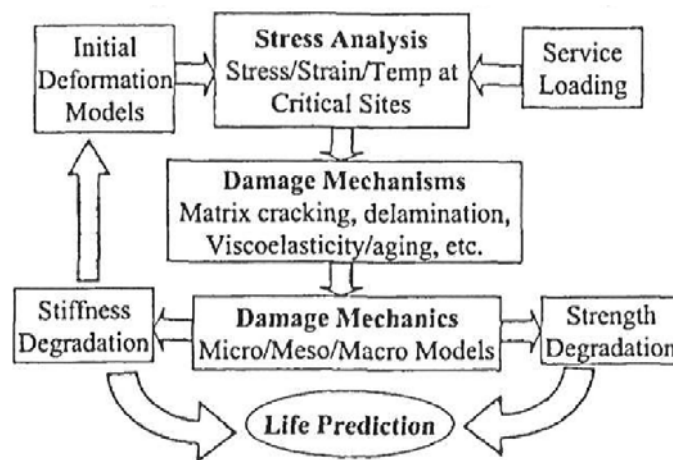


figure III-3 : Analyse des effets mécaniques de l'endommagement [Talreja, 2008]

Le premier aspect concerne la **perte de rigidité** des plis endommagés liées aux décohésions fibres/matrices et aux fissures transverses [Tsai, 1988; Renard et al, 2006; Talreja, 2008; Xu et al, 2009]. Celle-ci est susceptible d'entraîner une redistribution des contraintes dans la structure au cours du chargement. Le deuxième effet est la **dégradation des propriétés à rupture** des couches endommagées [Gramoll et al, 1995; Laurin, 2005; Talreja, 2008; Hochard et al, 2009].



Actuellement l'ensemble des auteurs travaillant sur l'endommagement des structures bobinées procède de l'une des deux manières suivantes :

- L'endommagement est modélisé par un abattement local brutal et arbitraire (non caractérisé) des propriétés mécaniques du composite (transverses et éventuellement en cisaillement) [Tsai, 1988; Odru et al, 1991; Hwang et al, 2003; Xu et al, 2009],
- Les lois d'endommagement du matériau bobiné sont caractérisées sur des plaques unidirectionnelles [Camara et al, 2011; Thionnet et al, 2011].

Dans les deux cas, l'abattement des propriétés est basé sur un modèle de calcul itératif redistribuant, plus ou moins progressivement, les contraintes dans l'épaisseur sur les couches les moins endommagées. Associée à un critère de rupture sens fibres, cette méthode n'a pas une influence significative sur la description du comportement mécanique de tubes [Laurin et al, 2007] car le réservoir est une structure avec de faible gradient de contrainte et une stratification qui permet aux fibres de reprendre les charges en limitant les déformations transverse et en cisaillement.

Quoi qu'il en soit, l'identification des lois d'endommagement devrait se faire sur des éprouvettes élémentaires sens fibres, sens transverse et en cisaillement représentatives du matériau constitutif de la structure. A notre connaissance l'ensemble des auteurs caractérise le comportement endommageable du matériau composite à partir d'éprouvettes unidirectionnelles sans chevauchement des couches (bobinées ou simplement déposées), ce qui ne semble pas satisfaisant dans notre cas (cf. figure III-4).

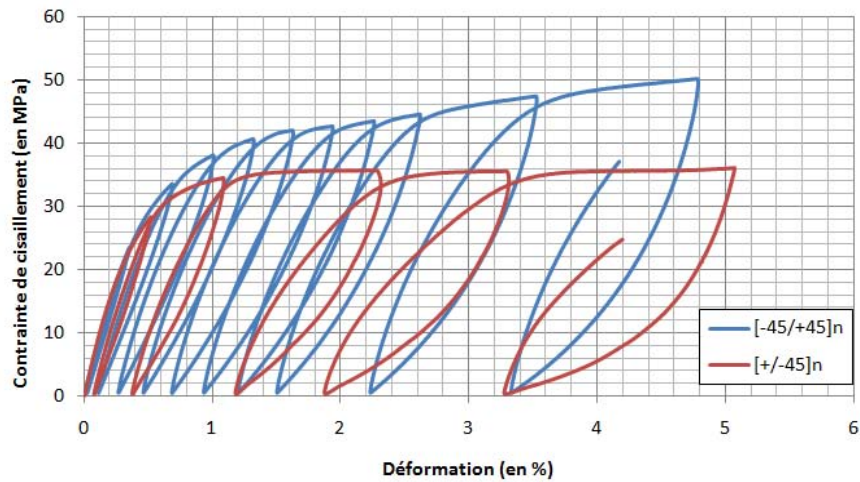


figure III-4 : Comportement en cisaillement obtenu sur des éprouvettes bobinées [-45/+45]<sub>n</sub> et [±45]<sub>n</sub>

En effet, nous avons souhaité comparer le comportement en cisaillement d'éprouvettes réalisées à [-45/+45]<sub>n</sub> et à [±45]<sub>n</sub>. La différence entre ces deux types d'éprouvettes est que la première est découpée dans une plaque réalisée avec une alternance de couches à 0° et 90° (orientées pour les essais à [-45/+45]<sub>n</sub>) et l'autre est issue d'un tube bobiné présentant un chevauchement des couches à +45° et à -45°. La superposition des deux essais montre que les phénomènes non linéaires (endommagement, viscoélasticité) ne sont pas représentatifs du même comportement (cf. figure III-4). Il semble donc particulièrement délicat de représenter le réservoir par une alternance de couches unidirectionnelles.

Ainsi, le comportement endommageable du matériau constitutif du réservoir étant difficile à caractériser et son effet sur la redistribution de contraintes dans l'épaisseur du réservoir étant faible, nous avons choisi de conserver un comportement élastique linéaire. Notons que ce choix est en accord avec les premières modélisations proposées dans le cadre du projet OSIRHYS IV [Bertin et al, 2011] similaire au projet H<sub>2</sub>E.

En ce qui concerne le critère de rupture, il est classiquement admis que l'éclatement d'un réservoir bobiné en composite sous pression interne est piloté par une rupture fragile sens fibres [Gramoll et al, 1995; Camara et al, 2011]. En effet, le nombre de ruptures de fibres augmente localement très rapidement et entraîne leur coalescence dans la structure, la rendant ainsi fortement instable de sorte qu'elles conduisent à la ruine de la structure.

La prévision de la rupture repose donc sur la prise en compte des hétérogénéités dans le matériau constitutif des réservoirs. Ces études probabilistes visant à déterminer la fiabilité de la structure étudient l'influence de la variation des propriétés élastiques, des résistances et de l'épaisseur des couches [Hwang et al, 2003] ou encore de la résistance des fibres [Camara et al, 2011]. La prise en compte d'hétérogénéités locales, comme les porosités ou les zones de chevauchement, nécessite donc une approche multi-échelles permettant explicitement de faire intervenir la microstructure et la distribution des propriétés mécaniques [Talreja, 2008]. Globalement, notre travail ne portant pas sur la fiabilité de la structure, mais bien sur l'influence des différentes hétérogénéités à l'échelle des plis constatées sur le réservoir, nous avons choisi de ne pas intégrer l'hétérogénéité et le caractère aléatoire de la résistance des fibres à l'échelle microscopique.

Comme énoncé précédemment la résistance d'un matériau composite à l'échelle mésoscopique peut être affectée par la présence d'endommagements (figure III-5). Néanmoins, Hochard [Hochard et al, 2009] a montré à l'aide d'essais de traction sur tubes préalablement endommagés en torsion que la chute certes brutale de la résistance sens fibres n'apparaît qu'à partir de niveaux d'endommagement transverses très élevés.

Ainsi, nous avons choisi de ne pas intégrer de couplage entre l'endommagement et le niveau de résistance sens fibres. Dans un premier temps, les contraintes sens fibres  $\sigma_l$  sont calculées à partir des contraintes dans le repère structure ( $\sigma_{zz}$  et  $\sigma_{\theta\theta}$ ) suivant l'équation :

$$\sigma_l^{(k)} = m^2 \cdot \sigma_{zz}^{(k)} + n^2 \cdot \sigma_{\theta\theta}^{(k)} \quad (\text{III.19})$$

Ensuite, une pression d'éclatement du réservoir est déterminée à partir d'un critère sens fibres. Celui-ci est donc défini à partir de l'inégalité suivante liant la contrainte sens fibres à la résistance du pli dans cette même direction  $X$  :

$$\frac{\sigma_l^{(k)}}{X} \leq 1 \quad (\text{III.20})$$

En raison du faible gradient de déformations dans l'épaisseur du réservoir, dès que ce critère est atteint sur une couche, on considère qu'il y a rupture du pli et consécutivement de la structure. Il est alors possible de localiser, dans l'épaisseur de la virole, la couche à l'origine de cet éclatement.

### III.1.3 Application au réservoir de référence

#### III.1.3.1 Propriétés de la structure et du matériau

Le réservoir utilisé lors de cette modélisation a la même géométrie et la même stratification que le tube épais caractérisé dans le chapitre II. Il a donc un diamètre intérieur de 310mm et un empilement  $[(\pm 15/\pm 25/90_2/\pm 35/\pm 45/90_2)_7/90]$  avec une épaisseur de couche moyenne de 0,69mm (pour une couche à  $\pm\theta^\circ$  ou à  $90^\circ$ ).

A titre indicatif, le critère géométrique  $\frac{b}{a}$  permettant de savoir si la structure étudiée peut être qualifiée d'épaisse, vaut ici 1,25.

Les propriétés mécaniques du matériau, présentées dans le tableau suivant, sont données, sur une couche et dans le repère de la couche, pour une fraction volumique de fibres de 65% et un taux de porosité nul.

$E_l$ (en GPa)	$E_t$ (en GPa)	$G_{lt}$ (en GPa)	$\nu_{lt}$	$\nu_t$	$X$ (en MPa)
124,1	8,5	8,0	0,32	0,495	2335

tableau III-1 : Propriétés mécaniques d'une couche du matériau composite du réservoir

Ces données matériau ont été obtenues à partir d'essais mécaniques sur des éprouvettes bobinées du matériau utilisé dans le réservoir. Nous reviendrons en détail sur les méthodes de caractérisation permettant d'obtenir ces résultats dans le chapitre IV.

#### III.1.3.2 Détermination de la pression d'éclatement

Le modèle épais, le critère de rupture de la structure ainsi que les données matériau (résumées dans le tableau III-1) permettent de calculer d'une part le champ de contraintes, de déformation et de déplacement dans le réservoir de 40mm d'épaisseur et d'autre part, la pression d'éclatement. Ces valeurs sont directement liées aux choix de modélisation de la rupture que nous avons faits et qui sont conservés pour l'ensemble de l'étude de sensibilité.

La pression d'éclatement du réservoir est de 2897,5bar. C'est donc à cette pression que la contrainte maximale sens fibres atteint la résistance à rupture du pli dans cette même direction au niveau de la première couche à  $90^\circ$  (à l'intérieur de la structure).

Pour représenter les répartitions des déplacements radiaux, des déformations et des contraintes normales dans l'épaisseur de la virole (cf. figure III-6 à figure III-12), un rayon adimensionné dans l'épaisseur est défini de la manière suivante :

$$R = \frac{r - r_{\text{int}}}{r_{\text{ext}} - r_{\text{int}}} \quad (\text{III.21})$$

Où  $r$  est le rayon évoluant entre  $r_{\text{int}}$ , le rayon intérieur de la structure et  $r_{\text{ext}}$ , son rayon extérieur.

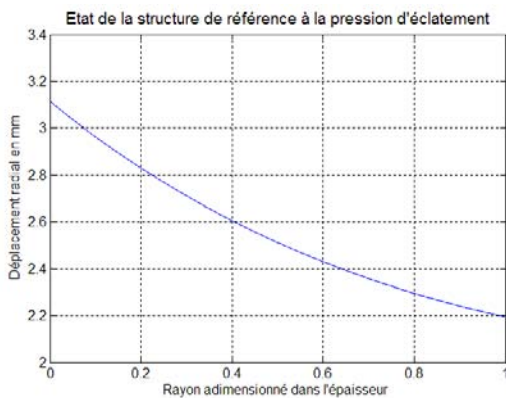


figure III-6 : Déplacement radial dans l'épaisseur du réservoir de référence

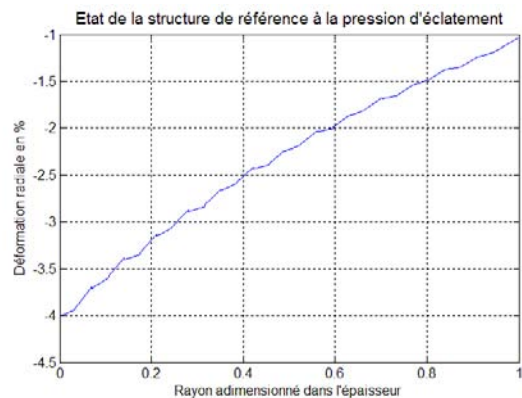


figure III-7 : Déformation radiale dans l'épaisseur du réservoir de référence

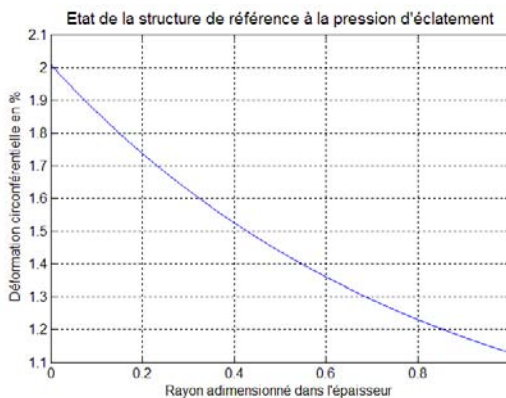


figure III-8 : Déformation circonférentielle dans l'épaisseur du réservoir de référence

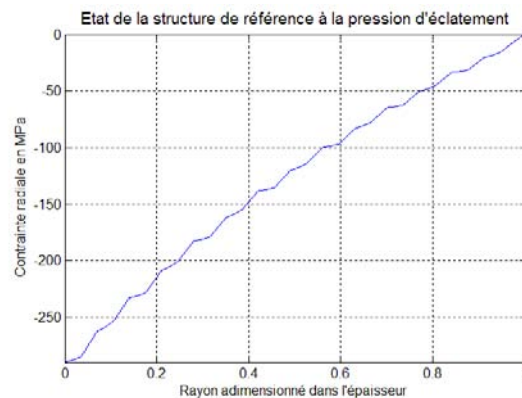


figure III-9 : Contrainte radiale dans l'épaisseur du réservoir de référence

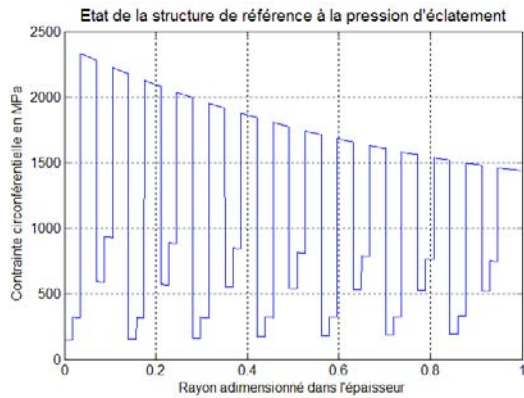


figure III-10 : Contrainte circonférentielle dans l'épaisseur du réservoir de référence

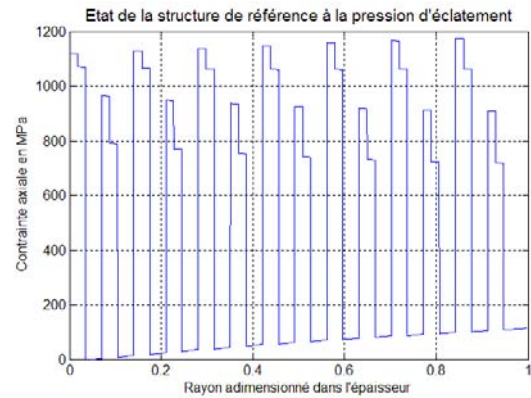


figure III-11 : Contrainte axiale dans l'épaisseur du réservoir de référence

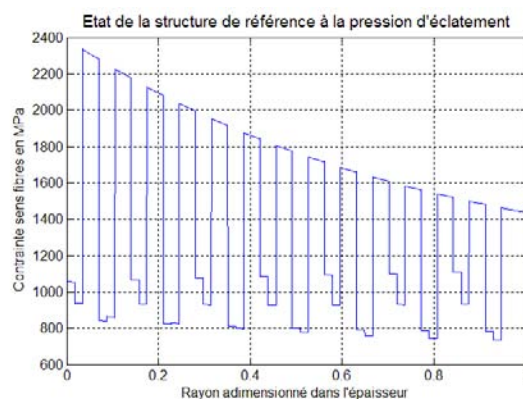


figure III-12 : Contrainte sens fibres dans l'épaisseur du réservoir de référence

### III.1.3.3 Comparaison des modèles fin et épais

Comme précisé précédemment, la valeur du critère  $\frac{b}{a}$  est caractéristique d'une structure épaisse. La comparaison entre les pressions d'éclatement calculées à partir des modèles fin et épais faite dans le chapitre I peut être illustrée à travers cet exemple. En effet, alors que le modèle épais prévoit une pression de rupture du réservoir à 2897,5bar, le modèle fin basé sur la théorie des stratifiés prédit d'atteindre, avec cette même structure, 3487bar. Il y a donc un écart de plus de 20% entre les pressions d'éclatement du réservoir calculées à partir des deux modèles.

L'utilisation du modèle épais est donc absolument nécessaire pour bien représenter le comportement mécanique du réservoir de 40mm d'épaisseur.

## **III.2 Passage des propriétés macroscopiques aux propriétés microscopiques et inversement**

La partie précédente a permis de déterminer la pression d'éclatement du réservoir de référence, c'est-à-dire constitué d'un matériau homogène dans l'épaisseur et sans chargement d'origine thermique.

Le chapitre II a permis de mettre en évidence les hétérogénéités réellement présentes dans notre matériau. Parmi celles-ci et à titre d'exemple, l'intégration de la variation du taux volumique de fibres suivant l'orientation des couches nécessite de recalculer les propriétés mécaniques de chaque couche. En effet, la caractérisation mécanique a lieu sur des éprouvettes ayant une fraction volumique de fibres donnée, ce qui implique que, pour toutes les autres valeurs de taux de fibres, les propriétés élastiques d'un pli soient estimées par calcul.

Pour ce faire, notre démarche est de retrouver les propriétés micromécaniques des fibres et de la matrice du composite à partir des propriétés mesurées à l'échelle macroscopique et ainsi, de pouvoir recalculer des propriétés mécaniques de la couche composite ayant un taux de fibres différent de celui des éprouvettes utilisées lors de la caractérisation.

### **III.2.1 Modèle analytique pour le passage des propriétés macroscopiques aux propriétés microscopiques du matériau**

#### **III.2.1.1 Description des deux modèles micro/macro envisagés**

Les modèles permettant de relier les propriétés micromécaniques à l'échelle des constituants aux propriétés macromécaniques du pli se basent sur trois méthodes distinctes [Berthelot, 2005] :

- la recherche de bornes (basée sur des théorèmes variationnels de l'énergie),
- la recherche de solutions exactes (utilisant des schémas simplifiés et des méthodes analytiques),
- l'approche semi-empirique (facilement adaptable en pratique et donc descriptive).

L'ensemble de ces modèles se base sur l'étude d'une cellule élémentaire (une fibre continue entourée d'un cylindre, d'un carré ou d'un hexagone de résine). Il faut être conscients du fait que la solution exacte est intermédiaire entre la solution trouvée dans le cas où toutes les fibres sont isolées les unes des autres et la solution qui serait obtenue dans le cas où les fibres seraient en contact.

Nous avons souhaité comparer deux modèles : celui basé sur une approche semi-empirique (loi des mélanges) [Berthelot, 2005] et celui basé sur une solution analytique issue des travaux de Christensen [Christensen, 1979].

Les modèles existants utilisent les propriétés des constituants pour calculer les propriétés élastiques d'un pli. C'est le raisonnement inverse qui est suivi ici : utiliser les propriétés à l'échelle du pli pour calculer les propriétés élastiques des fibres ( $E_{fL}$ ,  $\nu_f$ ) et de la matrice ( $E_m$ ,  $\nu_m$ ). Ainsi, il convient de résoudre un système de quatre équations ( $E_l, E_t, G_{lt}$  et  $\nu_{lt}$ ) à quatre inconnues ( $E_{fL}, E_m, \nu_f$  et  $\nu_m$ ) dont la fraction volumique de fibres  $V_f$  et de matrice  $V_m$ .

Le module longitudinal  $E_l$  se calcule, par la loi des mélanges et le modèle de Christensen respectivement, à partir des expressions suivantes :

$$(III.22) \quad \left\{ \begin{array}{l} E_l(\text{mélange}) = E_{fL}V_f + E_mV_m \\ E_l(\text{Christensen}) = E_l(\text{mélange}) + \frac{4V_mV_f(\nu_f - \nu_m)}{40V_m\left(1 - \nu_f - \frac{\nu_f^2}{10}\right) + \frac{2V_f(1 - \nu_m - 2\nu_m^2) + 2(1 + \nu_m)}{E_m}} \end{array} \right.$$

De la même manière, le coefficient de poisson  $\nu_{lt}$  peut être calculé avec les formules suivantes :



$$(III.23) \quad \left\{ \begin{array}{l} v_{lt}(mélange) = v_f V_f + v_m V_m \\ v_{lt}(Christensen) = v_{lt}(mélange) + \frac{V_f V_m (v_f - v_m) \left( \frac{2(1 - v_m - 2v_m^2)}{E_m} - \frac{40 \left( 1 - v_f - \frac{v_f^2}{10} \right)}{E_{fL}} \right)}{40 \cdot V_m \cdot \left( 1 - v_f - \frac{v_f^2}{10} \right) + \frac{2 \cdot V_f \cdot (1 - v_m - 2v_m^2) + 2(1 + v_m)}{E_m}} \end{array} \right.$$

Le module de cisaillement  $G_{lt}$  est décrit par les deux expressions suivantes :

$$(III.24) \quad \left\{ \begin{array}{l} G_{lt}(mélange) = \frac{1}{\frac{4.5 \cdot V_f}{E_{fL}} + \frac{1 - V_f}{G_m}} \\ G_{lt}(Christensen) = G_m \cdot \frac{\frac{E_{fL}}{4.5} \cdot (1 + V_f) + G_m \cdot (1 - V_f)}{\frac{E_{fL}}{4.5} \cdot (1 - V_f) + G_m \cdot (1 + V_f)} \end{array} \right.$$

Enfin, l'expression du module transverse  $E_t$  à partir du modèle de Christensen est tellement complexe et ne peut être exprimée simplement en fonction des inconnues, comme le montre l'expression suivante :

$$(III.25) \quad \left\{ \begin{array}{l} E_t(mélange) = \frac{E_m}{(1 - V_f) + \frac{17.5 \cdot E_m V_f}{E_{fL}}} \\ E_t(Christensen) = \frac{4 \cdot G_{TN} \cdot K_{TN}}{K_{TN} + \psi \cdot G_{TN}} \end{array} \right.$$

Les termes  $G_{TN}$ ,  $K_{TN}$  et  $\psi$  ainsi que le détail des formules précédentes sont présentés dans l'**annexe 4**. On notera que chaque équation présente au moins deux inconnues.

### III.2.1.2 Comparaison de ces deux modèles

On peut supposer que le modèle de Christensen fournit, par définition, des résultats plus représentatifs que l'approche semi-empirique de la loi des mélanges. Néanmoins, il n'est pas possible, même avec un outil de calcul formel performant, d'inverser le système de quatre équations non linéaires à quatre inconnues proposé par Christensen. Il est donc nécessaire de simplifier, si possible l'expression du système suivant :

$$\left\{ \begin{array}{l} E_l(\text{Christensen}) = f(E_{fL}, E_m, \nu_f, \nu_m) \\ E_t(\text{Christensen}) = g(E_{fL}, E_m, \nu_f, \nu_m) \\ G_{lt}(\text{Christensen}) = h(E_{fL}, E_m, \nu_f, \nu_m) \\ \nu_{lt}(\text{Christensen}) = i(E_{fL}, E_m, \nu_f, \nu_m) \end{array} \right. \longrightarrow \left\{ \begin{array}{l} E_f(\text{Christensen}) = f'(E_l, E_t, G_{lt}, \nu_{lt}) \\ E_m(\text{Christensen}) = g'(E_l, E_t, G_{lt}, \nu_{lt}) \\ \nu_f(\text{Christensen}) = h'(E_l, E_t, G_{lt}, \nu_{lt}) \\ \nu_m(\text{Christensen}) = i'(E_l, E_t, G_{lt}, \nu_{lt}) \end{array} \right. \quad (\text{III.26})$$

Pour ce faire, nous avons choisi d'étudier l'influence du choix des modèles sur les propriétés élastiques du pli en fonction de la variation de la fraction volumique de fibres. Elle varie ici de 10 à 90% (avec  $V_m = 1 - V_f$ ).

Pour le module d'élasticité longitudinal et le coefficient de Poisson, quelles que soient les variations de fraction volumique de fibres et de porosités, les résultats obtenus à partir des deux modèles sont parfaitement équivalents (cf. figure III-13 et figure III-14). Le modèle classique de la **loi des mélanges** fournit donc une définition satisfaisante et également plus simple de ces propriétés.

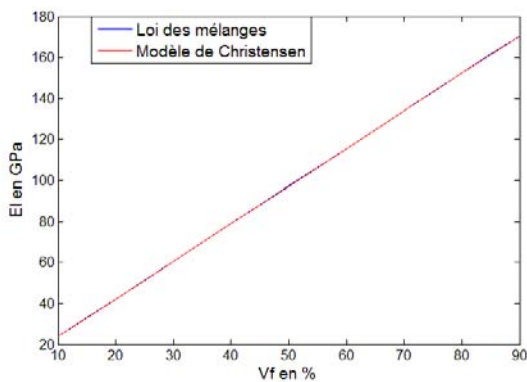


figure III-13 : Variation du module longitudinal en fonction du taux de fibres et du modèle de calcul utilisé

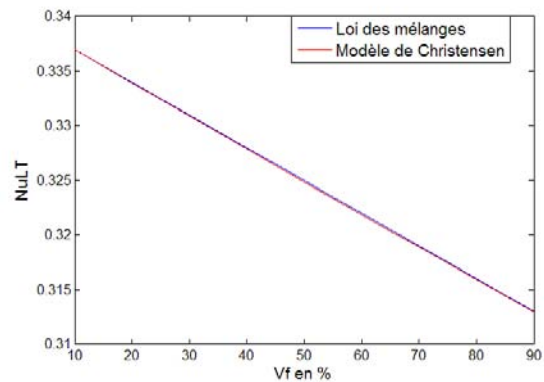


figure III-14 : Variation du coefficient de Poisson en fonction du taux de fibres et du modèle de calcul utilisé

En ce qui concerne le module transverse et de cisaillement, la loi des mélanges et le modèle de Christensen donnent des tendances relativement similaires présentées respectivement sur la figure III-15 et figure III-16.

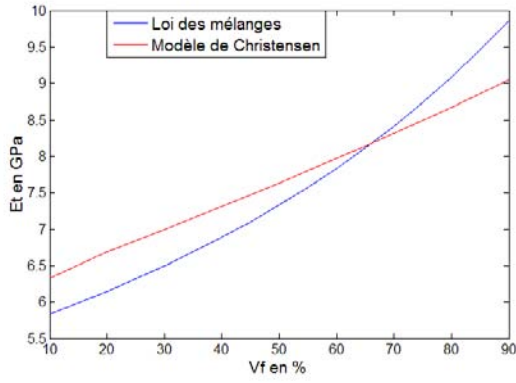


figure III-15 : Variation du module transverse en fonction du taux de fibres et du modèle de calcul utilisé

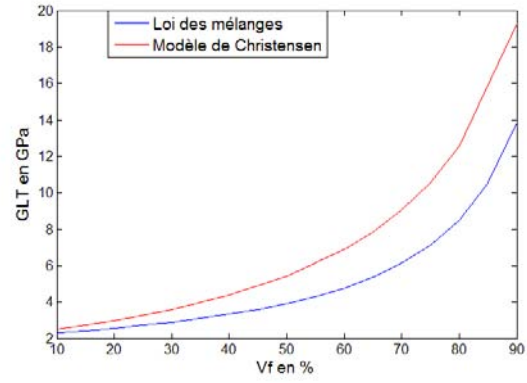


figure III-16 : Variation du module de cisaillement en fonction du taux de fibres et du modèle de calcul utilisé

Devant le manque de ressources bibliographiques expérimentales et pointues à ce sujet, le **modèle de Christensen** est conservé dans le cas du module transverse et de cisaillement du pli composite.

Ainsi, le système de résolution simplifié suivant est envisagé :

$$\left\{ \begin{array}{l} E_l(\text{mélange}) = f(E_f, E_m) \\ E_t(\text{Christensen}) = g(E_f, E_m, \nu_f, \nu_m) \\ G_{lt}(\text{Christensen}) = h(E_f, E_m, \nu_f, \nu_m) \\ \nu_{lt}(\text{mélange}) = i(\nu_f, \nu_m) \end{array} \right. \longrightarrow \left\{ \begin{array}{l} E_f = f'(E_l, E_t, G_{lt}) \\ E_m = g'(E_l, E_t, G_{lt}) \\ \nu_f = h'(E_t, G_{lt}, \nu_{lt}) \\ \nu_m = i'(E_t, G_{lt}, \nu_{lt}) \end{array} \right. \quad (\text{III.27})$$

### III.2.1.3 Hypothèse nécessaire à la résolution

Etant donnée la complexité de l'expression de \$E\_t\$, le système des quatre équations ci-dessous ne peut toujours pas être résolu directement.

La seule alternative possible est de poser comme connue une des propriétés des constituants. Chaque propriété micro intervient dans trois des équations ; ce n'est pas un critère qui nous permet de choisir entre les variables. Néanmoins, on sait que les modules des fibres et de la matrice sont les valeurs réelles qui nous intéressent tout particulièrement. De plus, il est très délicat d'attribuer une valeur au coefficient de Poisson de la fibre. Ainsi, on propose de fixer la valeur du coefficient de Poisson de la matrice :  $\nu_m = 0.34$ .

Il suffit alors de résoudre le système suivant en utilisant la dernière équation pour valider que les propriétés micromécaniques calculées nous permettent de retrouver les valeurs d'essais du module transverse :

$$\begin{cases} E_l(\text{mélange}) = f(E_f, E_m) \\ G_{lt}(\text{Christensen}) = h(E_f, E_m, \nu_f) \\ \nu_{lt}(\text{mélange}) = i(\nu_f) \end{cases} \longrightarrow \begin{cases} E_f = f'(E_l, G_{lt}) \\ E_m = h'(E_l, G_{lt}) \\ \nu_f = i'(\nu_{lt}) \end{cases} \quad (\text{III.28})$$

$$\Rightarrow E_t(\text{Christensen}) = g(E_f, E_m, \nu_f) \xrightarrow{?} E_t(\text{essais}) \quad \text{avec } \nu_m = 0.34$$

## III.2.2 Détermination des propriétés des constituants à partir des propriétés des plis et inversement

### III.2.2.1 Détermination des propriétés élastiques effectives des constituants

La résolution se fait à partir d'un logiciel de calcul formel en utilisant, pour chaque essai de caractérisation du matériau (sens fibres, sens transverse et en cisaillement), la fraction volumique de fibres mesurée et en supposant que le taux de porosités est nul. Les propriétés micromécaniques calculées sont les suivantes :

$$\begin{cases} E_{fL} = 189.07 \text{ GPa} \\ E_m = 5.55 \text{ GPa} \\ \nu_f = 0.31 \end{cases} \quad \text{avec } \nu_m = 0.34 \quad (\text{III.29})$$

### III.2.2.2 Détermination des propriétés élastiques d'une couche à partir de celles de ses constituants

Les propriétés des constituants calculées précédemment permettent alors de déterminer les propriétés élastiques d'une couche pour une fraction volumique de fibres  $V_f$  et de matrice  $V_m$  données à partir des équations suivantes :

$$\begin{cases} E_t(\text{mélange}) = E_{fL}V_f + E_mV_m \\ E_t(\text{Christensen}) = \frac{4 \cdot G_{TN} \cdot K_{TN}}{K_{TN} + \psi \cdot G_{TN}} \\ G_{lt}(\text{Christensen}) = G_m \cdot \frac{\frac{E_{fL}}{4.5} \cdot (1 + V_f) + G_m \cdot (1 - V_f)}{\frac{E_{fL}}{4.5} \cdot (1 - V_f) + G_m \cdot (1 + V_f)} \\ \nu_{lt}(\text{mélange}) = \nu_f V_f + \nu_m V_m \end{cases} \quad (\text{III.30})$$

Le jeu de propriétés calculé à partir des modules élastiques et du coefficient de poisson des constituants (équation (III.29)) présente un léger écart par rapport aux valeurs d'essai :

$$\left\{ \begin{array}{l} E_l = 124,79 \text{ GPa} \longrightarrow \text{écart} \approx +0,6\% \\ E_t = 8,14 \text{ GPa} \longrightarrow \text{écart} \approx -4,2\% \\ G_{lt} = 7,85 \text{ GPa} \longrightarrow \text{écart} \approx -1,9\% \\ \nu_{lt} = 0,32 \end{array} \right. \quad (\text{III.31})$$

Seul le coefficient de Poisson n'est pas modifié par le double passage macro/micro puis micro/macro. Globalement, l'association des expressions de la loi des mélanges avec celles de Christensen semble satisfaisante pour mener l'étude de sensibilité.

Il est néanmoins nécessaire de recalculer la pression d'éclatement du réservoir de référence utilisé dans l'étude d'influence et ayant les propriétés mécaniques présentées dans l'équation (III.31) : elle est de 2878,8bar, soit une perte de 0,6% par rapport à celle calculée à partir des propriétés mécaniques initiales. Cette valeur de pression d'éclatement est notre référence pour l'étude à suivre.

### III.3 Modélisation des spécificités liées à l'enroulement filamentaire et au composite épais

Parmi les hétérogénéités supposées dans le chapitre I puis caractérisées dans le chapitre II, les contraintes résiduelles d'origine thermique, la prise en compte du taux de porosités et la variation de la fraction volumique de fibres associée à celle de l'épaisseur des couches suivant leurs orientations semblent nécessiter une étude d'influence sur la pression d'éclatement. En effet, l'intérêt majeur de ce chapitre est de pouvoir fournir des éléments sur le besoin de prendre en considération ces hétérogénéités dans l'étude du comportement mécanique du réservoir. A ce titre et au vu des essais de caractérisation mécaniques réalisés, la dispersion des résultats de caractérisation des propriétés transverses et hors-plan est également incluse dans cette étude de sensibilité.

#### III.3.1 Prise en compte de l'état de contrainte d'origine thermique.

##### III.3.1.1 Présentation du sous-modèle

Les déformations  $\varepsilon^{th}$  correspondant à la dilatation thermique de la structure sont classiquement calculées, dans chaque couche, à partir de l'équation (III.32) ( $i$  est soit la direction longitudinale soit la direction transverse de la couche et  $\alpha_i$  est le coefficient de dilatation thermique).

$$\varepsilon_i^{th} = \alpha_i \cdot \Delta T \quad (\text{III.32})$$

Les modèles de calcul des contraintes résiduelles de cuisson reposent sur le fait qu'il existe une température à laquelle la structure est libre de toute contrainte. Généralement, l'hypothèse fondamentale est qu'elle correspond à la température du dernier palier isotherme du cycle de polymérisation [Hahn, 1984]. Dans le cas d'une structure épaisse pour laquelle il peut exister un gradient de température dans l'épaisseur, l'équivalent serait alors de considérer la température maximale vue par le matériau au sein de chaque couche et ainsi de différencier la valeur de  $\Delta T$  suivant la couche [Lee et al, 1990; White et al, 1992; Bakaiyan et al, 2009; Ansari et al, 2010].

Dans le repère de la structure, la relation entre les contraintes dans les couches et le champ de températures à l'issue du palier de cuisson est la suivante :

$$\bar{\sigma}^{(k)} = [\bar{C}]^{(k)} \cdot \bar{\varepsilon}^{(k)} + [\bar{C}]^{(k)} \cdot \bar{\alpha}^{(k)} \cdot \Delta T^{(k)} \Big|_{R_s} \quad (\text{III.33})$$

La variable  $\Delta T^{(k)}$  correspond à la différence entre la température maximale de cuisson dans la couche  $k$  et la température de service du réservoir :

$$\Delta T^{(k)} = T_{\max \text{ Cuisson}}^{(k)} - T_{\text{service}} \quad (\text{III.34})$$

Dans un matériau composite, les coefficients de dilatation thermique d'une couche sont différents suivant les directions. Dans notre cas, ne disposant pas de matériel de mesure de la dilatation suffisamment précis, les valeurs des coefficients de dilatation longitudinale  $\alpha_l$  et transversale  $\alpha_t$  sont issues de données sur un composite carbone/époxy T300/N5208 [Tsai, 1988].

$$\begin{cases} \alpha_l = 0,02 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \\ \alpha_t = 22,5 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \end{cases} \quad (\text{III.35})$$

En faisant l'hypothèse d'isotropie transverse sur ces propriétés de dilatation thermique, les dilatations dans le repère de la structure se calculent de la manière suivante :

$$\begin{cases} \alpha_z = m^2\alpha_l + n^2\alpha_t \\ \alpha_\theta = n^2\alpha_l + m^2\alpha_t \\ \alpha_r = \alpha_t \\ \alpha_{z\theta} = 2mn \cdot (\alpha_l - \alpha_t) \end{cases} \quad (\text{III.36})$$

Dans ces conditions, les équations d'équilibre mécanique utilisées dans le modèle épais conduisent à une nouvelle solution pour le déplacement radial :

$$u_r^{(k)}(r) = A^{(k)}r^{\beta(k)} + B^{(k)}r^{-\beta(k)} + \alpha_1^{(k)}\varepsilon_0 \cdot r - \Delta T^{(k)} \cdot r \cdot (\alpha_1^{(k)}\alpha_z^{(k)} + \alpha_2^{(k)}\alpha_\theta^{(k)} + \alpha_3^{(k)}\alpha_r^{(k)}) \quad (\text{III.37})$$

$$\text{Avec } \beta^{(k)} = \sqrt{\frac{\bar{C}_{22}^{(k)}}{\bar{C}_{33}^{(k)}}}, \alpha_1^{(k)} = \frac{\bar{C}_{12}^{(k)} - \bar{C}_{13}^{(k)}}{\bar{C}_{33}^{(k)} - \bar{C}_{22}^{(k)}}, \alpha_2^{(k)} = \frac{\bar{C}_{22}^{(k)} - \bar{C}_{23}^{(k)}}{\bar{C}_{33}^{(k)} - \bar{C}_{22}^{(k)}} \text{ et } \alpha_3^{(k)} = \frac{\bar{C}_{23}^{(k)} - \bar{C}_{33}^{(k)}}{\bar{C}_{33}^{(k)} - \bar{C}_{22}^{(k)}}$$

Un terme dépendant de la différence de température entre la cuisson et l'utilisation de la structure vient s'ajouter à l'expression du déplacement identifié au début de ce chapitre. Ainsi, la résolution du système (équation (III.17) basé sur les conditions aux limites dans l'épaisseur de la structure voit sa composante  $F$  dépendre du champ thermique et des propriétés élastiques et thermiques du composite.

### III.3.1.2 Application au réservoir d'étude

Le relevé de températures dans l'épaisseur du réservoir pendant sa cuisson a montré que l'intérieur et l'extérieur du composite atteignent tous deux la température de palier de 110°C alors que le milieu de l'épaisseur est à 90°C (cf. figure II.7). Une représentation parabolique de la variation de températures dans l'épaisseur de la structure est donc retenue :

$$\begin{cases} T(\text{couche1}) = 110^\circ\text{C} \\ T(\text{couche28}) = 90^\circ\text{C} \\ T(\text{couche57}) = 110^\circ\text{C} \end{cases} \longrightarrow T^{(k)} = 0,0255 \cdot k^2 - 1,4801 \cdot k + 111,45^\circ\text{C} \quad (\text{III.38})$$

Cette expression de la température en fonction du numéro de la couche permet de reproduire le champ de températures dans l'épaisseur, comme représenté sur la figure III-17.

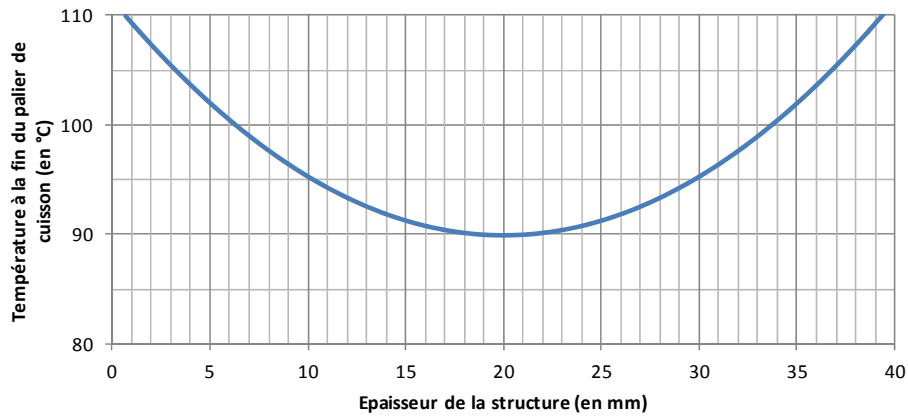


figure III-17 : Représentation du champ de températures dans l'épaisseur du réservoir à la fin du palier de cuisson à 110°C

La température de service étant fixée à 20°C, la différence de températures définie par l'équation (III.34) varie, dans ce cas, de 90°C à 70°C suivant la position de l'épaisseur. La pression d'éclatement du réservoir en tenant compte du chargement d'origine thermique est de **2882,9bar**, soit une **augmentation insignifiante de 0,14%** par rapport à la référence. Elle est liée à l'état de précontraintes légèrement en compression sens fibres sur la première couche à 90° de la structure, comme le montre la figure III-18.

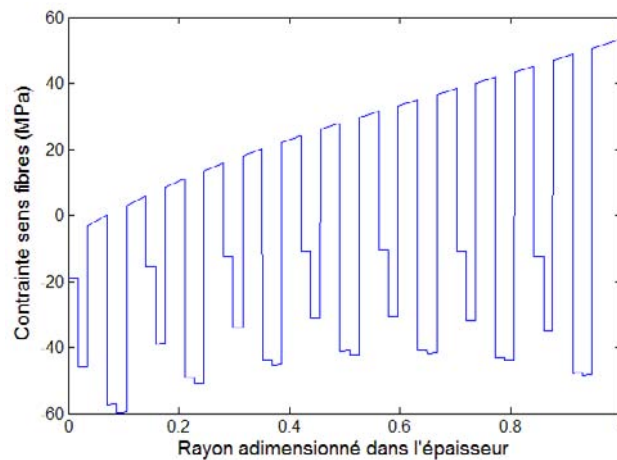


figure III-18 : Champ de précontraintes d'origine thermique sens fibres dans l'épaisseur du réservoir

A titre indicatif, ce chargement thermique résiduel ayant une influence positive sur la pression d'éclatement, on pourrait imaginer que l'industriel aurait intérêt à poursuivre le palier de polymérisation plus longtemps pour que la température dans la structure s'homogénéise à 110°C. Néanmoins, le calcul analytique montre que dans cette situation, la pression d'éclatement est de 2883bar, ce qui n'apporte donc pas d'amélioration significative.



### III.3.2 Propriétés transverses et remise en cause de l'hypothèse d'isotropie transverse

Cette partie est destinée à traiter deux aspects liés aux propriétés transverses et hors-plan. D'une part, les essais de caractérisation des propriétés transverses (développés dans le chapitre IV) ont montré que différents essais pouvaient conduire à des valeurs de module transverse du composite variant de 6,2 à 8,5GPa. Ainsi, en conservant l'hypothèse d'isotropie transverse du matériau, les modules transverses et hors-plan sont soumis à une large variation. Nous avons donc choisi dans un premier temps d'évaluer l'influence du module transverse sur la plage 6,2 à 8,5GPa.

D'autre part, les essais hors-plan présentés dans le chapitre II ont conduit à des valeurs de module qui varient entre 7,0 et 8,15GPa. Alors qu'un module hors-plan à 8,15GPa permet de vérifier l'hypothèse d'isotropie transverse, un module à 7,0GPa correspond à un écart d'environ 14%. Une deuxième partie de ce travail porte donc sur la remise en cause de l'hypothèse d'isotropie transverse.

#### III.3.2.1 Influence du module transverse

L'influence de la valeur du module transverse dans le calcul de la pression d'éclatement du réservoir peut être étudiée dans notre sous-modèle grâce au modèle micro/macro.

On rappelle que la résolution du système d'équations permettant de déterminer les propriétés des constituants se base sur les valeurs de module longitudinal, du coefficient de Poisson et du cisaillement ; le module transverse n'intervient que dans la validation des propriétés micromécaniques calculées (cf. équation (III.28)). La variation du module transverse peut être réalisée, de manière indirecte, à partir de celle du module de la matrice, tous les autres paramètres micro étant fixés :

$$E_m = 2,92GPa \longrightarrow \begin{cases} E_t = 6,19GPa \longrightarrow \text{variation} \approx 24\% \\ G_{lt} = 4,55GPa \longrightarrow \text{variation} \approx 42\% \\ E_l = 123,89GPa \longrightarrow \text{variation} \approx 0,7\% \end{cases} \quad (\text{III.39})$$

Ceci entraîne nécessairement une modification du module de cisaillement mais pas, de manière significative, du module longitudinal.

En conservant l'hypothèse d'isotropie transverse, cette variation du module transverse s'applique également au module hors-plan. La pression d'éclatement du réservoir calculée à partir de cette nouvelle valeur du module de la matrice est de **2760,0bar**, soit une **diminution de 4%** par rapport à la pression de référence.

Les éprouvettes qui ont été utilisées à la fois le module transverse et le module de cisaillement donnent un module transverse à 6,2GPa et un module de cisaillement à 7,0GPa. La valeur du module de cisaillement calculé à partir du modèle micro/macro étant bien inférieure à celle-ci (-35%), nous avons tenu à vérifier son influence en fixant sa valeur à 7,0GPa pour le calcul de la pression d'éclatement. Elle est alors de 2771,0bar, soit un écart de 0,3% par rapport à la pression calculée à partir du modèle micro/macro. Même s'il génère un écart de 35% par rapport au module de cisaillement déterminé expérimentalement, la variation de la pression d'éclatement calculée est jugée suffisamment faible pour que le modèle micro/macro soit conservé dans cette étude de sensibilité.

### III.3.2.2 Remise en cause de l'hypothèse d'isotropie transverse

Même si Mespoulet [Mespoulet et al, 2000] a montré que l'hypothèse d'isotropie transverse sur les modules était vérifiée dans le cas de stratifiés  $[0_n/90_m]$ , nous avons souhaité connaître l'influence sur le calcul de la pression d'éclatement d'une modification des propriétés hors-plan.

L'équation (III.5) montre que les modules de cisaillement hors plan  $G_{lr}$  et  $G_{tr}$  apparaissent seulement, à l'échelle de la structure, dans le calcul des composantes  $\overline{C}_{44}$  et  $\overline{C}_{55}$  (cf. équation (III.6)). Or,  $\overline{C}_{44}$  et  $\overline{C}_{55}$  interviennent uniquement dans le calcul des contraintes de cisaillement, nulles dans le réservoir (cf. équation (III.7)). Ainsi, seul le module hors-plan  $E_r$  a une influence sur le calcul de la pression d'éclatement du réservoir.

Pour un module hors-plan de 7,0GPa correspondant à la valeur minimale obtenue lors des essais de caractérisation, la pression d'éclatement du réservoir est de **2820,9bar**, soit une **diminution de 2%** par rapport à la valeur de référence.

### III.3.3 Prise en compte de la variation du taux volumique de porosités dans l'épaisseur

#### III.3.3.1 Etat de l'art des modèles existants

L'ensemble des modèles donnant les propriétés mécaniques en fonction du taux de porosités repose sur l'hypothèse que les porosités sont sphériques, isolées et réparties uniformément dans le volume de la structure (tout en restant très inférieures au volume de la matière continue) [MacKenzie, 1950].

Deux types de modèles, à deux échelles différentes, se dégagent :

- Soit, à l'échelle macroscopique, les constantes d'élasticité du matériau composite poreux sont calculées à partir des constantes d'élasticité du composite non poreux [Madsen et al, 2003; Madsen et al, 2007; Olivier et al, 2007a; Madsen et al, 2009].
- Soit, à l'échelle microscopique, des propriétés élastiques homogénéisées de la matrice poreuse sont calculées et injectées dans le calcul des propriétés élastiques du matériau composite [Wu et al, 1998].

A l'échelle macroscopique, Madsen [Madsen et al, 2003; Madsen et al, 2007; Madsen et al, 2009] propose d'abattre toutes les propriétés élastiques et les résistances du composite (à fibres végétales dans son cas) d'un facteur  $(1-V_p)^n$ ,  $V_p$  correspondant à la fraction volumique de porosités et  $n$  à une constante à ajuster en fonction du matériau. Cette modélisation n'est pas en accord avec les résultats expérimentaux sur composite carbone/époxy [Olivier et al, 1995; Huang et al, 2005; Liu et al, 2006] qui montrent que la perte de rigidité et de résistance dépend de la direction (longitudinale ou transversale) du pli composite.

A l'échelle microscopique, le calcul des propriétés du composite à partir des propriétés homogénéisées de la matrice et des porosités [Wu et al, 1998] permet de reproduire ces tendances expérimentales. En effet, cette modélisation repose sur le calcul des propriétés élastiques de la matrice poreuse. Considérons l'exemple du module élastique homogénéisé calculé à partir d'une loi des mélanges comme suit :

$$E_{\text{mhomogénéisée}} = V_m E_m + V_p E_p \quad (\text{III.40})$$

Où  $V_m$ ,  $V_p$ ,  $E_m$  et  $E_p$  sont respectivement les fractions volumiques de matrice et de porosités de la matrice homogénéisée et les modules élastiques de la matrice non poreuse et des porosités (soit  $E_p = 0$ ).

Ce modèle entraîne une diminution des propriétés élastiques de la matrice poreuse par rapport à la matrice non poreuse. Ceci conduit ensuite à une diminution différente des propriétés du composite suivant qu'elles soient caractéristiques de la direction des fibres ou de la matrice (le module des fibres étant bien plus important que celui de la matrice).

### III.3.3.2 Présentation du modèle choisi

Nous avons choisi d'utiliser une description de la diminution des propriétés élastiques à l'échelle microscopique et une description de celle des résistances à l'échelle macroscopique. Ce raisonnement assure une certaine cohérence avec les résultats expérimentaux obtenus par les différents auteurs.

#### III.3.3.2.1 Propriétés élastiques d'une couche composite poreuse

Même si l'étude microtomographique a montré que les porosités ne sont ni sphériques, ni uniformément réparties, nous avons choisi d'utiliser ce type de simplification pour réaliser cette étude d'influence. Suivant la sensibilité de la pression d'éclatement à la présence de porosités identifiée à partir des modèles suivants, il conviendra éventuellement de choisir des modèles plus représentatifs des caractéristiques réelles des porosités.

Ainsi, il s'agit, dans un premier temps, de déterminer les propriétés homogénéisées de la matrice poreuse ( $E_{mh}, \nu_{mh}$ ) à partir de celles de la matrice non poreuse ( $E_m, \nu_m$ ) et du taux volumique de porosités  $V_p$  :

$$\begin{cases} E_{mh} = (1 - V_p)E_m \\ \nu_{mh} = (1 - V_p)\nu_m \end{cases} \quad (\text{III.41})$$

Ensuite, elles sont injectées dans les expressions micro/macro des propriétés d'une couche ( $E_l, E_t, G_{lt}$  et  $\nu_{lt}$ ) à la place des propriétés de la matrice non poreuse :

$$\begin{cases} E_l(\text{mélange}) = f(E_f, E_{mh}) \\ E_t(\text{Christensen}) = g(E_f, E_{mh}, \nu_f, \nu_{mh}) \\ G_{lt}(\text{Christensen}) = h(E_f, E_{mh}, \nu_f, \nu_{mh}) \\ \nu_{lt}(\text{mélange}) = i(\nu_f, \nu_{mh}) \end{cases} \quad \text{avec } \nu_{mh} = 0,34 \cdot (1 - V_p) \quad (\text{III.42})$$

### III.3.3.2.2 Résistance à rupture sens fibres d'une couche composite poreuse

Seuls les modèles à l'échelle macroscopique proposent une relation entre la résistance sens fibres d'un composite et sa teneur en porosité. Néanmoins, l'intérêt majeur de ces modèles est de reproduire une évolution des propriétés au plus proche des résultats d'essais.

N'ayant pas réalisé de caractérisation des propriétés à rupture du composite pour différents taux volumiques de porosités, nous avons choisi de nous appuyer sur les travaux d'Olivier [Olivier et al, 1995] présentés en partie dans le chapitre I, notamment en ce qui concerne l'évolution de la résistance sens fibres (cf. figure I-12). En effet, les premiers calculs de la pression d'éclatement à partir du modèle épais appliqué au matériau homogène ont montré que la rupture a lieu dans la première couche à 90°, à l'intérieur de la structure. Il semble donc cohérent d'utiliser des données expérimentales issues de la caractérisation d'éprouvettes UD ayant différents taux volumiques de porosités.

Dans ce cas (cf. figure I-12), la diminution de la résistance sens fibres semble brutale : globalement, dès 2% de porosités, la résistance a chuté d'environ 8%. Elle décroît ensuite linéairement et lentement pour atteindre environ -10% pour un taux de porosités de 10%. Dans la mesure où la teneur en porosités dans le réservoir varie de 3% à 12% suivant la position dans l'épaisseur, une régression linéaire, identifiée à partir des deux couples de valeurs précédents, permet de calculer la perte relative de résistance  $\delta$  de chaque couche :

$$\begin{cases} V_p = 0,02 \Rightarrow \delta = 0,08 \\ V_p = 0,1 \Rightarrow \delta = 0,1 \end{cases} \longrightarrow \delta(V_p) = \frac{-1}{4}V_p + 0,925 \quad (\text{III.43})$$

Si le taux de porosités de la couche est supérieur à 2%, la résistance sens fibres  $X_i$  (obtenue à partir d'éprouvettes dont le taux de porosités est supposé nul) est multipliée par ce facteur :

$$X(V_p) = \delta(V_p) \cdot X_i \quad \text{si } V_p > 0,02 \quad (\text{III.44})$$

### III.3.3.3 Application au réservoir d'étude

Le taux volumique de porosités en fonction de la position de la couche dans l'épaisseur (présenté sur la figure II-35) est ici affecté à chaque couche. Ainsi, les  $N$  couches constituant le réservoir ont chacune une teneur en porosités correspondante à celle mesurée sur la structure réelle. A titre d'exemple, la couche 1 a un taux de porosités de 6%, la couche 33 de 3% et la couche 57 de 12%.

Un sous-modèle analytique basé sur les expressions des propriétés élastiques et à rupture d'une couche en fonction de sa teneur en porosité permet alors de recalculer des jeux de propriétés mécaniques différents d'une couche à l'autre. A titre indicatif encore, la couche 1, ayant une fraction volumique de porosités de 6%, a les propriétés suivantes :

$$\left\{ \begin{array}{l} E_l = 124,72 \longrightarrow \text{écart} \approx 0,06\% \\ E_t = 7,89 \text{GPa} \longrightarrow \text{écart} \approx -3\% \\ G_{lt} = 7,70 \text{GPa} \longrightarrow \text{écart} \approx -2\% \\ \nu_{lt} = 0,31 \longrightarrow \text{écart} \approx -3\% \\ X = 2125 \text{MPa} \longrightarrow \text{écart} \approx -9\% \end{array} \right. \quad (\text{III.45})$$

Les écarts entre ces valeurs et celles obtenues sur une couche non poreuse permettent de se rendre compte que notre choix de modèle entraîne une diminution des propriétés élastiques à l'exception du module longitudinal, et surtout un abattement significatif de la résistance sens fibres.

La pression d'éclatement calculée à partir des propriétés de la structure de référence et d'une variation du taux volumique de porosités dans l'épaisseur est de **2611,0bar**, soit une **diminution de 9,3%** par rapport au réservoir non poreux, principalement liée à la perte de résistance.

### III.3.4 Variation de la fraction volumique de fibres et de l'épaisseur des couches suivant leur orientation

Classiquement, la fraction volumique de fibres est supposée constante quelle que soit l'orientation de la couche dans le réservoir. Or, le chapitre II a permis de montrer que cette hypothèse n'est pas vérifiée sur notre structure. Une des raisons de cette variation de la fraction volumique de fibres suivant l'orientation des couches est que leur épaisseur varie également.

A notre connaissance, ce type de constat propre aux structures bobinées n'a pas été mis en évidence et aucune étude d'influence de ces phénomènes n'a donc été réalisée. Certains auteurs ont modélisé l'influence de la tension de mèche sur la variation d'épaisseur des couches [Kempner et al, 1995; Cohen, 1997; Mertiny et al, 2002] en prenant en compte la viscosité de la résine et sa variation au cours de la polymérisation. En revanche, aucun modèle ne semble prendre en compte la variation d'épaisseur relative au compactage lié au chevauchement des nappes.

Notre démarche repose donc sur l'intégration des variations de l'épaisseur et de la fraction volumique de fibres suivant l'orientation des couches.

Les mesures de fractions volumiques de fibres et d'épaisseurs réalisées sur le réservoir ont été intégrées dans le modèle de calcul de la manière suivante :

- Les couches à  $\pm 15^\circ$  et à  $\pm 25^\circ$  ont toutes une fraction volumique de fibres de 63% et une épaisseur de 0,815mm par couche,
- Celles à  $\pm 35^\circ$  et à  $\pm 45^\circ$  ont toutes une teneur en fibres de 65,6% et une épaisseur de 0,715mm par couche,
- Celles à  $90^\circ$  ont une fraction volumique de fibres constante à 69% jusqu'à 30mm d'épaisseur et qui diminue ensuite linéairement jusqu'à atteindre 59% à l'extérieur. L'épaisseur d'une couche est fixée à 0,64mm.

Cette définition permet d'obtenir la variation de fraction volumique de fibres en fonction de la position dans l'épaisseur du réservoir présentée sur la figure III-19.

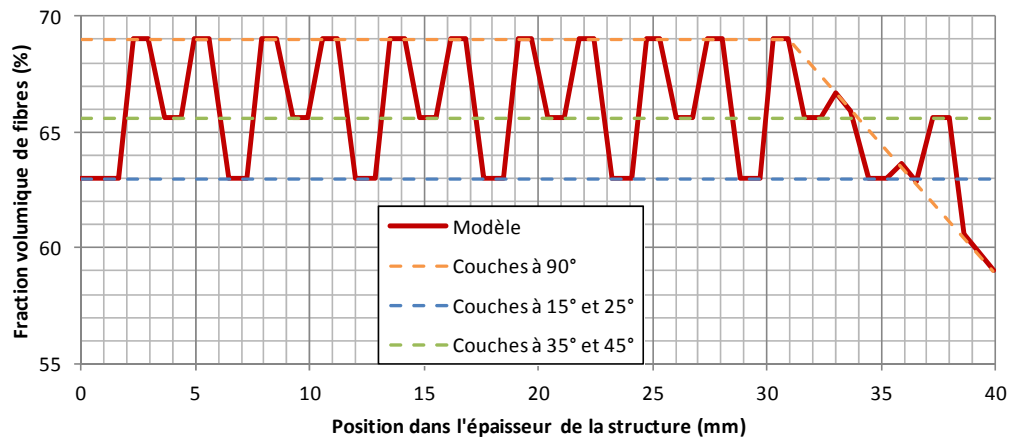


figure III-19 : Variation de la fraction volumique de fibres et d'épaisseur des couches en fonction de leurs orientations

La résistance sens fibres des couches composite varie également en fonction du taux de fibres. A l'échelle du réservoir, Cohen [Cohen et al, 2001] a constaté qu'une augmentation de 10% du taux de fibres entraînait une élévation de la pression d'éclatement d'environ 15%.

Ainsi, en accord avec les travaux de Tsai [Tsai, 1988] et pour de faibles variations de la fraction volumique de fibres autour de celle des éprouvettes utilisées pour la caractérisation, la résistance sens fibres  $X$  d'une couche de fraction volumique de fibres  $V_f$  est donnée par :

$$X = \frac{V_f}{V_f(\text{EpreuveRef})} \cdot X(\text{EpreuveRef}) \quad (\text{III.46})$$

Où  $V_f(\text{EpreuveRef})$  et  $X(\text{EpreuveRef})$  sont respectivement la fraction volumique de fibres et la résistance sens fibres des éprouvettes utilisées pour la caractérisation mécanique des propriétés longitudinales.

La pression d'éclatement prenant en compte les variations d'épaisseur et de fraction volumique de fibres dans la structure est de **2826,1bar**, soit une **diminution de 1,8%** par rapport au réservoir de référence.



## III.4 Bilan des effets et couplages des hétérogénéités

L'ensemble des sous-modèles permettant d'intégrer les différentes hétérogénéités rencontrées dans le réservoir ont été présentés séparément. Il s'agit maintenant de cumuler les effets de ces facteurs pour éventuellement mettre en évidence des couplages.

### III.4.1 Champ de contraintes résiduelles d'origine thermique

Les contraintes résiduelles d'origine thermique calculées à partir du champ de températures relevé dans l'épaisseur de la structure à l'issue du palier de cuisson n'ont pas une influence significative sur la pression d'éclatement (-0,14% seulement). Ainsi, pour la suite de cette étude et dans la mesure où aucune variation du module de la matrice et donc de son degré de conversion n'a été constaté dans l'épaisseur, le **gradient de température dans l'épaisseur à la fin du palier de polymérisation** est **négligé**.

### III.4.2 Plan d'essai complet pour les autres paramètres

En ce qui concerne la dispersion du module transverse, la remise en cause de l'hypothèse d'isotropie transverse, la prise en compte du taux de porosités et la variation d'épaisseurs et de fractions volumiques de fibres suivant l'orientation des couches, nous avons souhaité identifier leurs effets respectifs mais également les interactions éventuelles qu'ils peuvent avoir les uns sur les autres. Pour ce faire, l'ensemble des sous-modèles a été assemblé dans le programme de calcul analytique épais et les  $2^4$  cas, soit 16 configurations au total qui ont été simulées (cf. **annexe 5**).

#### III.4.2.1 Remise en cause de l'hypothèse d'isotropie transverse

En résumé : l'ensemble des effets constatés précédemment se cumulent à l'exception de l'effet de l'hypothèse d'isotropie avec celui de la dispersion de module transverse et celui des porosités.

La prise en compte de la dispersion du module transverse consiste à abaisser sa valeur à 6,19GPa (au lieu de 8,14GPa) alors que, lorsque l'hypothèse d'isotropie transverse est remise en cause, la valeur du module hors-plan est fixée à 7,0GPa. Ainsi, dans certains cas, la valeur du module hors-plan est supérieure à celle du module transverse. Physiquement, la présence des zones riches en résine et éventuellement des porosités massives aux interfaces font que ce phénomène n'est pas représentatif de la réalité. De même, la prise en compte des porosités repose sur l'abatement des propriétés élastiques et à rupture des couches ce qui peut entraîner encore une fois que le module hors-plan soit plus élevé que le transverse.

Globalement, conserver l'hypothèse d'isotropie transverse semble justifié dans la mesure où, comme le montre le jeu de paramètres calculés dans l'équation (III.45), la présence de porosités peut justifier les valeurs de modules transverse et hors-plan proches de 7GPa constatées expérimentalement. Donc en considérant la présence des hétérogénéités dans le matériau réel, **l'hypothèse d'isotropie transverse** semble **satisfaisante** pour étudier le comportement mécanique d'une structure épaisse.

### III.4.2.2 Variation des épaisseurs et des fractions volumiques de fibres des couches

La prise en compte d'une variation des épaisseurs et des taux volumique de fibres suivant l'orientation des couches entraîne peu de modification de la pression d'éclatement du réservoir (-1,8%). En effet, même si les couches à  $\pm 15^\circ$  et  $\pm 25^\circ$  sont plus souples et celles à  $90^\circ$  plus raides suite au calcul micro/macro avec respectivement 63% et 69% de taux de fibres, le taux de fibres moyen sur l'épaisseur de la structure est d'environ 66%. Cette valeur est relativement proche de la valeur de **65% supposée constante dans l'épaisseur** et utilisée par l'industriel pour **estimer la pression d'éclatement**.

### III.4.2.3 Présence des porosités

Le sous-modèle utilisé pour modéliser l'effet des porosités sur les propriétés mécaniques des couches repose sur des hypothèses fortes concernant leur géométrie et leur répartition dans la matière. Conscients que ces hypothèses ne sont pas en accord avec la caractérisation microtomographique présentée dans le chapitre II, nous avons tout de même souhaité évaluer l'influence de leur prise en compte sur la pression d'éclatement calculée.

Parmi les différentes spécificités du matériau, c'est celle qui a le plus d'impact sur la résistance du réservoir avec une diminution de plus de 9%. La réduction de la résistance sens fibres du composite poreux est majoritairement responsable de cette forte influence.

Ainsi, du fait de la présence de porosités en quantité non négligeable (jusqu'à 12% à l'extérieur de la structure et tout de même 6% à l'intérieur), il semble **particulièrement important de prendre en compte la teneur en porosités dans l'évaluation du comportement du réservoir**. Une étude expérimentale plus approfondie basée sur des essais représentatifs de la structure bobinée semble donc nécessaire sur ce point.

#### III.4.2.4 Valeur du module transverse

La dispersion de mesure du module transverse par différents essais mécaniques a été modélisée par une diminution du module de la matrice dans le modèle micro/macro. Or, finalement, le module de cisaillement se retrouve plus impacté que le module transverse par cette modification (cf. équation (III.39)). Ainsi, l'**influence non négligeable** (-4%) sur la résistance de la structure porte à croire que ces propriétés doivent être déterminées aussi précisément que possible sur le matériau représentatif de la structure.

Pour conclure, il est nécessaire de rappeler que la réalisation de la structure étudiée est relativement bien maîtrisée industriellement ce qui entraîne une faible proportion d'hétérogénéités dans la matière. Néanmoins, ce chapitre propose une démarche et des outils méthodologiques pour réaliser une étude d'influence lors de l'optimisation des paramètres de réalisation des réservoirs.

De plus, ce chapitre met en évidence l'attention qui doit être portée à l'identification des propriétés mécaniques, et c'est ce point que développe le chapitre IV.



## **- Chapitre IV -**

# **Caractérisation mécanique du matériau et de la structure**



# Chapitre IV

## Caractérisation mécanique du matériau et de la structure

IV.1 Détermination des propriétés planes de référence .....	173
IV.1.1 Essais sur plaques bobinées.....	174
IV.1.1.1 Définition des éprouvettes et des essais réalisés.....	174
IV.1.1.2 Résultats et interprétations.....	174
IV.1.1.2.1 Essais longitudinaux.....	174
IV.1.1.2.2 Essais transverses .....	176
IV.1.1.2.3 Essais en cisaillement.....	176
IV.1.2 Essais sur éprouvettes tronçons.....	177
IV.1.2.1 Définition des éprouvettes et des essais réalisés.....	177
IV.1.2.2 Résultats.....	178
IV.1.3 Essais sur tubes.....	179
IV.1.3.1 Définition des éprouvettes et des essais réalisés.....	179
IV.1.3.2 Résultats et interprétations.....	180
IV.1.4 Conclusions sur l'ensemble des résultats d'essais .....	180
IV.2 Essai de mise sous pression interne d'un anneau .....	181
IV.2.1 Objectifs et principe de l'essai .....	182
IV.2.1.1 Intérêts liés au développement d'un nouvel essai.....	182
IV.2.1.2 Définition du besoin .....	183
IV.2.1.3 Principe de l'essai .....	185
IV.2.2 Dimensionnement du montage d'essai pour répondre à FP1 .....	186
IV.2.2.1 Définition du prototype.....	187
IV.2.2.2 Choix du demi-angle au sommet du système conique.....	187
IV.2.2.3 Influence des caractéristiques du support .....	188
IV.2.2.3.1 Influence de la position du support .....	189
IV.2.2.3.2 Influence de l'épaisseur du support.....	190
IV.2.2.4 Influence de l'épaisseur du cône femelle.....	191

IV.2.3	Estimation de la pression appliquée pour répondre à FP2 .....	192
IV.2.3.1	Utilisation de l'effort machine.....	193
IV.2.3.2	Utilisation du déplacement axial de la traverse .....	194
IV.2.3.2.1	Modèle analytique de traitement de l'essai .....	194
IV.2.3.2.2	Caractérisation du module d'élasticité du cône femelle.....	196
IV.2.3.2.3	Influence du contraste de raideur entre le cône femelle et l'anneau testé 197	
IV.2.4	Conclusion sur le dimensionnement du montage.....	199
IV.2.5	Etude du comportement mécanique de l'anneau épais .....	200
IV.2.5.1	Dispositif d'essai .....	200
IV.2.5.2	Champ de déplacements et de déformations dans l'épaisseur.....	201
IV.2.5.2.1	Corrélation d'images et effets de bords.....	202
IV.2.5.2.2	Identification par corrélation d'images des déplacements et des déformations.....	203
IV.2.5.3	Détermination de la pression interne appliquée.....	205
IV.2.6	Identification des propriétés sens fibres sur anneaux circonférentiels.....	206
IV.2.6.1	Description de l'essai.....	206
IV.2.6.2	Détermination des propriétés sens fibres .....	207
IV.3	Conclusion .....	211

---



L'étude du comportement mécanique du réservoir sous pression interne présentée dans le chapitre III repose sur des propriétés mécaniques caractérisées dans un état de référence. C'est ensuite en appliquant des variations autour de cet état que le modèle micro/macro permet de prendre en compte les hétérogénéités de la structure.

Ces dernières ont été caractérisées à une échelle micro alors que les propriétés de référence le sont à l'échelle méso et le comportement de la structure à l'échelle macro. Ce chapitre a donc pour intérêt de décrire les choix de caractérisation des propriétés de référence répondant à un besoin de représentativité des éprouvettes par rapport à la structure et à son procédé de réalisation. La caractérisation à l'échelle macro du réservoir est également abordée ici grâce au développement d'un nouveau dispositif d'essai de mise sous pression interne.

Ce chapitre IV traite donc de ces deux aspects :

- D'une part, de la caractérisation du pli composite de référence,
- D'autre part, de celle du comportement mécanique global de la structure épaisse.

Une première partie traite des méthodes de caractérisation standards des propriétés mécaniques des matériaux composites à partir d'éprouvettes élémentaires représentatives du matériau de la structure. Une deuxième porte sur la présentation du montage d'essai de mise sous pression interne d'un anneau appliqué à l'étude du comportement d'une portion de réservoir de 40mm d'épaisseur mais également à la caractérisation des propriétés sens fibres du composite.

## **IV.1 Détermination des propriétés planes de référence**

La modélisation du comportement du réservoir sous pression interne nécessite de disposer des propriétés mécaniques de référence du matériau composite telles que le module et la résistance longitudinale ainsi que le module transverse et le module de cisaillement. Habituellement, l'identification de ces paramètres se fait sur des éprouvettes planes réalisées par le procédé de mise en œuvre sélectionné. Dans le cas du procédé de bobinage, la réalisation de plaques est relativement délicate, c'est pourquoi il nous a semblé intéressant de tester d'autres géométries.

Ainsi, dans cette partie, nos travaux portent sur différentes méthodes de caractérisation adaptées aux composites bobinés.

## IV.1.1 Essais sur plaques bobinées

### IV.1.1.1 Définition des éprouvettes et des essais réalisés

La norme [ISO1268-5, 2002] décrit la fabrication de plaques unidirectionnelles en enroulement filamenteux à partir d'un montage permettant d'obtenir simultanément deux plaques similaires. L'industriel, Composites Aquitaine, possède ce type de dispositif. Des plaques unidirectionnelles et bidirectionnelles ont donc été réalisées. Les plaques bidirectionnelles sont obtenues par rotations répétées de 90° du mandrin au cours de la dépose des fibres imprégnées générant ainsi un empilement  $[0/90]_6$ .

Les caractéristiques des plaques selon leur utilisation sont récapitulées dans le tableau suivant :

	Essais à 0°		Essais à 90°	Essais à +45/-45°
Epaisseur (en mm)	1,2	2	6	2
Fraction volumique de fibres (en %)	66,5	63,4	65,8	62,5
Nombre d'éprouvettes	4	5 (4 jusqu'à rupture)	5	5

*tableau IV-1 : Caractéristiques des plaques utilisées pour la caractérisation des propriétés mécaniques du composite*

Pour leur caractérisation en traction, les dimensions d'éprouvettes, préparation et instrumentation sont en accord avec la norme [ISO527-4, 1997]. L'ensemble des essais effectués est présenté en **annexe 6**.

### IV.1.1.2 Résultats et interprétations

#### IV.1.1.2.1 Essais longitudinaux

Les essais à 0° permettant de caractériser les propriétés mécaniques longitudinales du composite ont révélé un comportement en deux phases. Comme le montre la figure IV-1, le module longitudinal calculé à partir de la pente initiale de la courbe contrainte/déformation conduit à un module inférieur à celui calculé à partir de la pente finale.

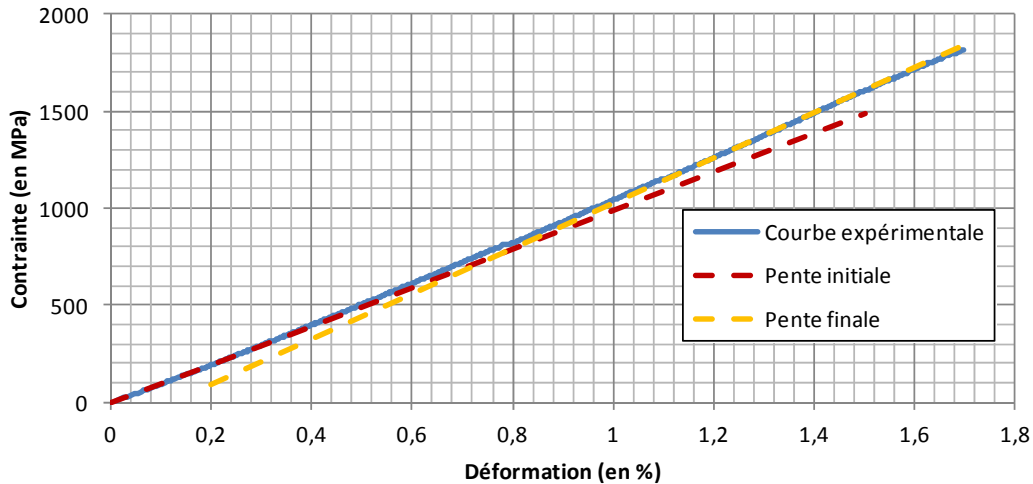


figure IV-1 : Essai de traction longitudinale sur une éprouvette plaque à 0° de 1,2mm d'épaisseur

Ce comportement non linéaire a été constaté par d'autres auteurs dont Huchette [Huchette, 2005] qui associe ce phénomène de rigidification en cours d'essai à un réalignement des fibres. Dans notre cas, le mode de réalisation des plaques, n'assurant pas une tension optimale pourrait être à l'origine de cette **non-linéarité en traction longitudinale**. Néanmoins, nous considérons que le module longitudinal du matériau dans le réservoir correspond à celui après rigidification du fait de la géométrie de la structure, plus propice à la tension des fibres.

L'ensemble des essais de traction à 0° effectués conduisent aux valeurs moyennes suivantes pour les deux épaisseurs d'éprouvettes :

	$E_1$ (en GPa)	$X$ (en MPa)	$\nu_{lt}$
Epaisseur de <b>1,2mm</b>	$118^{+13}_{-11}$	$2389^{+123}_{-147}$	$0,32^{+0,01}_{-0,01}$
Epaisseur de <b>2mm</b>	$121^{+7}_{-4}$	$1657^{+191}_{-235}$	$0,32^{+0,02}_{-0,02}$

tableau IV-2 : Propriétés longitudinales déterminées à partir des essais sur plaques

Alors que les valeurs de module et de coefficient de Poisson sont similaires pour les deux épaisseurs, la résistance à rupture est bien plus faible dans le cas des éprouvettes de 2mm. La différence de fraction volumique de fibres entre les deux plaques (66,5% pour celle de 1,2mm et 63,5% pour celle de 2mm) ne permet de justifier l'écart de plus de 30% de la résistance sens fibres. Des observations microscopiques ont mis en évidence la présence de porosités dans l'éprouvette de 2mm et aucune dans celle de 1,2mm, ce qui peut expliquer cette perte de résistance (cf. figure IV-2).

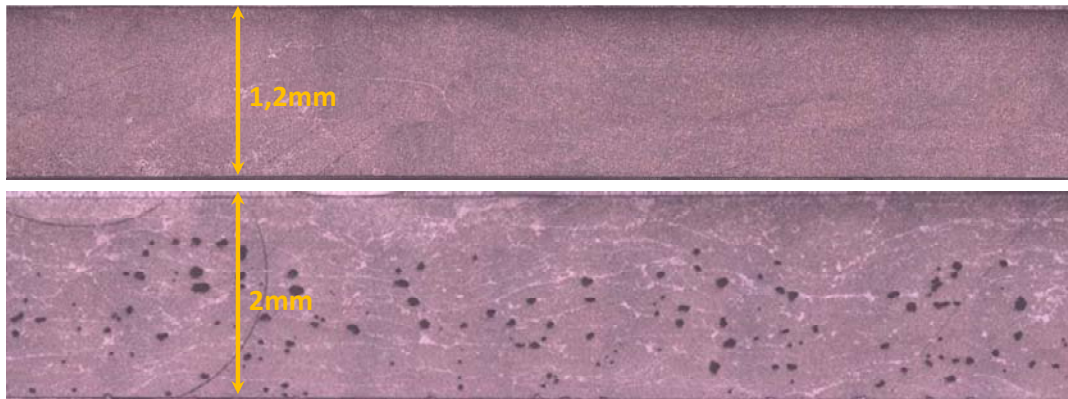


figure IV-2 : Photographie de deux sections d'éprouvettes de 1,2mm et de 2mm

Ainsi, dans la suite de cette étude, nous ne conserverons que les propriétés longitudinales déterminées à partir des essais sur la plaque de 1,2mm d'épaisseur.

#### IV.1.1.2.2 Essais transverses

Les courbes d'essais à 90° sont caractéristiques d'un comportement élastique linéaire sans adoucissement visible avant rupture (cf. figure IV-3).

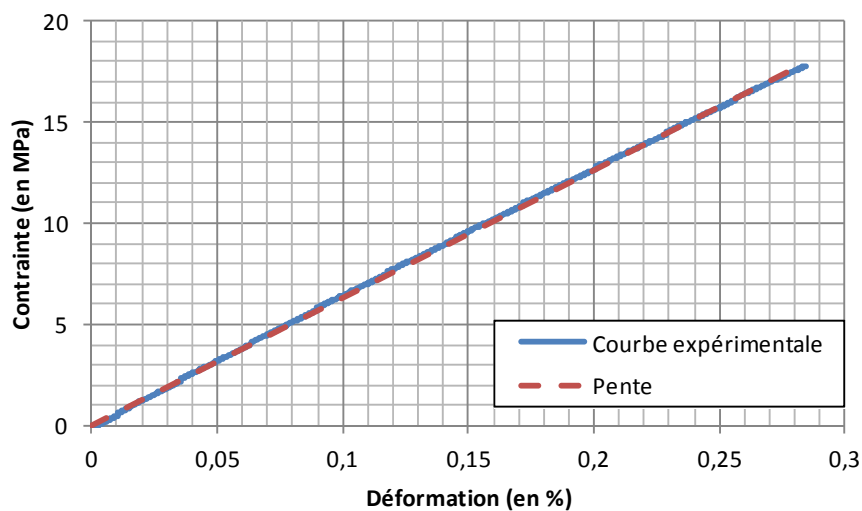


figure IV-3 : Essai de traction sur une éprouvette plaque à 90°

La rupture de l'éprouvette a lieu rapidement et pour de faibles niveaux de déformation. La valeur moyenne de **module transverse**  $E_t$  obtenue est de  $6,2^{+0,3}_{-0,4}$  GPa.

#### IV.1.1.2.3 Essais en cisaillement

Les essais à +45/-45 permettant de caractériser les propriétés mécaniques de cisaillement du composite montre un comportement élastique endommageable du matériau.

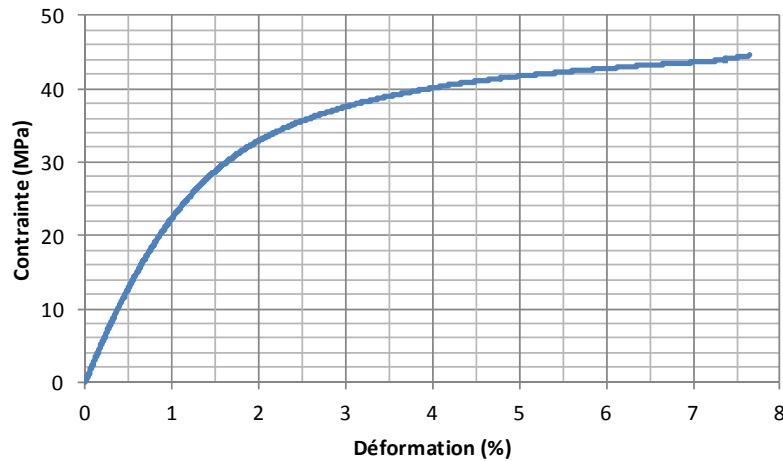


figure IV-4 : Essai de traction sur une éprouvette plaque à +45/-45

De plus, les essais de cyclage (charge/décharge) sur ces éprouvettes présentés dans le chapitre III ont confirmé ce comportement avec la présence de déformations résiduelles liée en grande partie au comportement viscoélastique de la matrice. La valeur moyenne du **module de cisailment initial  $G_{It}$**  est de  $5,9^{+0,5}_{-0,7}$  GPa.

## IV.1.2 Essais sur éprouvettes tronçons

Conscients que la géométrie du montage pour réaliser les plaques ne représente que partiellement le procédé d'enroulement filamentaire, des tubes de grand diamètre intérieur ont été réalisés.

### IV.1.2.1 Définition des éprouvettes et des essais réalisés

La norme [NF-EN-1393, 1996] présente des essais de traction longitudinales sur éprouvettes issues de tubes. Parmi les méthodes présentées, la découpe d'une bande longitudinale dans la paroi du tube a retenu notre attention. Ainsi, en suivant les recommandations de la norme, nous avons extrait des éprouvettes de tubes de diamètre intérieur 310mm ayant les caractéristiques suivantes :

	Tube à 90°	Tube à ±45°	Tube à ±15°
Epaisseur (en mm)	6	6	2
Fraction volumique de fibres (en %)	65,0	65,0	65,0
Nombre d'éprouvettes	4	3	5

tableau IV-3 : Caractéristiques des éprouvettes courbes utilisées pour la caractérisation des propriétés mécaniques du composite

La difficulté principale sur ce type d'éprouvettes repose sur la transmission d'effort aux extrémités. En effet, pour réaliser les essais de traction sur cette géométrie d'éprouvettes il est nécessaire que les talons rattrapent la courbure et soient donc plats sur les faces extérieures. La norme [NF-EN-1393, 1996] propose des talons en résine thermodurcissable renforcée ou non. Ainsi, nous avons choisi de réaliser directement des talons ayant une face courbe et une face plane en tissus de fibres de verre préimprégnés de façon à obtenir les éprouvettes présentées sur la figure IV-5.

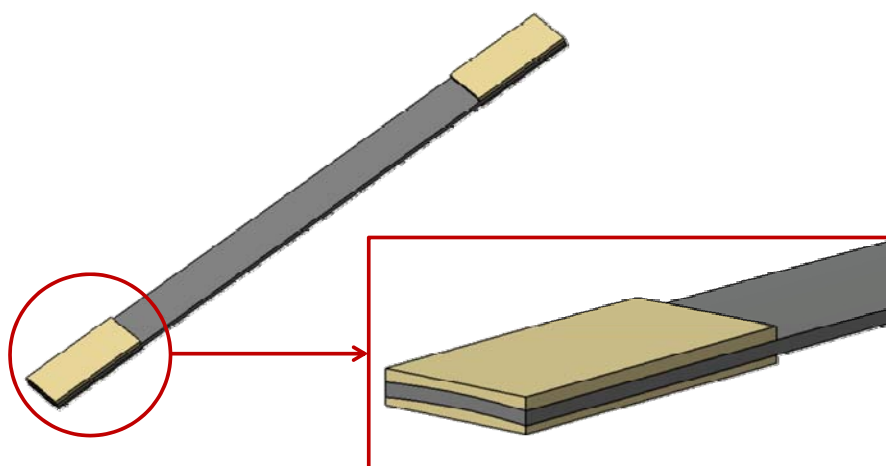


figure IV-5 : Eprouvette tronçon avec des talons adaptés à sa courbure

#### IV.1.2.2 Résultats

Les comportements des éprouvettes lors des essais à 90° et ±45° sont tout à fait similaires à ceux constatés sur les éprouvettes issues des plaques bobinées. Les valeurs de module sont quant à elles quelque peu différentes puisque le **module transverse** vaut  $8,5^{+0,6}_{-0,3}$  GPa et le **module de cisaillement**  $8,0^{+0,2}_{-0,2}$  GPa.

Les essais à  $\pm 15^\circ$  permettent, par identification inverse à partir de la théorie des stratifiés, de déterminer le **module longitudinal** du matériau. Ainsi, en s'appuyant sur les valeurs de module transverse et de cisaillement précédents et du coefficient de Poisson déterminé sur les essais plaques, la valeur moyenne obtenue pour le module longitudinal est de  $124,1_{-1,4}^{+1,4}$  GPa.

### IV.1.3 Essais sur tubes

A titre comparatif et toujours d'après la norme [NF-EN-1393, 1996], des essais sur des tubes longs et de petit diamètre ont également été réalisés.

#### IV.1.3.1 Définition des éprouvettes et des essais réalisés

Les essais de traction sur tube utilisent un système de préhension par pincement intérieur/extérieur comme le montre la figure suivante :

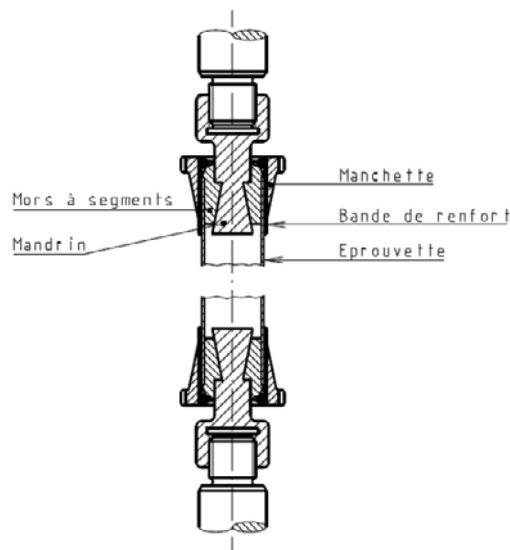


figure IV-6 : Système de préhension utilisé pour les essais de traction sur tube [NF-EN-1393, 1996]

Ce montage s'est révélé relativement satisfaisant sur des tubes ayant des angles d'enroulement supérieurs ou égaux à  $45^\circ$  malgré l'irrégularité de la surface extérieure des tubes. En revanche, lorsque les efforts à transmettre deviennent trop importants comme c'est le cas sur des orientations plus faibles, les tubes glissent dans les mors et ne permettent donc pas un transfert de charge suffisant.

Les caractéristiques des tubes de 30mm de diamètre intérieur utilisés sont décrites dans le tableau suivant :

	Tube à 90°	Tube à ±45°
Epaisseur moyenne (en mm)	2	2
Fraction volumique de fibres (en %)	65,0	65,0
Nombre d'éprouvettes	2	3

figure IV-7 : Caractéristiques des éprouvettes tubes utilisées pour la caractérisation des propriétés mécaniques du composite

#### IV.1.3.2 Résultats et interprétations

Le faible nombre d'éprouvettes permettant de déterminer les propriétés mécaniques du matériau est lié à la difficulté de réalisation de ce type d'essai. En effet, la qualité du système de préhension repose sur le contact entre des bagues métalliques et les surfaces extérieures des tubes. Ainsi, un certain nombre d'essais n'ont pu aboutir du fait de la variation d'épaisseur entraînant une inhomogénéité de la pression de serrage appliquée et une mauvaise maîtrise du couple.

Sur les essais réalisés, le **module transverse** obtenu vaut  $6,2^{+0,1}_{-0,2}$  GPa et le **module de cisaillement**  $7,0^{+0,4}_{-0,4}$  GPa.

#### IV.1.4 Conclusions sur l'ensemble des résultats d'essais

Les propriétés mécaniques du matériau de référence déterminées à partir des différents essais sont présentées dans le tableau suivant :

	$E_l$ (GPa)	$E_t$ (GPa)	$G_{lt}$ (GPa)	$\nu_{lt}$	X (MPa)
<b>Essais plaques</b> $F_v(\text{fibres})$	$118^{+13}_{-11}$ 66,5%	$6,2^{+0,3}_{-0,4}$ 65,8%	$5,9^{+0,5}_{-0,7}$ 62,5%	$0,32^{+0,01}_{-0,01}$ 66,5%	$2389^{+123}_{-147}$ 66,5%
<b>Essais courbes</b> $F_v(\text{fibres})=65\%$	$124,1^{+1,4}_{-1,4}$	$8,5^{+0,6}_{-0,3}$	$8,0^{+0,2}_{-0,2}$		
<b>Essais tubes</b> $F_v(\text{fibres})=65\%$		$6,2^{+0,1}_{-0,2}$	$7,0^{+0,4}_{-0,4}$		
<b>BILAN pour</b> <b><math>F_v(\text{fibres})=65\%</math></b>	<b>124,1</b>	<b>8,5</b>	<b>8,0</b>	<b>0,32</b>	<b>2335</b>

tableau IV-4 : Récapitulatif des propriétés mécaniques du matériau de référence déterminées à partir des essais sur plaques, sur éprouvettes courbes et sur tubes



Les essais sur les éprouvettes issues des plaques ont permis de caractériser directement les propriétés longitudinales du composite alors qu'il n'est pas possible de bobiner à  $0^\circ$  sur des géométries telles que des tubes. Comme l'identification inverse par la théorie des stratifiés ne permet pas d'avoir une bonne estimation du coefficient de Poisson ou de la résistance, ce sont les résultats de ces essais sur plaques qui ont été conservés.

En revanche, les éprouvettes courbes, c'est-à-dire issues des tubes de grand diamètre, sont celles que nous considérons les plus représentatives de la structure et du procédé. Ainsi, même si le module longitudinal est déterminé par identification inverse à partir des essais de traction à  $\pm 15^\circ$ , sa valeur, malgré tout proche de celle obtenue avec les essais plaques, est jugée plus pertinente.

Enfin, en ce qui concerne les propriétés transverses et de cisaillement du matériau composite, les trois types d'essais fournissent trois jeux de données plus ou moins différents. Les essais sur tubes sont moins représentatifs de la structure réelle du fait de leur faible diamètre et méritent une étude plus poussée des phénomènes influents sur la sollicitation : ils sont donc écartés. Au même titre, les essais plaques n'assurent pas un compactage optimal de la matière qui est susceptible d'avoir un fort impact sur ce type de propriétés mécaniques. Ainsi, les modules transverses et de cisaillement obtenus sur les éprouvettes courbes ont également été préférés pour des raisons de représentativité.

Globalement, à partir de trois types d'essais standards différents, les propriétés mécaniques du matériau dit de référence peuvent fortement varier (jusqu'à environ 30% sur le module transverse). Il est donc primordial de disposer de moyens permettant de caractériser le matériau dans un état proche de la structure réelle.

## **IV.2 Essai de mise sous pression interne d'un anneau**

Dans le chapitre I, nous avons abordé la caractérisation mécanique à l'échelle de la structure. Des essais permettant de reproduire assez fidèlement la sollicitation en service du réservoir (sans les effets liés à la présence des fonds) avaient en particulier retenu notre attention (cf. partie I.3.3.1). En effet, les montages développés par Cohen [**Cohen et al, 1995**] et Cain [**Cain et al, 2009**] assurent un champ de pression uniforme sur la circonférence de l'anneau testé, là où l'essai normalisé à deux demi-disques s'avère peu satisfaisant.

En ce qui concerne notre structure épaisse, c'est le comportement mécanique dans l'épaisseur qui nous intéresse. Or, les deux montages précédents nécessitent un confinement de l'anneau testé, assurant leur étanchéité, qui rend impossible l'accès à l'épaisseur de l'anneau.

Cette partie formalise donc le besoin ainsi que la démarche suivie pour la conception d'un nouveau montage à partir duquel différentes caractérisations ont pu être réalisées.

### **IV.2.1 Objectifs et principe de l'essai**

#### **IV.2.1.1 Intérêts liés au développement d'un nouvel essai**

Les deux montages auxquels nous venons de faire référence [Cohen et al, 1995; Cain et al, 2009] assurent le chargement sous pression interne d'un anneau par déplacement radial d'un élément appliqué sur son rayon intérieur. Alors que l'un utilise directement une vessie élastomère, l'autre pressurise par fluide un anneau intermédiaire en téflon en contact avec l'anneau à tester. Les deux inconvénients majeurs de ces systèmes sont, pour notre application :

- La mise en place de systèmes d'étanchéité empêchant l'accès à l'épaisseur de la structure pendant le chargement,
- L'utilisation d'équipements hydrauliques coûteux si l'on veut espérer atteindre des pressions élevées.

Ainsi, nous avons conçu un montage de mise sous pression interne d'un anneau ne nécessitant pas de système hydraulique et donc pas de confinement pour assurer l'étanchéité. Il permet également d'avoir accès aux faces latérales pour observer certains phénomènes propres aux structures épaisses comme la variation du champ de déplacements et de déformations suivant la position dans l'épaisseur grâce à un suivi par corrélation d'images.

De plus, la partie précédente concernant la caractérisation des propriétés planes de référence du composite a mis en évidence un écart entre les résultats obtenus en fonction du type d'éprouvettes élémentaires. A l'issue de cette caractérisation, nous avons conclu que les éprouvettes courbes étaient les plus représentatives du procédé de réalisation du réservoir. Un essai de mise sous pression interne permet de solliciter un anneau avec un chargement correspondant à celui d'un tube. Il correspondrait notamment à une bonne alternative à l'essai sur deux-demi disques dont l'homogénéité du chargement est critiquable. Ainsi, la détermination directe des propriétés sens fibres du matériau (module et résistance) serait possible à partir d'anneaux purement circonférentiels.

#### IV.2.1.2 Définition du besoin

De manière générale, l'objectif de l'essai est de charger un anneau sous pression interne et éventuellement de le caractériser en déterminant la loi pression interne en fonction de son déplacement radial. Le graphe des interacteurs, présenté sur la figure suivante, permet d'identifier les fonctions auxquelles doit répondre le dispositif.

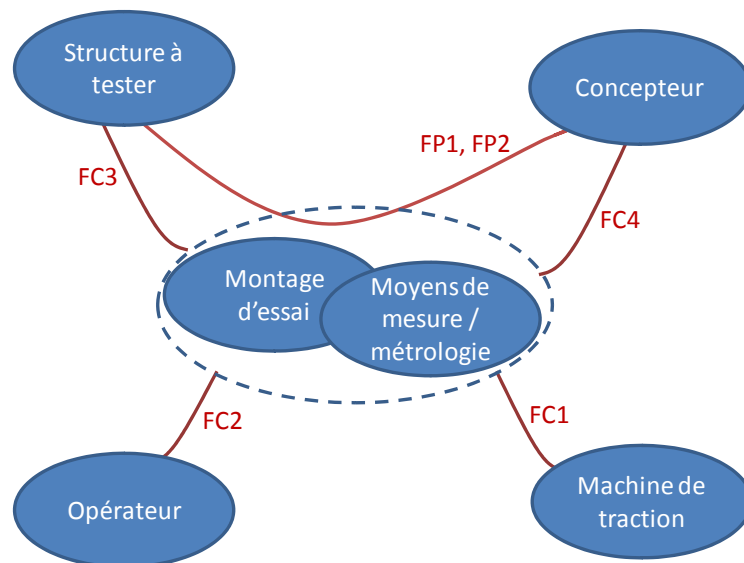


figure IV-8 : Graphe des interacteurs du dispositif d'essai de mise sous pression interne d'un anneau

Ces fonctions, ainsi que leurs caractérisations sont rassemblées dans le tableau IV-5.

Fonctions		Critères	Niveaux
FP1	Solliciter un anneau avec une pression interne uniforme	Pression interne $p_0$	500bar
		Déplacement interne radial $u_0$	0,54mm
		Uniformité de la pression normale	Ecart de 5% maxi
FP2	Estimer la pression et le déplacement radial internes (loi pression/déplacement radial)	Précision de la mesure de pression interne	5%
		Précision de la mesure de déplacement radial interne	1%
FC1	S'adapter aux caractéristiques de la machine de traction	Effort maximal	100kN
		Course maximale	500mm
		Encombrement latéral maximal	600mm
FC2	Etre manipulable par l'utilisateur	Poids maximal de chaque pièce	30kg
FC3	S'adapter aux dimensions de l'anneau	Rayon interne $r_0$	155mm
		Hauteur $h$	15mm
FC4	Respecter le coût	Coût maximal	10 000€

tableau IV-5 : Caractérisations des fonctions du moyen d'essai de mise sous pression interne d'un anneau

Ce dispositif d'essai possède deux fonctions principales :

- Solliciter un anneau avec une pression interne uniforme (fonction principale relative à la sollicitation de l'anneau FP1),
- Estimer la pression et le déplacement radial internes afin de fournir la loi pression interne en fonction du déplacement radial de l'anneau (fonction principale relative à la caractérisation de l'anneau FP2).

Pour limiter les coûts et assurer la portabilité du dispositif, nous utilisons une machine de traction/compression pour fournir l'énergie nécessaire à l'essai (FC1). Pour que celui-ci soit représentatif du procédé de fabrication, le dispositif doit s'adapter aux dimensions de l'anneau, c'est-à-dire principalement à son rayon (FC2). Comme pour tout essai de caractérisation, les dimensions des éprouvettes doivent être cohérentes avec la taille du volume élémentaire de référence que l'on souhaite caractériser. La hauteur de l'anneau testé doit être choisie en fonction de l'architecture du matériau. Nous avons donc décidé, pour le matériau composite étudié, de travailler sur des anneaux de 15mm de hauteur. Remarquons également que l'énergie à fournir pour atteindre un certain niveau de pression étant directement proportionnelle à sa hauteur, ce paramètre conditionne en grande partie la réalisation de la fonction contrainte FC1.

A titre d'exemple, les niveaux inscrits dans le tableau IV-5 correspondent à un anneau issu du réservoir ayant un diamètre intérieur de 310mm, une épaisseur d'environ 40mm et sollicité sous une pression de 500bar. Chaque type d'anneau testé peut conduire à des niveaux d'exigence différents.

### IV.2.1.3 Principe de l'essai

La fonction principale FP1 conduit à concevoir un système qui transforme le déplacement axial (vertical) de la traverse de la machine en un déplacement radial. De plus, pour atteindre une pression interne importante, il est nécessaire d'amplifier l'effort fourni par la machine. Le système proposé est représenté sur la figure IV-9.

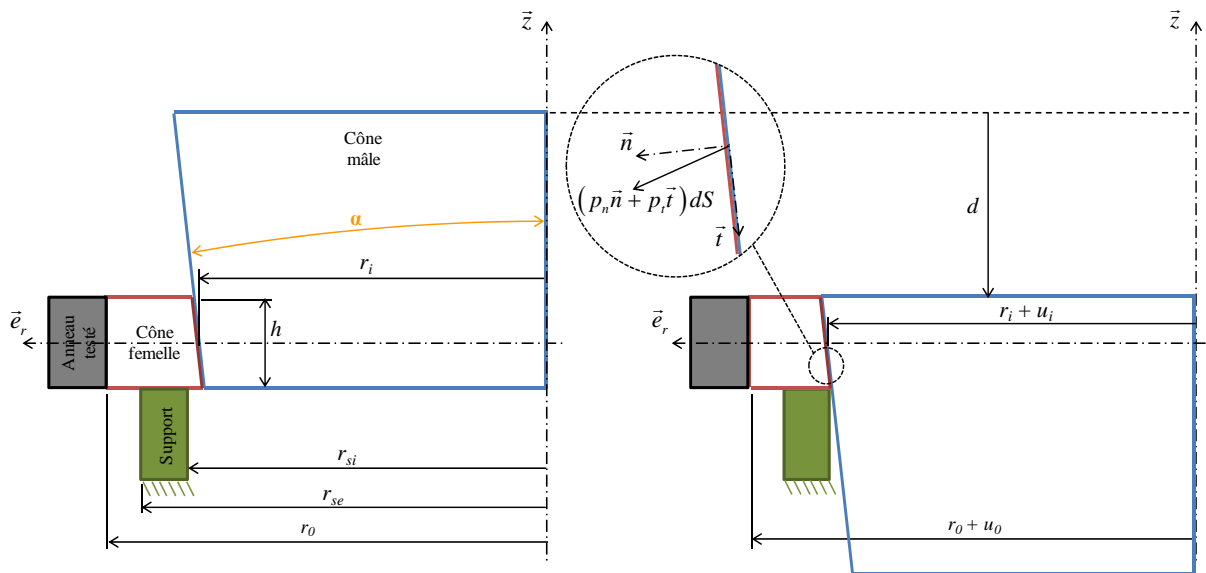


figure IV-9 : Description du montage d'essai de mise sous pression interne d'un anneau

Il est constitué d'un cône intérieur (appelé cône mâle) qui, en se déplaçant, déforme un anneau dont la forme intérieure est conique (appelé cône femelle). Ce déplacement relatif des deux cônes génère alors une pression interne sur l'anneau à tester. L'effort axial est repris par un support sur lequel s'appuie le cône femelle. Ce dispositif peut être adapté à toutes les dimensions d'anneaux (rayon et épaisseur) à condition d'avoir à disposition une machine de traction ou une presse adaptée.

La condition de continuité des déplacements radiaux à l'interface cône femelle/anneau conduit à avoir également continuité des déformations circonférentielles. Ainsi, si l'on souhaite atteindre une déformation importante de l'anneau testé, le cône femelle doit avoir une limite élastique en déformation supérieure à celle de l'anneau. Ainsi, comme le montre le tableau IV-6, seuls les matériaux polymères semblent appropriés :

Matériau	Module d'élasticité moyen (GPa)	Limite d'élasticité approximative (MPa)	Déformation à la limite d'élasticité (%)
Acier 36 Ni Cr Mo 16	210	1275	0,6
Alu 7049	70	560	0,8
Titane	110	900	0,82
PAI	5	60	1,2
PA6	3,1	70	2,3

tableau IV-6 : Comparatif des propriétés élastiques de différents types de matériaux [Chevalier, 1995]

De plus, un cône femelle présentant une raideur faible assure que l'essentiel de l'effort est utilisé pour charger l'anneau à tester et pas le matériau du cône femelle.

## IV.2.2 Dimensionnement du montage d'essai pour répondre à FP1

Le principe de fonctionnement du montage d'essai est relativement simple, mais la performance du dispositif repose sur le choix des paramètres de conception suivants :

- Demi-angle au sommet des cônes :  $\alpha$ ,
- Rayon intérieur moyen du cône intermédiaire :  $r_i$ ,
- Rayon intérieur du support :  $r_{si}$ ,
- Rayon extérieur du support :  $r_{se}$ ,
- Matériau du cône intermédiaire : module  $E$ , coefficient de Poisson  $\nu_{lt}$  et limite élastique  $\sigma_e$ ,
- Le mode de lubrification entre les pièces.

Ces différents paramètres influencent principalement les performances associées à la fonction principale FP1, c'est-à-dire le niveau de pression et de déplacement atteignables et l'uniformité de la pression interne générée sur l'anneau testé. Pour déterminer les paramètres optimaux du montage, nous nous sommes appuyés sur des modèles numérique et analytique mais également sur des essais de faisabilité réalisés avec un prototype. Ainsi, l'influence sur ces deux critères des paramètres de conception a pu être quantifiée.

#### IV.2.2.1 Définition du prototype

Le développement d'un premier montage adapté à des anneaux de diamètre intérieur intermédiaire (162,5mm) a été réalisé afin de montrer la faisabilité technique et technologique de ce type d'essai. Le premier jeu de paramètres, présenté dans le tableau IV-7, a donc été choisi en partie de manière intuitive.

A	$r_i$ (mm)	$r_{si}$ (mm)	$r_{se}$ (mm)	Matériau cône femelle	lubrification
1°	63,63	66	74	PA6	Solide : MoS <sub>2</sub>

*tableau IV-7 : Paramètres du montage de mise sous pression interne d'un anneau ayant un diamètre intérieur de 162,5mm*

Pour faciliter le déplacement entre le cône mâle et le cône femelle, le disulfure de molybdène (MoS<sub>2</sub>) qui est un lubrifiant solide, a été choisi pour son efficacité reconnue sous forte pression.

#### IV.2.2.2 Choix du demi-angle au sommet du système conique

La démultiplication du système conique est évaluée à partir du coefficient d'amplification  $a_c$  défini et calculé dans l'**annexe 7**. Comme le montre la figure IV-10, celui-ci est limité par le coefficient de frottement  $f$  entre les deux surfaces coniques.

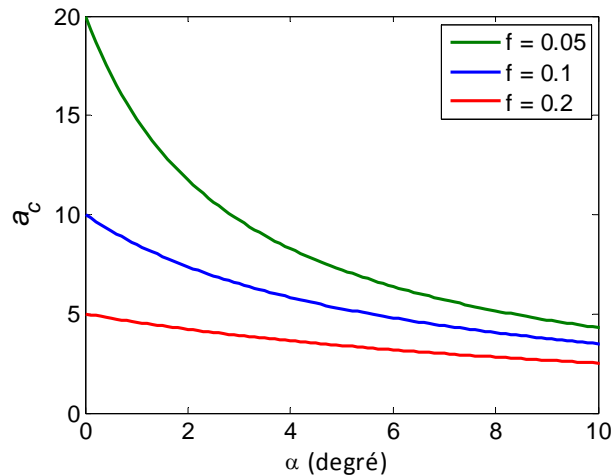


figure IV-10 : Amplification du système conique en fonction l'angle  $\alpha$

De plus, sa définition analytique montre que le coefficient d'amplification tend vers  $\frac{1}{f}$  lorsque l'angle du système conique tend vers 0. En pratique, il est donc pertinent de choisir un angle  $\alpha$  assez faible afin d'avoir une capacité de chargement quasi maximale tout en limitant la hauteur du cône central et la course nécessaire au chargement. Ainsi, pour la suite, le **demi-angle au sommet des pièces coniques** est fixé à  $1^\circ$ .

### IV.2.2.3 Influence des caractéristiques du support

En faisant l'hypothèse d'un comportement axisymétrique, le prototype du montage a été modélisé par éléments finis (cf. figure IV-11) afin d'estimer la variation de la pression appliquée dans la hauteur de l'anneau testé.

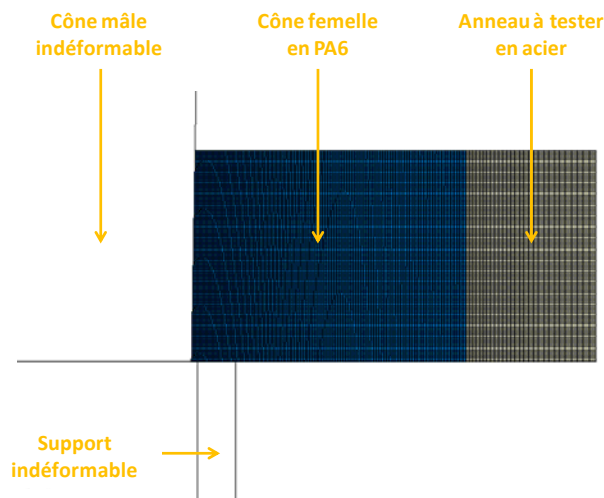


figure IV-11 : Modèle éléments finis correspondant au cas de référence pour l'étude d'influence



Les caractéristiques du prototype, rassemblées dans le tableau IV-7, ont été utilisées dans l'étude d'influence suivante en tant que référence. Cette étude porte sur l'influence des paramètres libres de conception relatifs à cet essai sur l'homogénéité de la pression appliquée et du déplacement radial imposé dans la hauteur de l'anneau testé. Ces paramètres sont la position et de l'épaisseur du support ainsi que l'épaisseur du cône femelle.

#### IV.2.2.3.1 Influence de la position du support

Intuitivement, le prototype a été conçu de façon à ce que le support soit au plus près du cône mâle (cf. figure IV-11) pour reprendre l'effort axial en minimisant la flexion et le cisaillement du cône femelle. Nous avons souhaité connaître l'influence de ce choix de conception. Le cas de référence est celui pour lequel le support est le plus à gauche possible (cf. figure IV-11). Deux autres cas ont été envisagés : un premier où le support est placé au milieu de l'épaisseur du cône femelle et un deuxième où il est au plus près de l'anneau testé c'est-à-dire à droite de la section du cône femelle.

Les deux figures suivantes (figure IV-12 et figure IV-13) présentent respectivement le champ de pression et le déplacement radial intérieur appliqués à l'anneau testé suivant la position dans sa hauteur, pour une même valeur moyenne de pression et de déplacement.

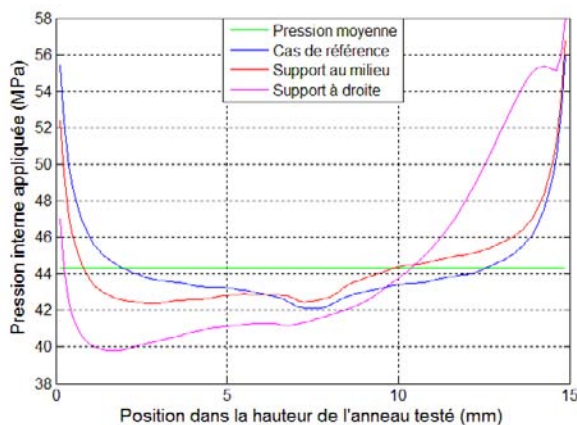


figure IV-12 : Pression interne appliquée à l'anneau testé en fonction de la position du support

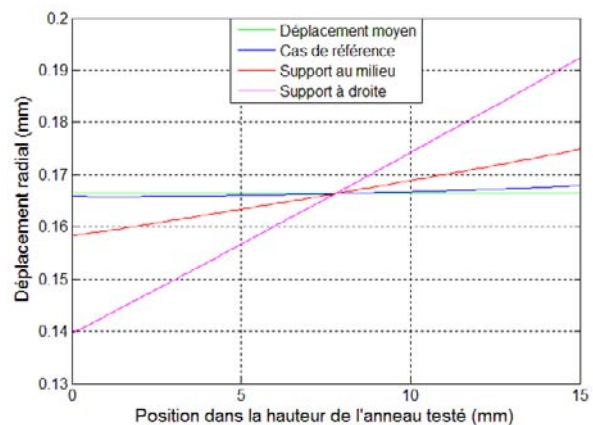


figure IV-13 : Déplacement radial intérieur de l'anneau testé en fonction de la position du support

Il apparaît clairement que la position du support influe sur la symétrie du champ de pression appliqué dans la hauteur de l'anneau testé. En effet, lorsque le support est placé à l'extérieur du montage, la pression devient plus grande en haut de l'anneau de sorte que le champ de déplacement radial peut être jusqu'à 25% plus important en haut qu'en bas.

Ainsi, afin d'assurer un déplacement homogène dans la hauteur, il est nécessaire de **placer le support au plus au plus près du cône mâle**. On remarque que, même dans cette configuration, le champ de pression présente des surpressions sur les extrémités de l'anneau du fait des effets de bords et ce, malgré l'uniformité du déplacement radial appliqué.

#### IV.2.2.3.2 Influence de l'épaisseur du support

Le prototype a une épaisseur de support de 2,7mm, relativement faible par rapport à l'épaisseur maximale du cône femelle de 19,6mm. Dans cette situation, le champ de contraintes de Von Mises dans le cône femelle présente deux extrema : le premier au point A (zone de concentration de contraintes locale) et le deuxième au point B à la fin du contact avec le support, comme le montre la figure IV-14.

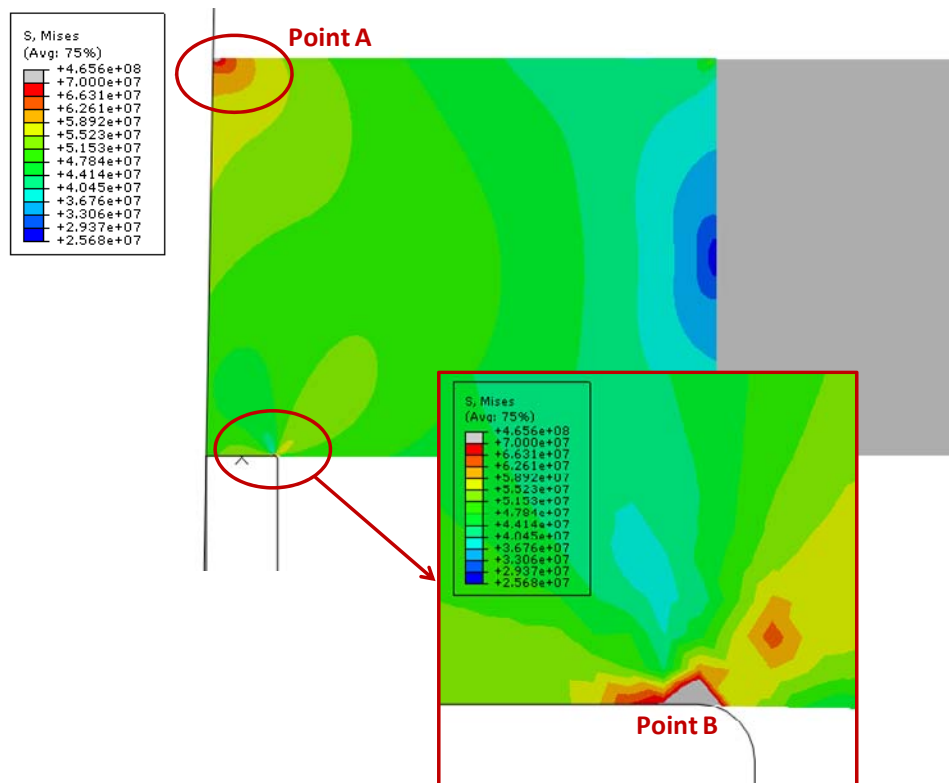


figure IV-14 : Champ de contraintes de Von Mises dans le cône femelle lors de l'application d'une pression interne d'environ 450bar sur un anneau acier de 9mm d'épaisseur

C'est donc sur cette dernière zone de concentration de contraintes dans le cône femelle que peut influencer l'épaisseur du support ou encore son rayon de raccordement.

Après avoir vérifié que ni le champ de pression, ni celui de déplacement radial n'étaient modifiés par l'épaisseur du support, nous avons choisi de faire varier ce paramètre de 2,7mm (référence) à 19,1mm (maximum imposé par l'épaisseur du cône femelle et son déplacement radial lors du chargement). Lorsque l'épaisseur du support représente plus de la moitié de l'épaisseur du cône femelle, soit à partir de 11mm, la zone de concentration de contraintes au niveau du point B disparaît, comme le montre la figure suivante :

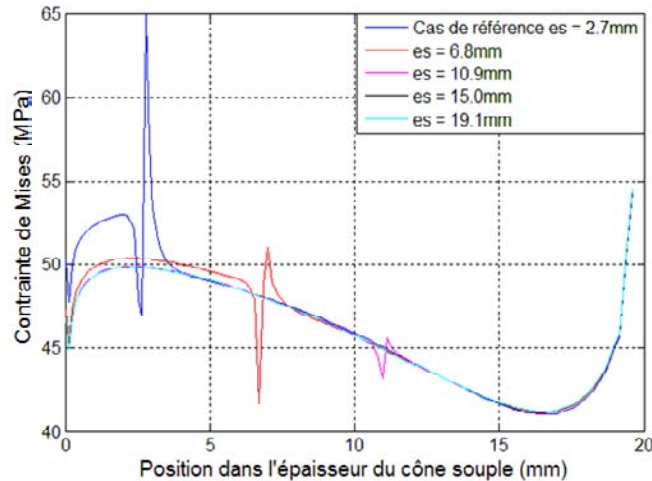


figure IV-15 : Champ de contraintes sur la face inférieure du cône femelle en fonction de l'épaisseur du support pour une pression interne d'environ 450bar sur un anneau acier de 9mm d'épaisseur

L'état de contraintes à mi-hauteur dans l'épaisseur du cône femelle étant identique quelle que soit l'épaisseur du support, il semble donc préférable de **choisir une épaisseur de support la plus grande possible**.

Nous avons confirmé nos choix presque naturels et intuitifs pour les caractéristiques du support. L'influence de l'épaisseur du cône femelle n'est pas aussi évidente.

#### IV.2.2.4 Influence de l'épaisseur du cône femelle

Après une étude approfondie, il s'avère que l'écart d'uniformité de la pression appliquée dépend uniquement du rapport entre l'épaisseur du cône femelle et de la hauteur de l'anneau. Cet écart passe par un minimum, comme le montre la figure IV-16 où  $r_0$  est le rayon intérieur de l'anneau testé,  $r_i$  celui du cône femelle et  $h$  la hauteur de l'anneau :

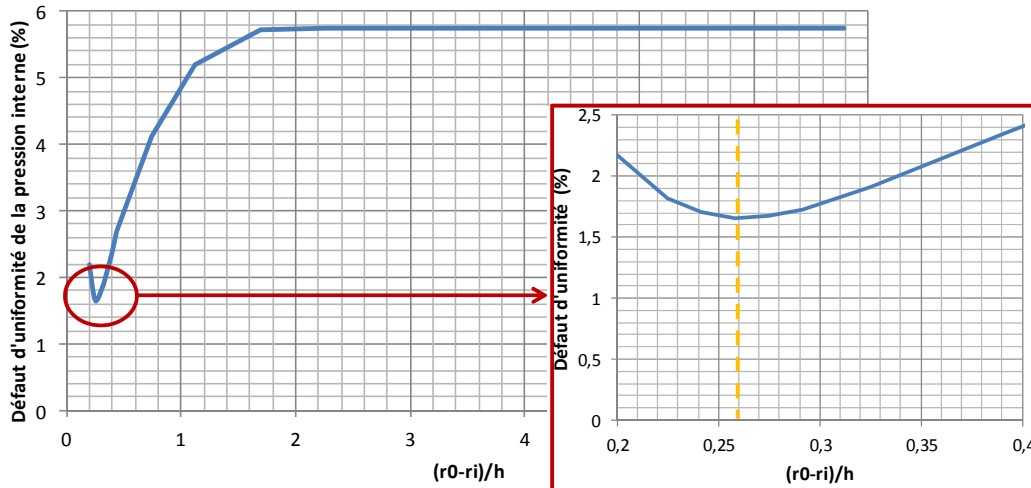


figure IV-16 : Influence du rapport épaisseur du cône femelle/hauteur d'anneau sur l'uniformité du champ de pression interne généré

L'écart d'uniformité de la pression est défini à partir de la pression moyenne appliquée à l'anneau  $P_{moy}$  et de l'écart type sur le champ de pression  $\sigma_{pression}$  dans la hauteur de l'anneau testé suivant l'équation :

$$\text{Défaut d'uniformité (\%)} = 100 \frac{\sigma_{pression}}{P_{moy}} \quad (\text{IV.1})$$

Dans notre cas, la hauteur de l'anneau testé est fixée à 15mm quelle que soit son diamètre intérieur. L'épaisseur optimale du cône femelle est donc la suivante :

$$\frac{r_0 - r_i}{h} \approx 0,26 \Rightarrow e_p = r_0 - r_i \approx 3,9\text{mm} \quad (\text{IV.2})$$

Le prototype que nous avons réalisé présente une épaisseur trop importante par rapport à cet optimum puisque son rapport valant 1,17 correspond à un défaut d'uniformité d'environ 5%.

### IV.2.3 Estimation de la pression appliquée pour répondre à FP2

La fonction principale FP2 concerne l'estimation de la pression et du déplacement radial interne appliqués à l'anneau testé. Cependant ces quantités ne peuvent pas être directement mesurées.

Dans un premier temps, l'objectif est de fournir des outils d'analyse de l'essai permettant de remonter à la pression moyenne appliquée sur l'anneau testé soit par l'intermédiaire de l'effort machine, soit par celui du déplacement vertical de la partie centrale du système.

Dans un deuxième temps, nous identifierons les paramètres du montage ayant une influence sur la précision de l'estimation de la pression afin d'intégrer ce critère dans le dimensionnement du montage.

#### IV.2.3.1 Utilisation de l'effort machine

Comme le montre la figure IV-17, un **phénomène de stick/slip** a lieu lors de la charge entre les cônes mâle et femelle.

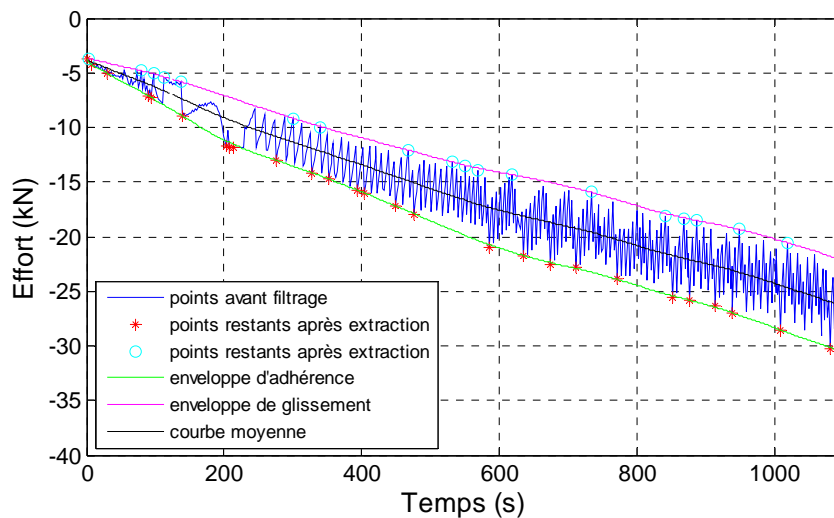


figure IV-17 : Evolution de l'effort machine en fonction du temps

Il s'agit d'oscillations de relaxation qui dépendent de la force normale appliquée, de la vitesse, des états de surface et de la lubrification [Gras, 2008]. Il y a un temps pendant lequel le contact à l'échelle microscopique retient son évolution et entraîne donc une force de frottement forte. L'effort accumulé est relâché par glissement inertiel et ainsi de suite. Il y a donc alternance de phases d'adhérence et de glissement représentées respectivement par les enveloppes vertes et roses (cf. figure IV-17).

A partir de l'une de ces enveloppes et de la valeur du coefficient de frottement ou d'adhérence entre les deux surfaces coniques, il serait alors envisageable de déterminer le chargement de pression appliqué au cône femelle, et par extension à l'anneau à tester. Cependant, le lubrifiant  $\text{MoS}_2$  est responsable d'une variation du coefficient de frottement au cours de la charge. En effet, sa structure lamellaire est modifiée par la pression du fait du cisaillement de ces particules les unes contre les autres [Georges, 2000; Gras, 2008].

Ainsi, la mesure de l'effort machine ne permet pas d'estimer correctement la pression générée au cours de la charge. Il est donc préférable de s'appuyer sur le déplacement axial de la traverse pour déterminer le chargement sous pression de l'anneau testé.

#### IV.2.3.2 Utilisation du déplacement axial de la traverse

Le déplacement axial de la traverse peut permettre d'identifier la pression interne appliquée à l'anneau testé. En effet, celui-ci entraîne le déplacement vertical du cône mâle qui impose à son tour un déplacement radial  $u_i$  et une pression interne  $p_i$  sur le rayon intérieur du cône femelle (cf. figure IV-18). Ce dernier étant confiné entre le cône mâle et l'anneau à tester, il subit de la part de ce dernier une pression externe  $p_o$ , tout en lui imposant cette même pression et un déplacement radial interne  $u_o$ .

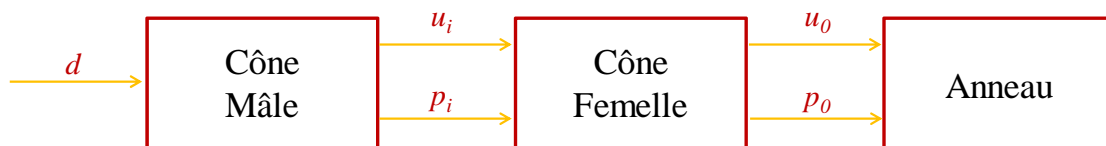


figure IV-18 : Schéma de principe du modèle analytique utilisé pour la détermination de la pression interne lors de l'utilisation du montage de mise sous pression d'un anneau

Cette partie a donc pour objectif de présenter le modèle analytique, prenant en compte le comportement du cône femelle sous cette sollicitation particulière, qui permet de déterminer la pression  $p_o$  appliquée sur le rayon intérieur de l'anneau testé.

##### IV.2.3.2.1 Modèle analytique de traitement de l'essai

Du fait du contraste de raideur entre les cônes mâle et femelle, le déplacement vertical du cône mâle  $d$  impose directement le déplacement intérieur du cône femelle  $u_i$  à partir de la relation suivante :

$$u_i = d \cdot \tan(\alpha) \quad (\text{IV.3})$$

L'objectif est de déterminer la relation entre ce déplacement radial  $u_i$  imposé au cône femelle, le déplacement extérieur  $u_0$  par ailleurs mesuré et la pression radiale  $p_0$  que l'on souhaite calculer. Le cône femelle ayant un faible angle au sommet, il est modélisé par un anneau cylindrique soumis à un double chargement de pression : à l'intérieur, avec le cône mâle et à l'extérieur, avec l'anneau testé. La solution analytique de ce problème d'élasticité permet d'exprimer les déplacements radiaux  $u_i$  et  $u_0$  en fonction des pressions interne  $p_i$  et externe  $p_0$  :

$$\begin{cases} u_i = s_{ii}p_i + s_{i0}p_0 \\ u_0 = s_{0i}p_i + s_{00}p_0 \end{cases} \quad (\text{IV.4})$$

Les souplesses  $s_{ii}$ ,  $s_{i0}$ ,  $s_{0i}$  et  $s_{00}$  s'expriment de la manière suivante :

$$\begin{cases} s_{ii} = \frac{r_i}{E} \left( \frac{r_i^2 + r_0^2}{r_0^2 - r_i^2} + \nu \right) \\ s_{i0} = \frac{-2}{E} \frac{r_i \cdot r_0^2}{r_0^2 - r_i^2} \\ s_{0i} = \frac{2}{E} \frac{r_0 \cdot r_i^2}{r_0^2 - r_i^2} \\ s_{00} = \frac{r_0}{E} \left( \nu - \frac{r_i^2 + r_0^2}{r_0^2 - r_i^2} \right) \end{cases} \quad (\text{IV.5})$$

Où  $r_i$  et  $r_0$  correspondent respectivement aux rayons intérieurs du cône femelle à mi-hauteur et de l'anneau à tester et où  $E$  et  $\nu$  sont le module élastique et le coefficient de Poisson du cône femelle.

Pour résumer, à partir des équations (IV.3) à (IV.5), il est possible d'avoir accès à la pression interne appliquée à l'anneau testé  $p_0$  par l'intermédiaire du déplacement vertical du cône mâle  $d$  et du déplacement radial intérieur de l'anneau testé  $u_0$  :

$$p_0 = \frac{s_{00}s_{ii}}{s_{00}s_{ii} - s_{i0}s_{0i}} \left( \frac{u_0}{s_{00}} - \frac{s_{0i} \tan(\alpha)}{s_{00}s_{ii}} d \right) \quad (\text{IV.6})$$

Expérimentalement, le déplacement vertical du cône mâle est directement accessible grâce au déplacement axial de la traverse. En revanche, le déplacement radial intérieur de l'anneau testé doit être mesuré par un dispositif spécifique. Nos propositions à ce sujet sont les suivantes :

- Dans le cas d'un anneau fin, l'hypothèse de déplacement radial extérieur équivalent au déplacement radial intérieur peut être faite ;
- Dans le cas d'un anneau épais, l'épaisseur de l'anneau est observée et le champ de déplacement est estimé par corrélation d'images.

Même si le modèle analytique représente bien le comportement du montage, ce qui a été vérifié par des simulations éléments finis, la précision de l'estimation de la pression dépend des incertitudes sur les grandeurs qui interviennent dans l'équation (IV.6). Les caractéristiques géométriques du dispositif ( $r_o$ ,  $r_i$  et  $\alpha$ ) sont précisément mesurées par métrologie sur une Machine à Mesurer Tridimensionnelle (MMT). En revanche, les propriétés mécaniques du matériau du cône femelle, le déplacement axial de la traverse ou encore le déplacement radial intérieur de l'anneau testé sont susceptibles de présenter une certaine erreur entre la valeur relevée ou mesurée et la valeur réelle.

#### **IV.2.3.2.2 Caractérisation du module d'élasticité du cône femelle**

Alors qu'une variation de 10% du coefficient de Poisson entraîne une modification de 1,4% de la pression interne calculée, une augmentation de 10% du module d'élasticité du matériau du cône femelle impacte dans les mêmes proportions la pression.

L'explicitation des expressions des constantes  $s_{xx}$  dans l'équation (IV.6) permet de faire apparaître le module d'élasticité en facteur de l'expression de la pression interne (forme complète présentée en **annexe 7**) :

$$p_0 = E \cdot f(\nu, r_o, r_i, \alpha, u_0, d) \quad (\text{IV.7})$$

Ainsi, nous avons donc choisi de supposer connu le coefficient de Poisson du PA6 ( $\nu = 0,35$ ) et d'identifier le module d'élasticité du PA6 directement sur le montage puisque le comportement mécanique des polymères dépend fortement du type et de la vitesse de sollicitation [**Combette et al, 2006; Shan et al, 2007; Halary et al, 2008**] ou encore de la mise en œuvre du polymère (jonc coulé dans notre cas).



Le montage décrit dans la partie IV.1.2.1 a donc été utilisé, pour cette étape de caractérisation, sur deux anneaux acier de 4,25mm et 9,35mm d'épaisseur (notée  $e_a$ ) et dont le module d'élasticité est connu ( $E_a = 210GPa$ ). L'hypothèse d'anneau fin permet de déterminer directement la pression interne  $p_0$  à partir des déformations circonférentielles  $\varepsilon_{\theta\theta}$  expérimentalement relevées par les jauges de déformation :

$$p_0 = \frac{\varepsilon_{\theta\theta} \cdot e_a \cdot E_a}{r_0} \quad (IV.8)$$

De même, la valeur du déplacement radial intérieur est calculée à partir de la déformation circonférentielle et du rayon intérieur :

$$u_0 = r_0 \cdot \varepsilon_{\theta\theta} \quad (IV.9)$$

Ainsi, la seule variable à déterminer dans l'équation (IV.7) est le module d'élasticité du PA6. Les résultats de l'identification inverse sont présentés dans le tableau suivant :

Anneau testé	Module d'élasticité du cône femelle (GPa)
Acier 4,25mm	2,78
Acier 9,35mm	2,85

tableau IV-8 : Module d'élasticité du matériau du cône femelle identifié à partir d'essais sur anneaux acier

La valeur de **module d'élasticité du matériau du cône femelle** est donc estimée à **2,8GPa** avec le type et la vitesse de sollicitation correspondants à son utilisation dans le montage de mise sous pression. Cette valeur est en bon accord avec le module à 3,1GPa donné par le fournisseur de la matière première.

#### IV.2.3.2.3 Influence du contraste de raideur entre le cône femelle et l'anneau testé

Pour poursuivre la démarche entamée dans la partie précédente, nous avons souhaité quantifier l'influence des imprécisions de mesure du déplacement radial interne de l'anneau  $u_0$  et du déplacement vertical du cône mâle  $d$ . L'expression de la dispersion sur le calcul de  $p_0$  montre que l'effet de ces deux éléments est fonction de deux facteurs d'amplification faisant intervenir un contraste de raideur entre le cône femelle et l'anneau testé :

$$\frac{\delta p_0}{p_0} = \frac{\delta E}{E} + \text{contraste} \cdot \frac{\delta u_0}{u_0} - (\text{contraste} - 1) \frac{\delta d}{d} \quad (\text{IV.10})$$

L'expression du contraste est explicitée en **annexe 7**. La raideur du cône femelle dans la configuration du montage (chargement essentiellement radial) est conditionnée par son déplacement radial, celui-ci est d'autant plus grand que le cône femelle est épais. La variation du contraste en fonction du rapport  $\frac{r_0 - r_i}{h}$  (également utilisé pour l'optimisation de l'épaisseur du cône femelle) montre qu'**il faut que le polymère soit souple et donc épais par rapport à l'anneau testé** pour limiter l'influence de la dispersion de  $u_0$  et  $d$  sur le calcul de pression (cf. figure IV-19).

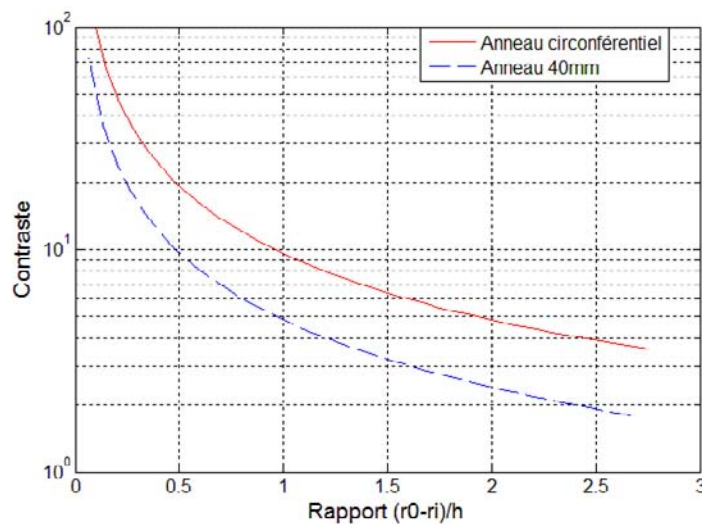


figure IV-19 : Evolution du contraste en fonction du rapport  $(r_0 - r_i)/h$  pour deux types d'anneaux différents

Les courbes bleu et rouge de la figure IV-19 présentent respectivement le cas d'un anneau épais issu du réservoir ( $r_0=155\text{mm}$ ) et celui d'un anneau circonférentiel fin ( $r_0=81,25\text{mm}$  et épaisseur de  $1,2\text{mm}$ ).

Il y a donc une certaine contradiction entre le critère d'estimation et celui d'uniformité de la pression appliquée concernant les dimensions du cône femelle. La minimisation de l'influence des imprécisions de mesure conduit à choisir des épaisseurs de cône femelle telles que :

$$\frac{r_0 - r_i}{h} > 1 \quad (\text{IV.11})$$

D'après la figure IV-16, un tel choix conduit à un défaut d'uniformité supérieur ou égal à 5%.

A titre indicatif, dans le cas d'un anneau circonférentiel de 1,2mm d'épaisseur, la valeur du contraste est de 7,25 (cf. figure IV-19 pour un rapport de 1,17). L'imprécision maximale commise sur le calcul de la pression interne peut être estimée en fonction des erreurs sur :

- La détermination du module du PA6 soit environ 0,1GPa,
- La mesure du déplacement radial intérieur de l'anneau testé, soit, dans le cas où l'imprécision est la plus grande (jauges de déformation), environ 0,01mm,
- Le déplacement de la traverse, soit 0,5mm principalement liés à la raideur des différents éléments du montage et de la machine.

L'imprécision maximale sur la pression, calculée à partir de l'équation (IV.10) et cumulant donc l'ensemble des erreurs maximales envisageables sur chacun des paramètres mesurés, est de 13,7% dans le cas des anneaux circonférentiels pour leur pression de rupture.

#### **IV.2.4 Conclusion sur le dimensionnement du montage**

Cette partie a permis de montrer que le montage proposé est un bon moyen d'appliquer une pression interne relativement uniforme sur un anneau à condition de faire quelques choix de dimensionnement pertinents.

Néanmoins, il apparaît difficile d'assurer à la fois une pression uniforme optimale et d'estimer sa valeur. Il s'agit donc de trouver le meilleur compromis en fonction de l'objectif principal de l'essai. Ainsi, la suite de ce travail porte sur les deux cas d'études présentés sur la figure IV-19 pour lesquels nous avons deux objectifs distincts :

- Sur la portion de réservoir, c'est le comportement mécanique global sous pression interne et dans l'épaisseur qui est étudié,
- Sur les anneaux purement circonférentiels, c'est la caractérisation du module et de la résistance sens fibres du composite qui nous intéresse.

Le premier s'appuiera donc principalement sur la fonction principale FP1 concernant la qualité de la sollicitation alors que le deuxième nécessitera une bonne estimation du chargement appliqué sur l'anneau au cours de l'essai c'est-à-dire la fonction principale FP2.

## IV.2.5 Etude du comportement mécanique de l'anneau épais

Ce nouvel essai a été imaginé et conçu dans le but d'observer l'épaisseur du réservoir lors de son chargement sous pression interne. C'est donc sur l'étude du comportement mécanique d'un anneau issu du réservoir que porte cette partie.

### IV.2.5.1 Dispositif d'essai

Deux anneaux de 15mm de hauteur ont été découpés dans le tube représentatif du réservoir également utilisé dans le chapitre II. Leur diamètre intérieur étant de 311,8mm exactement, un nouveau montage de mise sous pression a été réalisé. Notre objectif principal est de solliciter les anneaux sous une pression la plus uniforme possible pour ensuite étudier leur comportement mécanique dans l'épaisseur, ce qui correspond à la fonction principale FP1. Ainsi, l'épaisseur du cône femelle a été choisie de façon à ce que le défaut d'uniformité soit minimal (environ 2%). De plus, l'épaisseur du support est la plus grande possible, c'est à dire que son rayon extérieur est égal au rayon intérieur de l'anneau testé et son rayon intérieur est au plus près du cône mâle en considérant le déplacement radial intérieur du polymère sous charge maximale. Les différents paramètres du montage sont récapitulés dans le tableau IV-9.

$\alpha$	$r_i$ (mm)	$r_{si}$ (mm)	$r_{se}$ (mm)	Matériau cône femelle	Lubrification
1°	151,27	152	155,9	PA6	MoS <sub>2</sub>

tableau IV-9 : Paramètres du montage de mise sous pression interne d'un anneau ayant un diamètre intérieur de 311,8mm

Comme le montre la figure IV-20, les essais réalisés ont été multi-instrumentés :

- Cinq jauges de déformations sur la circonférence de l'anneau testé,
- Cinq capteurs de déplacements LVDT sur la circonférence de l'anneau testé,
- Un appareil photo haute résolution pour la corrélation d'images dans l'épaisseur de l'anneau.

Les jauges de déformations et les capteurs de déplacement mesurent respectivement les déformations circonférentielles et les déplacements radiaux extérieurs de l'anneau testé. L'appareil photo est orienté perpendiculairement à l'épaisseur de l'anneau via un système élévateur et des tables micrométriques, l'ensemble assurant un déplacement dans les trois directions. L'objectif photographique choisi permet d'observer une zone de 24mm par 36mm. La plus grande direction est orientée dans le sens de l'épaisseur de la paroi du réservoir.

Le mouchetis réalisé à la peinture noire et blanche sur l'épaisseur de l'anneau (cf. figure IV-20) permet d'effectuer une mesure de champ par corrélation d'images.

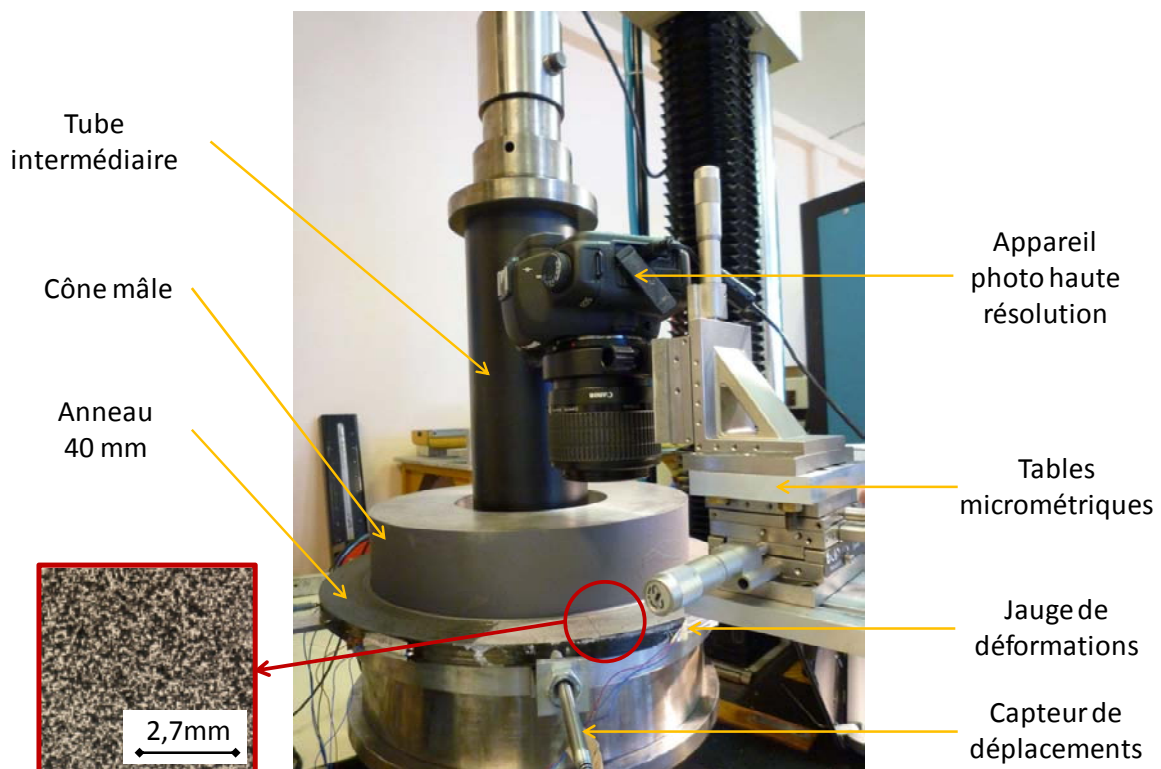


figure IV-20 : Dispositif complet d'essai de mise sous pression interne de l'anneau issu du réservoir

#### IV.2.5.2 Champ de déplacements et de déformations dans l'épaisseur

La corrélation d'images a été utilisée pour déterminer les champs de déplacements radiaux, de déformations radiales et circonférentielles dans l'épaisseur de l'anneau mis sous pression.

#### IV.2.5.2.1 Corrélation d'images et effets de bords

Un modèle éléments finis axisymétrique a été utilisé pour modéliser une pression interne pure appliquée à un anneau ayant les caractéristiques de celui issu du réservoir : une hauteur de 15mm, 57 couches d'environ 0,69mm d'épaisseur chacune et les propriétés matériaux correspondantes (cf. tableau IV-4). Le maillage du modèle est particulièrement fin : 80 éléments quadratiques par couche avec une diminution de leur taille près des interfaces. Il s'agit ici de vérifier la validité des observations réalisées sur la face supérieure de l'anneau par rapport aux effets de bords.

La modélisation a montré que les champs de déplacement radial et de déformations circonférentielles sont identiques dans l'épaisseur de l'anneau que le relevé soit effectué à mi-hauteur ou sur une des faces (supérieure ou inférieure). En revanche, les déformations radiales sont particulièrement influencées par les effets de bords, comme le montre la figure IV-21. On notera, d'autre part, que le modèle analytique, faisant l'hypothèse d'un tube infiniment long donne des résultats similaires à ceux obtenus à mi-hauteur à partir de la simulation éléments finis de l'anneau de 15mm.

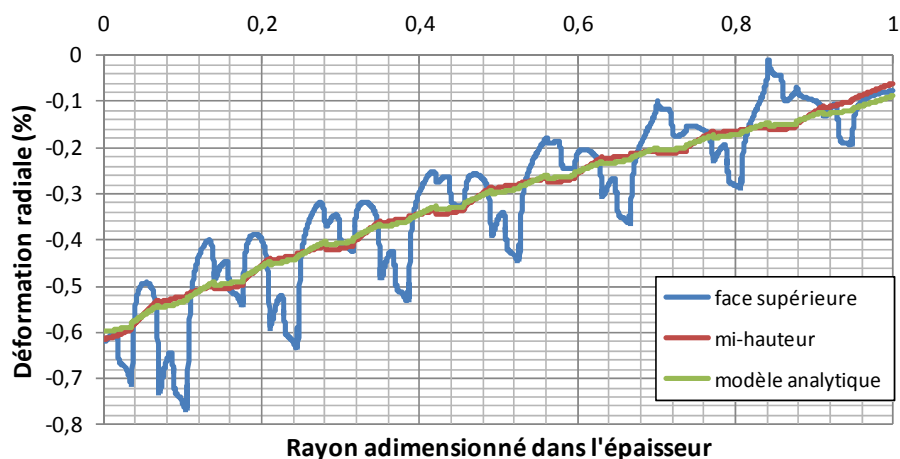


figure IV-21 : Champ de déformations radiales dans l'épaisseur d'un anneau sous une pression de 500bar en fonction de la position dans sa hauteur de 15mm et du type de modélisation

Ainsi, les observations de l'épaisseur de l'anneau au cours de l'essai de mise sous pression interne sont susceptibles de donner accès à la variation du déplacement radial et des déformations circonférentielles. Seule une tendance d'évolution des déformations radiales pourrait potentiellement être extraite de ces mêmes observations.

#### IV.2.5.2.2 Identification par corrélation d'images des déplacements et des déformations

La corrélation d'images a été réalisée sur les photos prises au cours de l'essai à l'aide d'un logiciel de traitement adapté sur des imageries de 0,565mm de côté, soit 64 pixels. Après traitement, les déplacements radiaux, les déformations circonférentielles et radiales sont déterminés sur une longueur de 27,8mm, de 1,6mm à 29,4mm dans l'épaisseur de l'anneau.

Comme l'a montré l'analyse numérique précédente, le champ de déformations radiales est trop perturbé par les effets de bords pour pouvoir être exploité (cf. figure IV-22), d'autant plus que l'amplitude des variations d'une couche à l'autre est plus importante que celle estimée à partir du modèle éléments finis.

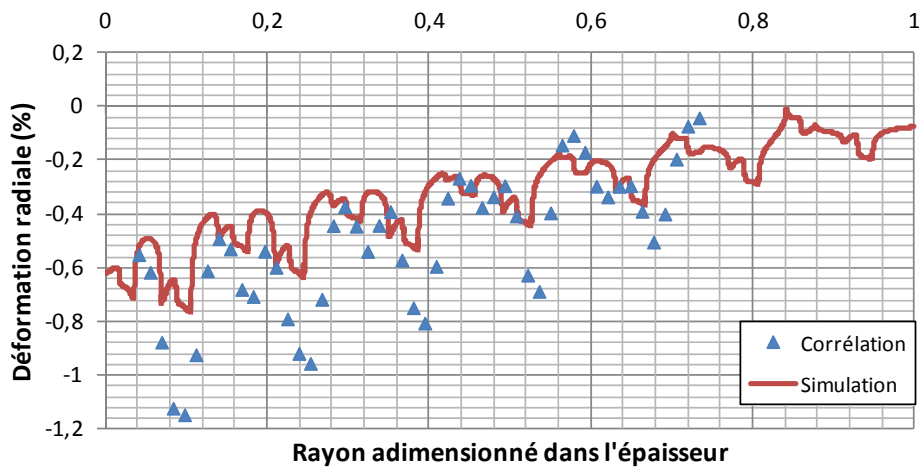


figure IV-22 : Comparaison entre les champs de déformations radiales simulés et celles identifiées par corrélation d'images pour une même pression appliquée

L'identification du déplacement radial en un point sur le rayon intérieur de l'anneau montre une évolution relativement linéaire au cours du chargement (cf. figure IV-23).

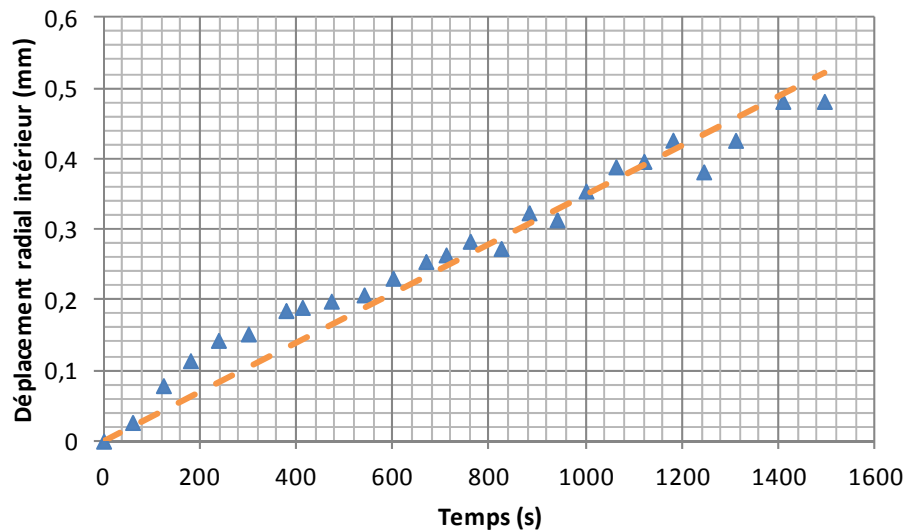


figure IV-23 : Evolution du déplacement radial au cours de l'essai par corrélation d'images sur la face supérieure et à l'intérieur de l'anneau

La mesure des déformations circonférentielles est sensible à la netteté de l'image, c'est pourquoi les tables micrométriques permettent de la corriger entre chaque image. Dans ces conditions, l'évolution des déformations circonférentielles dans l'épaisseur de l'anneau est similaire à celle calculée à partir du modèle analytique épais présenté dans le chapitre précédent. En effet, comme le montre la figure IV-24 sur une image en fin du chargement, en prenant une pression de 500bar et en supposant connues les propriétés élastiques de l'anneau, le champ de déformations circonférentielles obtenu avec le modèle épais (courbe bleue) est en très bon accord avec celui obtenu expérimentalement (cercle rose pour la corrélation d'image et croix rouge pour la jauge).



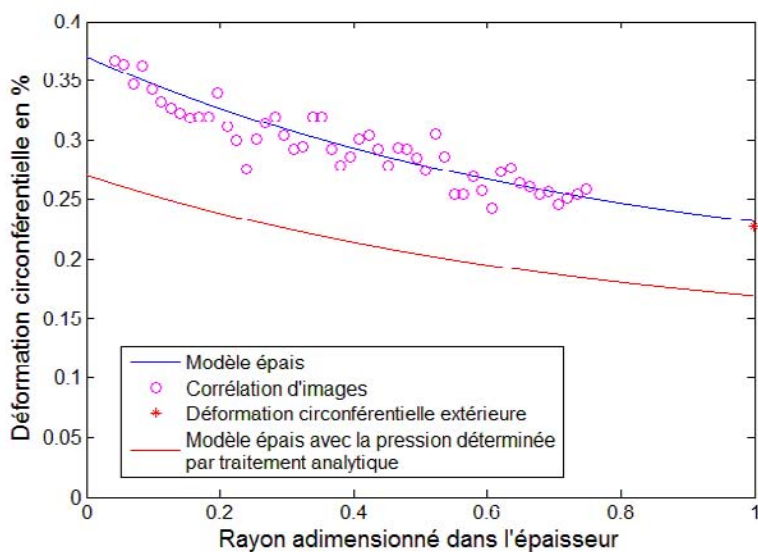


figure IV-24 : Déformation circonférentielle dans l'épaisseur de l'anneau issu du réservoir pour une pression interne appliquée de 500bar

Ainsi, les observations dans l'épaisseur de l'anneau lors de son chargement confirment l'évolution du champ de déformations circonférentielles dans l'épaisseur calculée par le modèle analytique épais. Néanmoins, les hétérogénéités n'étant pas suffisamment marquées sur la structure testée, la précision de mesure des déformations par corrélation d'image (environ  $3 \cdot 10^{-4}$ ) ne nous permet pas d'observer les effets de ces hétérogénéités.

#### IV.2.5.3 Détermination de la pression interne appliquée

Le modèle analytique de traitement de l'essai, présenté dans la partie IV.2.3.2.1, permet également d'estimer la pression appliquée dans la mesure où on dispose du déplacement radial intérieur, primordial dans le cas d'un anneau aussi épais. La régression linéaire faite sur le champ de déplacement identifié par corrélation d'images permet de donner une bonne estimation de son évolution au cours de l'essai (cf. figure IV-23). Il est alors possible d'estimer relativement simplement la pression appliquée à partir du déplacement radial intérieur issu de cette régression (cf. équation IV.12) et du déplacement axial de la traverse correspondant, aux mêmes instants lors de l'essai.

Ainsi on estime en fin du chargement la pression imposée à 650bar. Pour cet essai le contraste de raideur est de 6,2 (figure IV-19) ce qui conduit à une incertitude sur l'estimation de la pression d'environ 20%.

Le champ de déformations correspondant à cette plage de pression obtenue avec le modèle analytique est tracé sur la figure IV-24. On notera que les déformations mesurées sont bien dans l'enveloppe d'incertitude.

Comme attendu, à partir des choix de conception faits sur ce montage, il n'est pas possible d'estimer directement la pression appliquée sur l'anneau avec un niveau de précision correct. Il est nécessaire dans ce cas d'utiliser le modèle analytique du réservoir épais et au moins une mesure de déformation pour déterminer la pression interne appliquée.

En conclusion cet essai ouvre des perspectives sur la caractérisation des anneaux ou tubes épais. Par exemple, on peut imaginer caractériser des anneaux réalisées avec d'autres paramètres procédé ou même d'autres procédés (RTM, infusion, placement de fibres, ...) Cet essai pourrait également être utilisé pour observer l'effet d'un gradient de températures dans l'épaisseur (cas du remplissage d'un réservoir), l'effet d'un vieillissement ou celui d'un endommagement localisé (étude de la tolérance aux dommages).

### **IV.2.6 Identification des propriétés sens fibres sur anneaux circonférentiels**

La caractérisation des propriétés sens fibres d'un composite bobiné ne peut être réalisée directement qu'à partir d'éprouvette plaque (cf. partie IV.1) ou d'anneaux en traction circonférentielle, les éprouvettes courbes n'ayant permis que leur identification par méthode inverse. La dispersion autour de la valeur de module longitudinal déterminé sur les essais plaques a montré que ce type d'éprouvette n'est pas optimal en termes de représentativité du procédé d'enroulement filamentaire.

Nous proposons donc dans cette partie d'évaluer l'intérêt de l'utilisation du montage de mise sous pression interne en tant qu'alternative à l'essai sur demi-disques pour la caractérisation des propriétés mécaniques sens fibres du composite.

#### **IV.2.6.1 Description de l'essai**

Les éprouvettes utilisées pour la caractérisation des propriétés sens fibres sont des anneaux bobinés uniquement dans la direction circonférentielle (angle réel de  $89,4^\circ$ ). Ils ont un diamètre intérieur de 162,5mm leur permettant de s'adapter au montage prototype et une épaisseur moyenne de 1,2mm assurant de les tester jusqu'à rupture avec la course de cône disponible.

Les essais réalisés ont été instrumentés avec trois jauges de déformation réparties à  $120^\circ$  sur la circonférence des anneaux dans la direction des fibres.

#### IV.2.6.2 Détermination des propriétés sens fibres

La pression interne appliquée à l'anneau est calculée à partir des paramètres géométriques du montage, des déformations circonférentielles et du déplacement de la traverse relevés sur la machine de traction.

Les anneaux étant fins, la moyenne des déformations circonférentielles extérieures déterminées à partir des trois jauges est utilisée pour calculer le déplacement radial intérieur de l'anneau (cf. équation (IV.9)). Ainsi, la pression est calculée pour chaque couple de valeurs  $(\varepsilon_{\theta\theta}, d)$  relevé au cours de l'essai (cf. équation (IV.6)). La courbe pression interne en fonction du déplacement radial intérieur est alors représentée sur la figure IV-25.

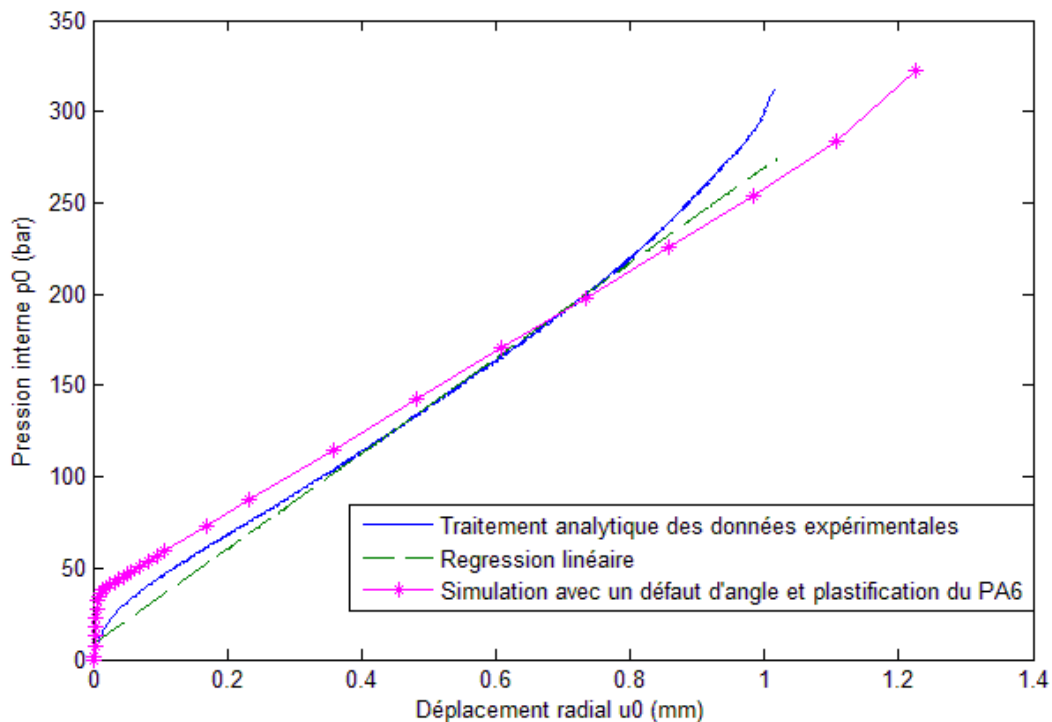


figure IV-25 : Courbe pression interne déplacement radial sur un essai de mise sous pression d'un anneau circonférentiel de 1,2mm d'épaisseur

La première et la dernière partie de la courbe pression/déplacement obtenue expérimentalement (courbe bleue) ne correspondent pas à un comportement linéaire (la droite verte en pointillés représentant la régression linéaire de la fin de l'essai) Un certain nombre de causes de non-linéarité en début et fin d'essai ont donc été supposées :

- Un défaut de circularité des anneaux circonférentiels,
- Un défaut de circularité des cônes femelle,
- Un jeu entre le cône femelle et l'anneau circonférentiel
- Un écart d'angle entre les deux éléments du système conique,
- Un comportement non linéaire de la machine de traction,
- Une plastification du polymère au cours de l'essai.

Dans un premier temps, la courbe effort/déplacement de la machine (caractérisant sa raideur) a été déterminée lors d'un essai de compression pure entre deux plateaux. Celle-ci évolue en effet en fonction de la charge suivant une loi puissance en début de chargement pour ensuite devenir linéaire. Néanmoins, lorsqu'elle est superposée au déplacement de la traverse calculé à partir des simulations, elle n'a pas d'effet significatif sur la forme de la courbe pression/déplacement en début de charge. En revanche, la raideur de la machine est responsable d'une augmentation artificielle de la raideur de l'anneau testé et donc d'une légère surestimation de la valeur du module de l'anneau de 1,6% dans notre cas. Pour la suite, nous avons soustrait le déplacement lié à la raideur de la machine au déplacement axial de la traverse mesuré.

L'influence des autres causes de non-linéarités (plasticité, jeu et défauts de forme) a été évaluée à partir d'un modèle éléments finis 3D.

Rapidement, les défauts de circularité de l'anneau et du cône femelle (de l'ordre de 0,1mm) et la présence de jeu (inférieur à 0,05mm) ont été écartés car aucun de ces deux paramètres n'a d'effet non linéaire sur la courbe de chargement. En effet, leur influence ne porte que sur un retard de chargement générant une légère surestimation de la pression appliquée (translation de la courbe vers le haut) puisqu'une partie du déplacement axial n'est pas utilisée pour charger l'anneau mais seulement pour compenser le jeu et corriger les défauts de forme.

En ce qui concerne la prise en compte d'un comportement élastoplastique du cône femelle, la modélisation éléments finis a montré que ce comportement est responsable de l'augmentation de pression calculée par le modèle analytique en fin d'essai. En effet, expérimentalement si le matériau polymère plastifie, une partie du déplacement de la traverse est « perdue » ce qui se traduit dans le modèle analytique par une augmentation artificielle de la raideur de l'anneau testé. C'est donc ce phénomène qui est à l'origine de la non-linéarité à la fin de l'essai (cf. figure IV-25).

Enfin, sur les cônes femelles utilisés dans la caractérisation des anneaux circonférentiels, un angle moyen de  $0,8^\circ$  a été mesuré au lieu de l'angle de  $1^\circ$  du cône mâle. Il s'avère que le cône mâle, très raide, impose l'angle à  $1^\circ$  ce qui se traduit par une première partie de courbe non linéaire comme le montre la figure IV-25 (courbe rose).

L'allure obtenue est cohérente à celle obtenue expérimentalement (courbe bleue).

La détermination du module d'élasticité sens fibres de l'anneau testé  $E_a$  est faite à partir de sa raideur  $k_a$  correspondant par définition au coefficient directeur de la courbe pression/déplacement (cf. la régression linéaire sur la figure IV-25) et de l'équation suivante :

$$E_a = \frac{k_a \cdot r_0^2}{e_a} \quad (\text{IV.12})$$

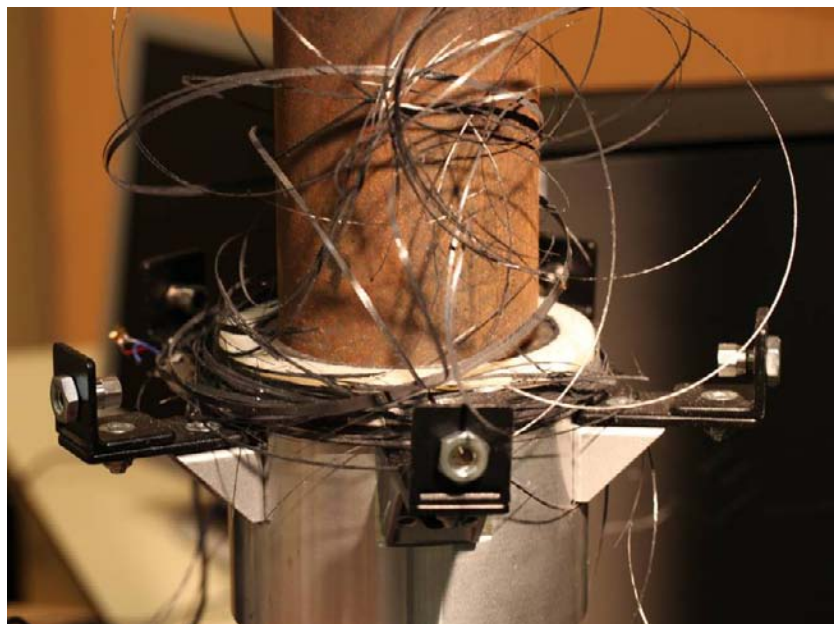
Où  $r_0$  est le rayon interne de l'anneau testé et  $e_a$  son épaisseur.

L'ensemble des valeurs de modules ainsi que de déformations et de contraintes à rupture sens fibres (calculées à partir du module et de la déformation à rupture) sont regroupées dans le tableau suivant :

Anneau testé	Module d'élasticité (GPa)	Déformation à rupture (%)	Estimation de la contrainte à rupture (MPa)
1	145 <sup>+20</sup> <sub>-20</sub>	N.D.	N.D.
2	148 <sup>+20</sup> <sub>-20</sub>	1,24	1835
3	143 <sup>+20</sup> <sub>-20</sub>	1,32	1888
4	151 <sup>+21</sup> <sub>-21</sub>	1,34	2023
<b>Moyenne</b>	<b>147<sup>+24</sup><sub>-24</sub></b>	<b>1,3<sup>+0,04</sup><sub>-0,06</sub></b>	<b>1915<sup>+108</sup><sub>-80</sub></b>

*tableau IV-10 : Module d'élasticité et déformation à rupture sens fibres des anneaux circonférentiels testés par mise sous pression interne*

En comparant ces résultats à ceux obtenus sur les éprouvettes plaques, on remarque que la valeur moyenne de résistance à rupture sens fibres est inférieure de 18% à celle relevée lors des essais plaques. En effet, le pas de bobinage crée un léger désalignement des fibres par rapport à la direction circonférentielle ce qui fait que le mode de rupture constaté sur les anneaux est une forme de délaminage à l'origine de l'effilochage de l'anneau sans rupture de fibres dans une section (figure IV-26) Même si la désorientation des fibres est également présente sur les éprouvettes plaques, elle n'engendre pas le même type de rupture, et ceci peut expliquer en partie l'écart obtenu. Dans les deux cas, la valeur de résistance déterminée sera inférieure à la résistance réelle sens fibres.



*figure IV-26 : Anneau circonférentiel de 1,2mm après essai de mise sous pression interne*

La valeur moyenne du module longitudinal déterminée par essai de mise sous pression est également supérieure de 18% à celle obtenue à partir des essais plaques pour un même taux de fibres. Les phénomènes non-linéaires en début et fin d'essai n'influent pas sur la détermination du module puisque celle-ci est réalisée sur la partie linéaire de la courbe. En revanche, la dispersion sur l'estimation de la pression de 13,7% (cf. partie IV.2.3.2.3) se retrouve sur la détermination du module sens fibres de sorte qu'il est estimé avec une précision d'environ 20GPa (cf. tableau IV-10). Il semble néanmoins plus élevé que lors des essais plaques ce qui pourrait être lié à une meilleure représentativité du procédé de fabrication sur ces anneaux de diamètre intermédiaire.

Globalement, les résultats obtenus sont donc particulièrement encourageants et méritent de faire l'objet d'une étude plus approfondie pour améliorer la confiance sur l'estimation de la pression appliquée. Pour cela des essais sur matériaux connus (alliage d'aluminium, acier...) sont en cours.

### **IV.3 Conclusion**

Ce chapitre nous a permis de montrer toute la complexité de la caractérisation du matériau composite si l'on souhaite prendre en compte la spécificité du procédé d'enroulement filamentaire.

Parmi les essais normalisés réalisés, les éprouvettes tronçons semblent être les plus satisfaisantes en termes de dispersion des résultats expérimentaux et de représentativité du procédé. Néanmoins, dans la deuxième partie de ce chapitre, nous proposons un nouvel essai de mise sous pression interne d'un anneau à partir d'une machine de traction standard. Les résultats obtenus ont montré le potentiel de l'essai aussi bien pour solliciter sous pression interne une structure épaisse que pour caractériser un matériau bobiné. Cet essai permet de compléter judicieusement la pyramide des essais disponibles pour caractériser et dimensionner un réservoir.





## **Conclusiong et perspectives**

Ce chapitre synthétise les travaux présentés et les résultats obtenus. Les perspectives résultant de ces travaux sont ensuite développées.

### V.1 Conclusion

Le développement de la filière hydrogène nous a conduit à travers le programme H<sub>2</sub>E à étudier son stockage. Celui-ci se fait dans des réservoirs avec un liner polymère sur lequel sont bobinées des fibres de carbone imprégnées par une résine époxy.

L'état de l'art sur les structures bobinées et épaisses nous a permis d'identifier différents paramètres procédés pouvant être à l'origine d'hétérogénéités dans la matière. Ainsi, l'épaisseur et la teneur en fibres des couches sont susceptibles de varier suivant l'orientation et la position de ces couches dans l'épaisseur du fait de l'application de la tension de mèche et de la présence de zones de chevauchement. La tension de mèche ainsi que la cuisson en étuve sans application de pression peuvent également entraîner une variation des propriétés mécaniques du composite dans l'épaisseur de la structure. Enfin, le champ de températures perçu par le matériau au cours de sa cuisson provoque un préchargement d'origine thermique générant des contraintes qui se superposent à la sollicitation en service du réservoir. Le chapitre I a également permis d'identifier les techniques adaptées à la caractérisation des propriétés réelles de la structure.

Ainsi au cours du chapitre II, l'introduction de thermocouples dans la matière au cours de la réalisation d'un réservoir a montré une polymérisation en deux étapes : à température ambiante au cours du bobinage, où une exothermie, synonyme de réaction des chaînes du polymère, a lieu et lors du cycle en étuve, le champ de températures dans l'épaisseur n'est pas homogène. En effet, il existe une différence de 20°C entre le cœur et l'intérieur ou l'extérieur de la structure du fait de la faible conduction thermique du matériau. Cette différence de températures à l'issue du palier de cuisson n'a pourtant pas entraîné de variation sur le module de la matrice caractérisé dans l'épaisseur de la structure par nano-indentation. Ensuite, la détermination des propriétés mécaniques hors-plan a été réalisée, en traction et en compression, sur des éprouvettes spécifiques découpées dans l'épaisseur du réservoir. Les résultats conduisent à une valeur de module hors-plan légèrement inférieure à celle du module transverse de référence, ce qui peut entraîner une remise en compte de l'hypothèse d'isotropie transverse classiquement utilisée pour l'étude du comportement mécanique des structures épaisses. Enfin, l'épaisseur des couches ainsi que leur fraction volumique de fibres et de

porosités ont été étudiées par analyse d'images et microtomographie. Ces deux types d'analyses ont montré que l'épaisseur et la teneur en fibres des couches dépendent de leur orientation alors que le taux volumique de porosités présente une variation commune à l'ensemble des orientations dans l'épaisseur avec les deux extrema à l'intérieur et à l'extérieur et le minimum au cœur de la structure. Par ailleurs, les analyses microtomographiques ont permis d'identifier une forme privilégiée de porosités, allongée dans la direction des fibres, directement liée au mode de réalisation des pièces.

Dans le chapitre III, un modèle analytique épais enrichi a alors permis d'évaluer l'influence de chacune de ces hétérogénéités caractérisées sur la pression d'éclatement du réservoir. Seules les porosités et la variation de valeur du module transverse se sont révélées relativement influentes en entraînant une perte significative de la résistance de la structure.

L'influence d'un écart entre le module transverse utilisé pour la modélisation et le module réel a été étudiée au vue des écarts constatés à partir de différentes méthodes de caractérisation de cette propriété sur des éprouvettes de référence. En effet, celles-ci se doivent d'être représentatives à la fois du matériau (bobinage et imprégnation par la résine) mais également de la qualité de la matière (mise en forme et géométrie équivalentes). Le chapitre IV a montré que ces conditions semblent correspondre aux éprouvettes de type tronçon issues de tubes de grand diamètre. Cependant, les propriétés sens fibres ne sont pas directement identifiables sur ce type d'éprouvettes. S'il est possible de déterminer de manière indirecte le module sens fibres, nous ne pouvons pas déterminer la résistance sens fibres.

Ainsi la conception d'un nouvel essai de mise sous pression interne d'anneau a été proposée pour permettre de caractériser le comportement mécanique aussi bien à l'échelle de la couche qu'à l'échelle de la structure. Les premiers résultats sur anneaux circonférentiels montrent que cet essai est une alternative intéressante à l'essai à deux demi-disques en assurant un champ de pression homogène sur la circonférence de l'anneau testé. Les essais sur anneaux épais ont permis par la mesure du champ de déplacements et de déformations sur l'une des faces de valider le modèle analytique proposé dans le chapitre 3. Ce type d'essai peut s'avérer très intéressant pour étudier l'effet du procédé de fabrication sur le comportement d'anneau ou de tube.

## V.2 Perspectives

Les résultats obtenus dans le cadre de ce travail amènent à envisager plusieurs pistes de développements futurs sur des aspects précis.

De manière générale, les modèles analytiques utilisés pour réaliser l'étude d'influence reposent sur des hypothèses fortes. C'est notamment le cas lors de la prise en compte des porosités : la microtomographie a montré qu'elles ont une forme très allongée avec une orientation privilégiée alors que le modèle analytique fait l'hypothèse d'une forme sphérique et d'une répartition homogène dans la matière. Ainsi, il semble particulièrement important de développer de nouveaux modèles permettant de rendre compte des spécificités du matériau bobiné.

En nano-indentation, nous avons pris de nombreuses précautions concernant le choix de la zone indentée ainsi que la profondeur de l'indentation lors de la détermination de la valeur du module de la matrice. Les travaux de [Gregory et al, 2005] peuvent être approfondis en utilisant une représentation des zones indentées plus proche du cas réel. Ainsi, une modélisation éléments finis de l'indentation au sein de la résine entourée de fibres permettrait de retrouver la courbe donnant l'évolution du module d'élasticité de la résine en fonction de la profondeur de pénétration de l'indenteur et du milieu environnant (les fibres).

La cinétique de polymérisation de la résine pourrait être simulée afin de prendre directement en compte les effets liés à l'épaisseur importante de la structure et aux cycles de cuisson sur la prédiction des propriétés hors-plan et de la matrice. Cet aspect s'avèrerait incontournable pour des cycles plus courts envisagés pour la production en série des réservoirs.

Il serait également intéressant d'optimiser les paramètres du procédé d'enroulement filamentaire par rapport aux constats de variation de la fraction volumique de fibres et de porosités dans l'épaisseur. D'ailleurs, l'influence des porosités ayant été démontrée, leur caractérisation dans toute l'épaisseur de la structure pourrait être réalisée. Elle pourrait alors permettre d'alimenter un modèle de calcul analytique plus réaliste prenant en compte la géométrie allongée et l'orientation des porosités suivant la direction des fibres.

Enfin, nos plus grandes attentes concernent l'essai de mise sous pression interne d'un anneau qui s'est révélé particulièrement prometteur autant dans le domaine de la caractérisation des propriétés sans fibres du matériau de référence que dans la sollicitation sous pression pure de la structure épaisse. Ainsi, son intérêt en termes de caractérisation pourrait être vérifié par une campagne d'essai plus large et plus massive sur différents types d'anneaux composites mais également métalliques avec, par exemple, des singularités comme des joints de soudure, des défauts de fabrication ou des dommages provoqués par des impacts. Une meilleure connaissance de cet essai permettrait de l'envisager pour compléter la qualification des structures bobinées, notamment pour les réservoirs en complément des essais d'éclatement.



# **Annexes**





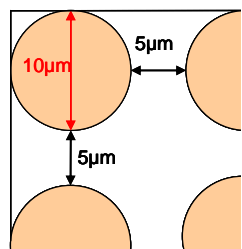
# Annexes

## Annexe I : Effet de l'orientation du plan de coupe dans l'estimation du taux volumique de fibres

La démarche ici menée permet de montrer que le calcul de fraction volumique de fibres n'est pas affecté par l'orientation du plan de coupe (dans un intervalle raisonnable, c'est-à-dire de  $90^\circ$  à  $45^\circ$  par rapport à l'axe des fibres). Afin d'évaluer dans quelle mesure une coupe biaisée affecte la valeur de fraction volumique de fibres calculée, on considère une surface d'observation fictive de  $0,1\text{mm}$  de côté dans laquelle sont disposées de manière uniforme des fibres. Le calcul se fera dans le cas d'une coupe transverse à l'axe des fibres et d'une coupe biaisée.

### Cas d'un plan de coupe perpendiculaire aux fibres

Soit  $x$  le nombre de fibres présentes sur un côté de la surface, on se base sur la représentation de la surface fictive pour poser les équations suivantes :



*Représentation schématique d'une surface coupée par un plan transverse*

$$10 \cdot 10^{-6} x + 5 \cdot 10^{-6} (x - 1) = 0,1 \cdot 10^{-3} \quad (\text{A.1})$$

$$\Rightarrow x = 7$$

Le nombre de fibres présentes sur la surface d'observation  $X_{perp}$  vaut donc 49.

On peut alors calculer la fraction volumique de fibres  $F_v^{perp}$  (fibres) correspondante :

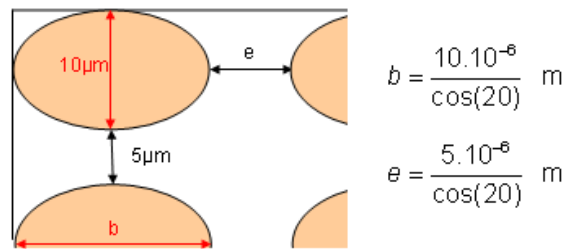
$$\begin{cases} A_{perp} = \pi \cdot (5 \cdot 10^{-6})^2 \text{ m}^2 \\ A_{tot} = 1 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \end{cases} \Rightarrow F_v^{perp}(\text{fibres}) = \frac{A_{perp} \cdot X_{perp}}{A_{tot}} = 4,9 \cdot 10^9 \cdot A_{perp} \quad (\text{A.2})$$

Avec  $A_{perp}$  et  $A_{tot}$  correspondent respectivement à la surface d'une fibre et à celle de l'ensemble de la zone observée.

La valeur de fraction volumique de fibres estimée à partir d'une coupe dans un plan perpendiculaire à l'axe des fibres est donc d'environ 38,4845%.

### Cas d'un plan de coupe biaisé

On considère ici l'exemple d'un plan de coupe faisant un angle de  $20^\circ$  par rapport à l'axe des fibres comme représenté sur la figure suivante :



*Représentation schématique d'une surface coupée par un plan biaisé*

On propose de raisonner de deux manières différentes pour aborder le problème :

- Les dimensions de la zone d'étude sont fixées, c'est-à-dire que le nombre de fibres observées est moindre que dans le cas d'une coupe transverse,
- Le nombre de fibres observées est fixé, c'est-à-dire que la surface d'étude est augmentée.

En considérant dans un premier temps l'hypothèse selon laquelle la **taille de la zone d'étude est fixée**, le nombre de fibres observées horizontalement  $x_h$  et verticalement  $x_v$  se calculent à partir de l'équation suivante :

$$\begin{cases} x_h \cdot b + e \cdot (x_h - 1) = 0,1 \cdot 10^{-3} \\ 10 \cdot 10^{-6} \cdot x_v + 5 \cdot 10^{-6} \cdot (x_v - 1) = 0,1 \cdot 10^{-3} \end{cases} \quad (\text{A.3})$$

$$\Rightarrow \begin{cases} x_h = \frac{0,1 \cdot 10^{-3} + e}{b + e} \\ x_v = 7 \end{cases}$$

Le nombre de fibres présentes sur la surface d'observation  $X_{\text{biais}}^1$  correspond donc au produit de  $x_h$  par  $x_v$ . Il est alors possible de calculer la fraction volumique de fibres  $F_v^{\text{biais}1}$  (*fibres*) à partir de l'équation (A.2) et avec la surface d'une fibre dans le plan de coupe biaisé :

$$A_{\text{biais}}^1 = \pi \frac{10 \cdot 10^{-6} \cdot b}{4} \text{ m}^2 \quad (\text{A.4})$$

La valeur de fraction volumique de fibres calculée à partir de cette première hypothèse est de 38,6021%, soit un écart de 0,1176% par rapport à celle déterminée à partir de la coupe perpendiculaire à l'axe des fibres. Il semble évidence que cette erreur, aussi faible soit elle, est attribuable à la taille très réduite et donc irréaliste de la zone d'observation utilisée dans cette étude.

Maintenant, lorsque l'hypothèse de calcul porte sur le **nombre de fibres observées constant**, il s'agit d'adapter les dimensions de la zone d'étude à ce paramètre :

$$x_h \cdot x_v = 49 \Rightarrow \frac{h + e}{b + e} \cdot \frac{v + 5 \cdot 10^{-6}}{15 \cdot 10^{-6}} = 49 \quad (\text{A.5})$$

Soient  $h$  et  $v$  correspondant respectivement à la dimension horizontale et verticale de la surface observée.

En fixant l'un des deux paramètres de taille de l'image, comme par exemple  $v$ , il est possible d'en déduire  $h$  :

$$h = 49 \cdot \frac{15 \cdot 10^{-6} \cdot (b + e)}{v + 5 \cdot 10^{-6}} - e \quad (\text{A.6})$$

La fraction volumique de fibres  $F_v^{bais2}(fibres)$  correspondante peut alors être calculée de la même manière que précédemment en utilisant cette fois l'expression de la surface totale de la zone étudiée suivante :

$$A_{tot}^{bais2} = 0,1 \cdot 10^{-3} \cdot \left( 49 \cdot \frac{15 \cdot 10^{-6} \cdot (b+e)}{v + 5 \cdot 10^{-6}} - e \right) \text{ m}^2 \quad (\text{A.7})$$

A partir de l'hypothèse selon laquelle le nombre de fibres observées est fixé, la valeur de fraction volumique de fibres en coupe biaise est identique à celle obtenue en coupe transverse (38,4845%).

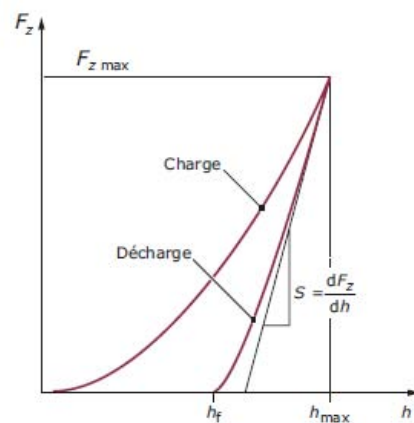
Il est donc parfaitement équivalent d'estimer la fraction volumique de fibres à partir d'une coupe transverse ou d'une coupe biaisée. Ainsi, un plan de coupe biaisé pourra être utilisé afin de limiter le nombre d'observations nécessaires à l'analyse de l'ensemble de l'épaisseur.

## **Annexe II : Méthode de détermination du module élastique par nano-indentation**

Ce document apporte des précisions sur la technique de mesure du module élastique en nano-indentation. Ces informations ne sont pas nécessaires à l'exploitation des résultats lors des essais puisque l'appareil de mesure donne directement les propriétés de la surface indentée de manière informatisée. Néanmoins, la compréhension des phénomènes engagés nous a semblé indispensable.

### **Détermination du module élastique par nano-indentation**

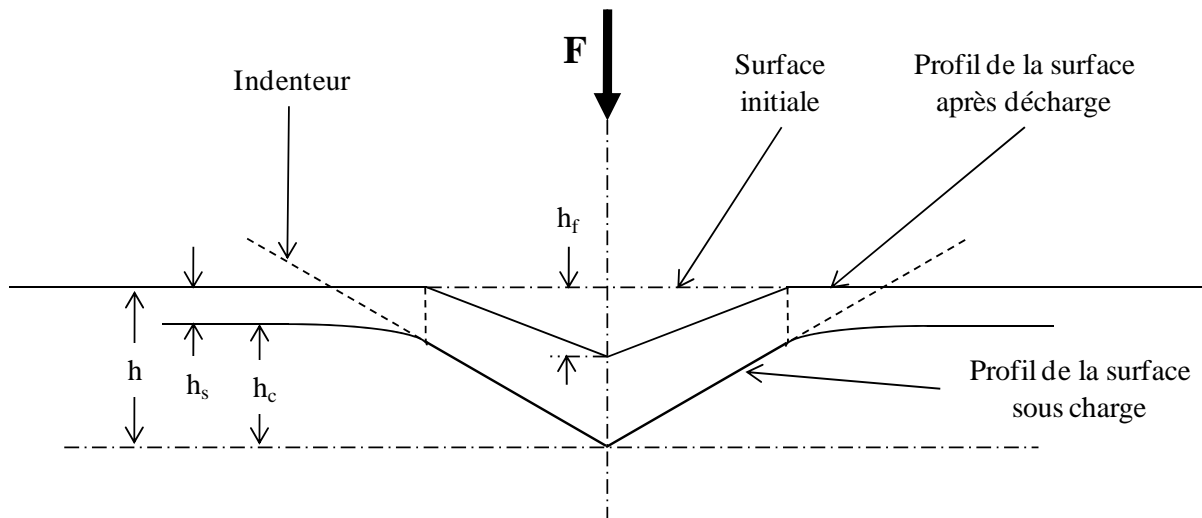
L'essai de caractérisation par nano-indentation repose typiquement sur une charge suivie d'une décharge (cf. figure suivante). L'essai permet alors de séparer la composante plastique (résiduelle après la décharge) et la composante élastique (relâchée lors de la décharge) de l'énergie de pénétration.



*Procédure classique d'indentation*

Les premiers à avoir proposé une méthode de calcul du module d'élasticité du matériau indenté sont Doerner et Nix [**Doerner et al, 1986**]. Ils ont utilisé la tangente à la courbe de décharge au point de début et l'ont extrapolée jusqu'à une charge nulle afin de déterminer la contribution élastique du matériau testé. Cette méthode repose sur l'hypothèse que la surface de contact avec l'indenteur reste constante jusqu'à ce qu'un changement de forme (lié à la relaxation des déformations élastiques) ait lieu. Le module élastique du matériau peut alors être calculé à partir de la pente à la courbe de décharge.

La figure ci-après permet de visualiser les différentes composantes du déplacement vertical de l'indenteur lors de l'essai.



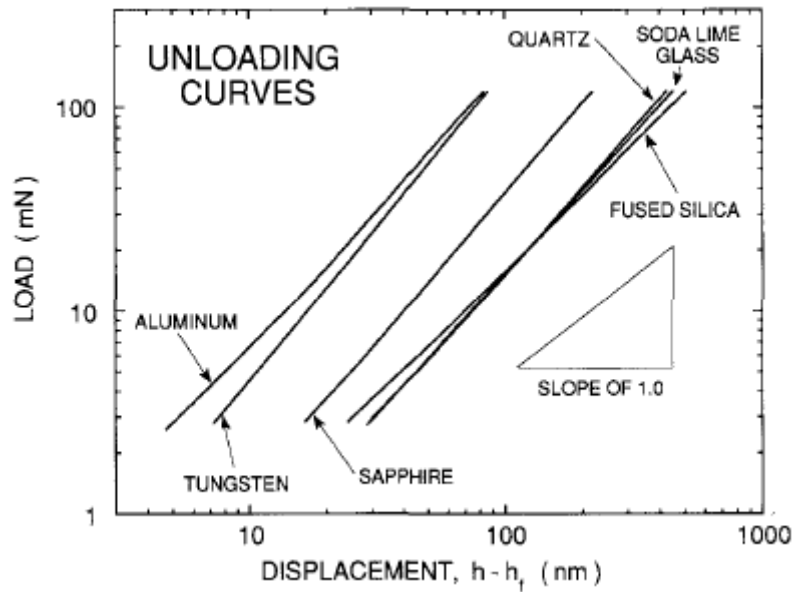
*Représentation schématique d'une coupe au niveau de l'indentation*

La détermination de la profondeur de contact entre l'indenteur et la surface (appelée  $h_c$ ) se fait à partir du déplacement maximum enregistré. On sait que le déplacement mesuré à chaque instant correspond pour une part au déplacement de la surface sous charge (appelée  $h_s$ ) et pour le reste, à la distance correspondante au contact entre le matériau et l'indenteur :

$$h_c = h - h_s \text{ avec } h_s = \varepsilon \frac{F}{S} \quad (\text{A.8})$$

Dans le cas d'un indenteur Berkovich (assimilé à un parabolôïde de révolution),  $\varepsilon$  est supposé égal à 0,75 [Oliver et al, 1992].

Oliver et Pharr [Oliver et al, 1992] ont montré, par la suite, que même si la profondeur extrapolée à partir de la tangente à la courbe de décharge donne de meilleurs résultats que la profondeur maximale ou la profondeur finale, l'hypothèse de décharge linéaire n'est pas valable pour la plupart des matériaux. En effet, avec des mesures instantanées de la raideur du matériau, les auteurs ont montré que celle-ci diminuait immédiatement lors de la décharge. Ainsi, l'utilisation du premier tiers de la pente de décharge ne permet pas de déterminer la raideur réelle du matériau. De plus, les données apparaissent linéaires sur des axes log-log quel que soit le type de matériau (cf. figure suivante) ce qui montre que les courbes de décharge sont bien représentées par une relation de type puissance.



*Segments de décharge finale en fonction du déplacement de l'indenteur en échelle logarithmique [Oliver et al, 1992]*

On utilise donc une loi puissance pour représenter la courbe de décharge et ainsi déterminer la raideur  $S$  du matériau testé :

$$F = \alpha_1 \times h_c^{\alpha_2} \text{ et } S = \frac{dF}{dh} = \alpha_1 \times \alpha_2 \times h_c^{\alpha_2-1} \text{ où } \alpha_1 \text{ et } \alpha_2 \text{ sont des constantes} \quad (\text{A.9})$$

On calcule alors, à partir du module élastique apparent  $E_r$  et des relations de l'équation suivante, le module d'élasticité du matériau testé  $E$  en connaissant son coefficient de poisson  $\nu$  et les propriétés élastiques de l'indenteur ( $E_i, \nu_i$ ) :

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{S}{\sqrt{A_c}} = \left( \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \right)^{-1} \quad (\text{A.10})$$

Avec  $\beta = 1.034$  (indenteur Berkovich),  $E_i = 1141 \text{ GPa}$  et  $\nu_i = 0.07$  (indenteur diamant) et  $A_c$  l'aire de la surface de contact entre l'indenteur et le matériau testé.

Il est donc particulièrement important de connaître précisément l'aire et donc la forme de l'indenteur pour ne pas fausser la détermination du module élastique du matériau testé. En effet, l'indenteur réel présente une usure de la pointe qui le fait différer de son modèle géométrique parfait ( $A_c = 24.5 \times h_c^2$ ). Ainsi, une calibration expérimentale sur du verre de silice est réalisé semestriellement pour déterminer l'aire réelle de contact en identifiant les coefficients  $C_1$  à  $C_5$  et de l'équation suivante :

$$A_c = 24,5 \cdot h_c^2 + C_1 \cdot h_c + C_2 \cdot h_c^{1/2} + C_3 \cdot h_c^{1/4} + C_4 \cdot h_c^{1/8} + C_5 \cdot h_c^{1/16} \quad (\text{A.11})$$

### **Calibration du nano-indenteur**

Pour prendre en compte l'usure de l'indenteur à partir d'essais sur un verre de silice, la définition de l'aire de contact  $A_c$  est corrigée de la manière suivante :

$$A_c = 24,5h_c^2 - 1,9 \cdot 10^4 h_c + 2,18 \cdot 10^6 h_c^{1/2} - 2,73 \cdot 10^7 h_c^{1/4} + 7,64 \cdot 10^7 h_c^{1/8} - 5,19 \cdot 10^7 h_c^{1/16} \quad (\text{I.12})$$



### Annexe III : Résultats détaillés des mesures de fraction volumique de fibres selon la méthode employée

Cette annexe porte sur la présentation détaillée des fractions volumiques de fibres déterminées à l'issue de la dissolution chimique, la solvolysé supercritique et l'analyse d'images.

#### Dissolution chimique

Référence	Masse échantillon (g)	Fritté initial (g)	Fritté après séchage (g)	Masse volumique du stratifié (g/cm <sup>3</sup> )	Masse de fibres contenues dans le stratifié (g)	Taux massique de fibres (%)	Taux volumique de fibres (%)	Taux de résine (%)	Taux volumique de résine (%)	Taux volumique de porosité (%)
[±5/±20/90]s N°1	Epreuve D1	1,8431	104,6637	1,572	1,2257	66,56	59,46	33,44	40,14	0,40
	Epreuve G1	1,9854	82,1147	1,575	1,3426	67,62	60,52	32,38	38,93	0,55
	Epreuve M1	1,8936	102,5098	1,570	1,2451	65,75	58,67	34,25	41,05	0,28
[±5/±20/90]s N°3	Epreuve D3	2,3546	103,4649	1,568	1,5385	65,34	58,21	34,66	41,48	0,30
	Epreuve G3	2,0795	102,4768	1,572	1,3673	65,75	58,72	34,25	41,09	0,19
	Epreuve M3	1,9317	103,7291	1,573	1,2682	65,65	58,68	34,35	41,25	0,07
[±5/±20/90]s N°5	Epreuve D5	2,2091	102,334	1,574	1,4532	65,78	58,82	34,22	41,10	0,08
	Epreuve G5	2,3367	104,6618	1,571	1,5209	65,09	58,10	34,91	41,87	0,03
	Epreuve M5	2,2008	82,1139	1,575	1,4497	65,87	58,96	34,13	41,04	0,00
UD N°1	Epreuve D1	2,0032	102,5092	1,577	1,3358	66,68	59,75	33,32	40,11	0,14
	Epreuve G1	1,9777	103,4648	1,574	1,3480	68,16	60,97	31,84	38,27	0,76
	Epreuve H1	1,9769	102,4764	1,577	1,3481	68,19	61,11	31,81	38,29	0,60
UD N°3	Epreuve D3	2,1240	103,7288	1,576	1,4116	66,46	59,52	33,54	40,35	0,13
	Epreuve G3	2,0245	102,3315	1,571	1,3342	65,90	58,84	34,10	40,90	0,26
	Epreuve H3	2,0983	104,6608	1,577	1,3904	66,26	59,36	33,74	40,61	0,03
UD N°5	Epreuve D5	2,0471	102,5093	1,580	1,3668	66,77	59,92	33,23	40,07	0,01
	Epreuve G5	2,1027	103,4641	1,576	1,3938	66,29	59,36	33,71	40,56	0,08
	Epreuve H5	2,1135	102,475	1,574	1,3940	65,96	58,98	34,04	40,90	0,13

## Solvolysé supercritique

Référence	Masse échantillon initiale	Masse de la coupelle	Masse coupelle + fibres	Masse échantillon	Taux massique de fibres (%)	Taux massique de résine (%)	Taux volumique de fibres (%)	Taux volumique de résine (%)
[±5/±20/90]s N°2	Eprouvette D2	2,2137	3,485	1,2713	68,19	31,81	60,64	39,36
	Eprouvette G2	2,1927	3,573	1,3803	69,03	30,97	61,38	38,62
	Eprouvette M2	2,2003	3,3339	1,1336	67,74	32,26	60,24	39,76
[±5/±20/90]s N°4	Eprouvette D4	2,2276	3,5098	1,2822	68,22	31,78	60,67	39,33
	Eprouvette G4	2,2192	3,843	1,6238	67,71	32,29	60,21	39,79
	Eprouvette M4	2,2437	3,5487	1,305	67,50	32,50	60,02	39,98
[±5/±20/90]s N°6	Eprouvette D6	14,0134	15,3142	1,3008	69,76	30,24	62,03	37,97
	Eprouvette G6	9,0085	10,3954	1,3869	68,88	31,12	61,26	38,74
	Eprouvette M6	13,1774	14,6536	1,4762	68,67	31,33	61,06	38,94
UD N°2	Eprouvette D2	13,4216	14,8838	1,4622	70,92	29,08	63,07	36,93
	Eprouvette G2	13,664	15,0209	1,3569	75,54	24,46	67,17	32,83
	Eprouvette H2	11,4991	12,8377	1,3386	73,22	26,78	65,11	34,89
UD N°4	Eprouvette D4	13,177	14,6673	1,4903	71,58	28,42	63,65	36,35
	Eprouvette G4	13,6636	15,3249	1,6613	71,39	28,61	63,48	36,52
	Eprouvette H4	11,4988	13,0337	1,5349	72,52	27,48	64,49	35,51
UD N°6	Eprouvette D6	13,4214	14,9034	1,482	72,57	27,43	64,53	35,47
	Eprouvette G6	9,0085	10,4448	1,4363	70,83	29,17	62,99	37,01
	Eprouvette H6	14,0128	15,518	1,5052	71,61	28,39	63,68	36,32

## Analyse d'images

Référence			Taux volumique de fibres (%)	Taux volumique de résine (%)	Taux volumique de fibres (%)	Taux volumique de résine (%)
[±5/±20/90]s N°1	H1	Z1	58,4	41,6	58,91	41,09
		Z2	58,74	41,26		
		Z3	59,59	40,41		
	B1	Z1	59,22	40,78	57,44	42,56
		Z2	57,5	42,5		
		Z3	55,61	44,39		
[±5/±20/90]s N°3	H3	Z1	56,77	43,23	58,39	41,61
		Z2	59,41	40,59		
		Z3	59	41		
	B3	Z1	58,57	41,43	57,83	42,17
		Z2	58,39	41,61		
		Z3	56,54	43,46		
[±5/±20/90]s N°5	H5	Z1	58,56	41,44	58,39	41,61
		Z2	58,8	41,2		
		Z3	57,81	42,19		
	B5	Z1	57,91	42,09	57,92	42,08
		Z2	58,63	41,37		
		Z3	57,22	42,78		
UD N°1	G1	Z1	61,72	38,28	61,31	38,69
		Z2	61,55	38,45		
		Z3	60,67	39,33		
	D1	Z1	60,36	39,64	60,47	39,53
		Z2	60,8	39,2		
		Z3	60,25	39,75		
UD N°3	G3	Z1	58,09	41,91	58,38	41,62
		Z2	58,39	41,61		
		Z3	58,66	41,34		
	D3	Z1	59,14	40,86	58,21	41,79
		Z2	58,46	41,54		
		Z3	57,02	42,98		
UD N°5	G5	Z1	57,72	42,28	58,46	41,54
		Z2	59,03	40,97		
		Z3	58,63	41,37		
	D5	Z1	58,7	41,3	57,89	42,11
		Z2	58,69	41,31		
		Z3	56,28	43,72		

### Annexe IV : Détermination du module transverse à partir des propriétés micromécaniques des constituants

Cette annexe détaille le calcul du module transverse à partir des propriétés micromécaniques selon le modèle de Christensen [Christensen, 1979].

Il est nécessaire de définir, dans un premier temps, les constantes  $g$ ,  $n_f$  et  $n_m$  à partir du module de cisaillement de la matrice et des fibres ainsi que de leurs modules de compressibilité :

$$\left\{ \begin{array}{l} g = \frac{(1-\nu_m)E_f}{20(1-\nu_f)E_m} \\ n_f = 1 + \frac{2(1-\nu_f - \frac{\nu_f^2}{10})}{1+\nu_f} \\ n_m = 1 + \frac{2(1-\nu_m - 2\cdot\nu_m^2)}{1+\nu_m} \end{array} \right. \quad (\text{A.13})$$

Où  $E_m$  et  $E_f$  sont respectivement les modules d'élasticité de la matrice et des fibres et où  $\nu_m$  et  $\nu_f$  correspondent aux coefficients de Poisson de la matrice et des fibres.

On définit alors un trinôme du second degré du type  $A \cdot X^2 + B \cdot X + C$  à partir des termes  $A$ ,  $B$  et  $C$  suivants :

$$\left\{ \begin{array}{l} A = 3 \cdot V_f \cdot V_m^2 (g-1)(g+n_f) + (g \cdot n_m + n_f \cdot n_m - (g \cdot n_m - n_f)V_f^3)(V_f \cdot n_m (g-1) - g \cdot n_m - 1) \\ B = -3 \cdot V_f \cdot V_m^2 \cdot (g-1)(g+n_f) + 0,5 \cdot (g \cdot n_m + (g-1)V_f + 1) \\ \quad \times ((n_m - 1)(g+n_f) - 2(g \cdot n_m - n_f)V_f^3) + 0,5 \cdot V_f (n_m + 1)(g-1)((g+n_f) + (g \cdot n_m - n_f)V_f^3) \\ C = 3 \cdot V_f \cdot V_m^2 \cdot (g-1)(g+n_f) + (g \cdot n_m + V_f (g-1) + 1)((g+n_f) + (g \cdot n_m - n_f)V_f^3) \end{array} \right.$$

Où  $V_f$  et  $V_m$  sont respectivement les fractions volumiques de fibres et de matrice du matériau dont on cherche à déterminer le module transverse.

Soit  $r$  la racine positive de ce trinôme, on dispose alors de l'ensemble des éléments permettant de calculer les termes  $K_{TN}$ ,  $G_{TN}$  et  $\psi$  présents dans l'équation III.24 :

$$\begin{aligned}
K_{TN} &= \frac{E_m}{2(1-\nu_m - 2\nu_m^2)} + \frac{V_f}{1} \\
&\quad \frac{E_f}{40\left(1 - V_f - \frac{V_f^2}{10}\right)} - \frac{E_m}{2(1-\nu_m - 2\nu_m^2)} \\
G_{TN} &= \frac{r \cdot E_m}{2(1+\nu_m)} \\
\psi &= 1 + \frac{4K_{TN} \cdot \nu_{LT}}{E_L}
\end{aligned} \tag{A.14}$$

Où  $\nu_{LT}$  et  $E_L$  sont respectivement le coefficient de Poisson et le module longitudinal du matériau à l'échelle du pli.

**Annexe V : Plan complet d'essais à partir du modèle analytique épais enrichi**

N° essai	Dispersion Et	Isotropie transverse	Porosités	Fraction volumique de fibres	Pression d'éclatement (bars)	Diminution par rapport à la référence
1	0	0	0	0	2878,8	
2	1	0	0	0	2760,0	4,0%
3	0	1	0	0	2820,9	2,0%
4	0	0	1	0	2611,0	9,3%
5	0	0	0	1	2826,1	1,8%
6	1	1	0	0	2811,0	2,4%
7	1	0	1	0	2499,6	13,2%
8	1	0	0	1	2703,2	6,1%
9	0	1	1	0	2567,0	10,8%
10	0	1	0	1	2768,9	3,8%
11	0	0	1	1	2562,5	11,0%
12	1	1	1	0	2559,8	11,1%
13	1	1	0	1	2744,1	4,7%
14	1	0	1	1	2448,3	15,0%
15	0	1	1	1	2518,3	12,5%
16	1	1	1	1	2497,7	13,2%
Niv. 0	$E_t = 8,14GPa$	$E_r = E_t$	Sans	Constante		
Niv. 1	$E_t = 6,19GPa$	$E_r = 7,0GPa$	Avec	Variante		

**Annexe VI : Résultats de la caractérisation mécanique sur différents types d'éprouvettes**

Cette annexe présente l'ensemble des résultats d'essais de caractérisation sur plaques bobinées, éprouvettes-tronçon et tubes de petit diamètre.

**Plaques bobinées :**

		<b>E<sub>i</sub> début (GPa)</b>	<b>E<sub>i</sub> fin (GPa)</b>	<b>Résistance X (MPa)</b>	<b>Coefficient de Poisson</b>
<b>0° 1,2mm</b>	A7	112,1	131,2	2345	0,329
	A8	98,7	117,6	2512	0,332
	A9	99,8	116,8	2457	0,317
	A10	96,1	107	2243	0,312
	<b>moyenne</b>	<b>101,7</b>	<b>118,2</b>	<b>2389</b>	<b>0,32</b>
<b>0° 2mm</b>	A1		118,3		0,343
	A7	104,1	117,1	1698	0,323
	A8	105,6	117,3	1659	0,305
	A10	107	123	1848	0,309
	A11	116,9	128,1	1422	0,301
	<b>moyenne</b>	<b>108</b>	<b>121</b>	<b>1657</b>	<b>0,32</b>

		<b>E<sub>t</sub> (GPa)</b>
<b>90° 6mm</b>	A2	6,1
	A3	6,3
	A4	5,8
	A5	6,5
	A6	6,2
	<b>moyenne</b>	<b>6,2</b>

		<b>G<sub>it</sub> (GPa)</b>
<b>±45° 2mm</b>	A1	5,6
	A2	5,2
	A3	6,2
	A4	6,4
	A5	6,2
	<b>moyenne</b>	<b>5,9</b>

**Eprouvettes-tronçon :**

		$E_1$ (GPa)	$E_l$ (GPa)
<b>±15° 2mm</b>	1	95,6	113,5
	2	104,1	124,2
	3	105,1	125,5
	4	102,8	122,7
	<b>moyenne</b>	<b>101,9</b>	<b>124,1</b>

Où  $E_l$  est le module de l'ingénieur déterminé dans la direction du chargement et  $E_1$  le module sens fibres calculé à partir de la théorie des stratifiés.

		$E_t$ (GPa)
<b>90° 6mm</b>	2	8,2
	3	9,1
	4	8,6
	5	8,2
	<b>moyenne</b>	<b>8,5</b>

		$G_{lt}$ (GPa)
<b>±45° 6mm</b>	3	8,2
	4	7,8
	5	8
	<b>moyenne</b>	<b>8,0</b>

**Tubes :**

		$E_t$ (GPa)
<b>90° 2mm</b>	1	6
	3	6,3
	<b>moyenne</b>	<b>6,2</b>

		$G_{lt}$ (GPa)
<b>±45° 6mm</b>	1	7
	3	7,4
	4	6,6
	<b>moyenne</b>	<b>7,0</b>



## **Annexe VII : Expression du coefficient d'amplification et de la pression interne pour l'essai de mise sous pression d'un anneau**

Cette annexe porte sur l'explicitation des expressions analytiques présentées dans la partie concernant le dimensionnement du montage de mise sous pression interne d'un anneau (chapitre IV).

### **Définition du coefficient d'amplification :**

D'après les notations présentées sur le schéma de la figure IV-9, la force  $F$  exercée par la machine de traction correspond à la résultante des actions sur l'axe  $z$  :

$$F = - \left[ \iint_{S_c} (p_n \vec{n} + p_t \vec{t}) dS \right] \cdot \vec{z} \quad (\text{A.15})$$

Où  $S_c$  est la surface de contact entre les deux éléments du système conique.

En phase de glissement, la loi de Coulomb permet d'écrire que  $p_t = f \cdot p_n$  ce qui permet de simplifier l'équation de la manière suivante :

$$F = p_n (\sin(\alpha) + f \cos(\alpha)) S_c \quad (\text{A.16})$$

De plus, la pression radiale  $p_i$  exercée par le cône mâle sur l'intérieur du cône femelle vaut :

$$p_i = (p_n \vec{n} + p_t \vec{t}) \cdot \vec{e}_r = p_n (\cos(\alpha) - f \sin(\alpha)) \quad (\text{A.17})$$

Ainsi, le facteur d'amplification en effort du système conique  $a_c$  peut être défini de la manière suivante :

$$a_c = \frac{p_i S_i}{F} \quad (\text{A.18})$$

$\alpha$  étant petit, les deux surfaces  $S_i$  et  $S_c$  peuvent être considérées égales de sorte que l'expression simplifiée du coefficient d'amplification soit :

$$a_c = \frac{\cos(\alpha) - f \sin(\alpha)}{\tan(\alpha) + f} \quad (\text{A.19})$$

**Expression de la pression interne en fonction du déplacement radial intérieur de l'anneau testé et du déplacement vertical de la traverse :**

La pression interne  $p_0$  générée sur l'anneau s'écrit, à partir de l'équation IV-6 et des expressions des constantes  $s_{xx}$  du système IV-5, de la manière suivante :

$$p_0 = E \frac{\left( \nu - \frac{r_0^2 + r_i^2}{r_0^2 - r_i^2} \right) \left( \nu + \frac{r_0^2 + r_i^2}{r_0^2 - r_i^2} \right)}{\left( \nu - \frac{r_0^2 + r_i^2}{r_0^2 - r_i^2} \right) \left( \nu + \frac{r_0^2 + r_i^2}{r_0^2 - r_i^2} \right) + \left( \frac{2r_i r_0}{r_0^2 - r_i^2} \right)^2} \times \left( \frac{u_0}{r_0 \left( \nu - \frac{r_0^2 + r_i^2}{r_0^2 - r_i^2} \right)} - \frac{2r_i \cdot \tan(\alpha)}{(r_0^2 - r_i^2) \left( \nu - \frac{r_0^2 + r_i^2}{r_0^2 - r_i^2} \right) \left( \nu + \frac{r_0^2 + r_i^2}{r_0^2 - r_i^2} \right)} d \right) \quad (\text{A.20})$$

Pour simplifier la forme de cette expression, on pose les constantes suivantes ne dépendant que de  $r_0$ ,  $r_i$  et  $\nu$  :

$$\left\{ \begin{array}{l} A = \frac{\left( \nu - \frac{r_0^2 + r_i^2}{r_0^2 - r_i^2} \right) \left( \nu + \frac{r_0^2 + r_i^2}{r_0^2 - r_i^2} \right)}{\left( \nu - \frac{r_0^2 + r_i^2}{r_0^2 - r_i^2} \right) \left( \nu + \frac{r_0^2 + r_i^2}{r_0^2 - r_i^2} \right) + \left( \frac{2r_i r_0}{r_0^2 - r_i^2} \right)^2} \\ B = r_0 \left( \nu - \frac{r_0^2 + r_i^2}{r_0^2 - r_i^2} \right) \\ C = \frac{2r_i}{(r_0^2 - r_i^2) \left( \nu - \frac{r_0^2 + r_i^2}{r_0^2 - r_i^2} \right) \left( \nu + \frac{r_0^2 + r_i^2}{r_0^2 - r_i^2} \right)} \end{array} \right. \quad (\text{A.21})$$

L'expression simplifiée de  $p_0$  est donc la suivante :

$$p_0 = E \cdot A \cdot \left( \frac{u_0}{B} - C \cdot \tan(\alpha) d \right) \quad (\text{A.22})$$

### Estimation de l'effet des imprécisions de mesure sur le calcul de $p_0$ :

En supposant qu'une dispersion sur  $p_0$  est uniquement liée à une dispersion sur la mesure de  $E$ ,  $u_0$  et  $d$ , la variation de la valeur de pression interne calculée peut s'écrire sous la forme suivante :

$$\frac{\delta p_0}{p_0} = \frac{\delta E}{E} + \frac{u_0}{u_0 - BC \cdot \tan(\alpha) \cdot d} \frac{\delta u_0}{u_0} - \frac{d}{\frac{u_0}{BC \cdot \tan(\alpha)} - d} \frac{\delta d}{d} \quad (\text{A.23})$$

Il n'y a pas de termes en facteur de  $\frac{\delta E}{E}$  ce qui implique que l'erreur commise sur l'estimation de  $E$  se traduira par une erreur du même ordre sur  $p_0$ . En revanche les termes en facteur de  $\frac{\delta u_0}{u_0}$  et  $\frac{\delta d}{d}$ , respectivement appelés  $F_{u_0}$  et  $F_d$ , peuvent s'exprimer de la façon suivante :

$$\left\{ \begin{array}{l} F_{u_0} = \frac{E}{r_0 \cdot k_a} \frac{\nu + \frac{r_0^2 + r_i^2}{r_0^2 - r_i^2}}{\left( \nu + \frac{r_0^2 + r_i^2}{r_0^2 - r_i^2} \right) \left( \nu - \frac{r_0^2 + r_i^2}{r_0^2 - r_i^2} \right) + \left( \frac{2r_i \cdot r_0}{r_0^2 - r_i^2} \right)^2} \\ F_d = F_{u_0} - 1 = \frac{E}{r_0 \cdot k_a} \frac{\nu + \frac{r_0^2 + r_i^2}{r_0^2 - r_i^2}}{\left( \nu + \frac{r_0^2 + r_i^2}{r_0^2 - r_i^2} \right) \left( \nu - \frac{r_0^2 + r_i^2}{r_0^2 - r_i^2} \right) + \left( \frac{2r_i \cdot r_0}{r_0^2 - r_i^2} \right)^2} - 1 \end{array} \right. \quad (\text{A.24})$$

Où  $k_a$  est la raideur de l'anneau testé telle que  $p_0 = k_a \cdot u_0$ .

L'expression analytique du facteur  $F_{u_0}$  définit donc un contraste de raideur entre le cône femelle via les constantes  $r_0$ ,  $r_i$ ,  $\nu$  et  $E$  et la raideur de l'anneau testé, avec directement  $k_a$ .



# **Bibliographie**



## Bibliographie :

**[Abot et al, 2004] ABOT J. L. , DANIEL I. M.**

*Through-thickness Mechanical Characterization of Woven Fabric Composites.*

Journal of Composite Materials, Vol. 38, N° 7, 00219983 (ISSN), 2004, pp. 543-553.

**[Abou Msallem et al, 2010] ABOU MSALLEM Y., JACQUEMIN F., BOYARD N., POITOU A., DELAUNAY D. , CHATEL S.**

*Material characterization and residual stresses simulation during the manufacturing process of epoxy matrix composites.*

Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 41, N° 1, 1359835X (ISSN), 2010, pp. 108-115.

**[Aceves et al, 2000] ACEVES S. M., MARTINEZ-FRIAS J. , GARCIA-VILLAZANA O.**

*Analytical and experimental evaluation of insulated pressure vessels for cryogenic hydrogen storage.*

International Journal of Hydrogen Energy, Vol. 25, N° 11, 03603199 (ISSN), 2000, pp. 1075-1085.

**[AirLiquide, 2009] AIRLIQUIDE**

*L'hydrogène, nouvelle énergie propre.*

Dossier de presse, 2009.

**[Ansari et al, 2010] ANSARI R., ALISAFAEI F. , GHAEDI P.**

*Dynamic analysis of multi-layered filament-wound composite pipes subjected to cyclic internal pressure and cyclic temperature.*

Composite Structures, Vol. 92, N° 5, 02638223 (ISSN), 2010, pp. 1100-1109.

**[Avril et al, 2008] AVRIL S., BONNET M., BRETTELLE A. S., GRE?DIAC M., HILD F., IENNY P., LATOURTE F., LEMOSSE D., PAGANO S., PAGNACCO E. , PIERRON F.**

*Overview of identification methods of mechanical parameters based on full-field measurements.*

Exp Mech, Vol. 48, N° 4, 2008, pp. 381-402.

**[Bai et al, 1997] BAI J., HU G. , BOMPARD P.**

*Mechanical behaviour of  $\pm 55^\circ$  filament-wound glass-fibre/epoxy-resin tubes: II. Micromechanical model of damage initiation and the competition between different mechanisms.*

Composites Science and Technology, Vol. 57, N° 2, 02663538 (ISSN), 1997, pp. 155-164.

**[Bai, 2002] BAI S. L.**

*Indentation properties of the filler and matrix in polymer composites.*

Journal of Materials Science Letters, Vol. 21, N° 1, 02618028 (ISSN), 2002, pp. 85-88.

**[Bai et al, 2010] BAI Y., WANG Z. , FENG L.**

*Chemical recycling of carbon fibers reinforced epoxy resin composites in oxygen in supercritical water.*

Materials and Design, Vol. 31, N° 2, 02613069 (ISSN), 2010, pp. 999-1002.

**[Bakaiyan et al, 2009] BAKAIYAN H., HOSSEINI H. , AMERI E.**

*Analysis of multi-layered filament-wound composite pipes under combined internal pressure and thermomechanical loading with thermal variations.*

Composite Structures, Vol. 88, N° 4, 02638223 (ISSN), 2009, pp. 532-541.

**[Bateman et al, 2005] BATEMAN M. G., MILLER O. H., PALMER T. J., BREEN C. E. P., KINGSTON E. J., SMITH D. J. , PAVIER M. J.**

*Measurement of residual stress in thick section composite laminates using the deep-hole method.*

International Journal of Mechanical Sciences, Vol. 47, N° 11, 00207403 (ISSN), 2005, pp. 1718-1739.

**[Bentzen et al, 2001] BENTZEN J. J., PEDERSEN A. S. , KJØLLER J.**

*Screening of hydrogen storage media applying high pressure thermogravimetry.*

Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, Vol. 64, N° 3, 14182874 (ISSN), 2001, pp. 859-866.

**[Berbain et al, 1997] BERBAIN F. , CHEVALIER A.**

*Mise en oeuvre des composites - Méthodes et matériels.*

Techniques de l'ingénieur, Vol. A 3720, 1997, pp. 1-34.



**[Berthelot, 2005] BERTHELOT J.-M.**

*Matériaux composites - Comportement mécanique et analyse des structures.*

Lavoisier, 2005, pp. 1-645.

**[Bertin et al, 2011] BERTIN M., KEMPENEERS M., LEH D., NIMDUM P., BERRO RAMIREZ J. P. , VILLALONGA S.**

*Qualification des codes pour la prédiction du comportement mécaniques des structures composites des réservoirs embarqués de stockage à 700bars de l'hydrogène.*

JNC17, Poitiers, 2011, pp. 1-10.

**[Binienda et al, 1999] BINIENDA W. K. , WANG Y.**

*Residual stresses reduction in filament wound composite tubes.*

Journal of Reinforced Plastics and Composites, Vol. 18, N° 8, 07316844 (ISSN), 1999, pp. 684-701.

**[Birt et al, 2004] BIRT E. A. , SMITH R. A.**

*A review of NDE methods for porosity measurement in fibre-reinforced polymer composites.*

Insight: Non-Destructive Testing and Condition Monitoring, Vol. 46, N° 11, 13542575 (ISSN), 2004, pp. 681-686.

**[Blackman, 2005] BLACKMAN J. M.**

*High pressure hydrogen storage on carbon materials for mobile applications.*

Thèse de doctorat, University of Nottingham, Nottingham, 2005.

**[Blanc, 2007] BLANC R.**

*Apport des statistiques spatiales à l'élaboration de critères d'homogénéité et à l'inférence en analyse de texture. Application à la caractérisation des matériaux.*

Thèse de doctorat, Université Bordeaux I, Bordeaux, 2007.

**[Bowles et al, 1992] BOWLES K. J. , FRIMPONG S.**

*Voids effects on the interlaminar shear strength of unidirectional graphite-fiber reinforced composites.*

Journal of Composite Materials, Vol. 26, 1992, pp. 1487-1509.

**[Brémand et al, 2011] BRÉMAND F., COTTRON M., DOUMALIN P., DUPRÉ J.-C., GERMANEAU A. , VALLE V.**

*Mesures en mécanique par mesures optiques.*

Techniques de l'ingénieur, Vol. R 1850, 2011, pp. 1-22.

**[Briscoe et al, 1998] BRISCOE B. J., FIORI L. , PELILLO E.**

*Nano-indentation of polymeric surfaces.*

Journal of Physics D: Applied Physics, Vol. 31, N° 19, 00223727 (ISSN), 1998, pp. 2395-2405.

**[Broughton, 2001] BROUGHTON W. R.**

*Dissemination, standardisation and reviews : thick composites.*

NPL, Vol. CMMT(A) 263, 2001, pp. 1-31.

**[Cain et al, 2009] CAIN J., CASE S. , LESKO J.**

*Testing of hygrothermally aged e-glass/epoxy cylindrical laminates using a novel fixture for simulating internal pressure.*

Journal of Composites for Construction, Vol. 13, N° 4, 10900268 (ISSN), 2009, pp. 325-331.

**[Callioglu et al, 2008] CALLIOGLU H., ERGUN E. , DEMIRDAG O.**

*Stress analysis of filament-wound composite cylinders under combined internal pressure and thermal loading.*

Advanced Composites Letters, Vol. 17, N° 1, 09636935 (ISSN), 2008, pp. 13-21.

**[Camara et al, 2011] CAMARA S., BUNSELL A. R., THIONNET A. , ALLEN D. H.**

*Determination of lifetime probabilities of carbon fibre composite plates and pressure vessels for hydrogen storage.*

International Journal of Hydrogen Energy, Vol. 36, N° 10, 03603199 (ISSN), 2011, pp. 6031-6038.

**[Cann et al, 2008] CANN M. T., ADAMS D. O. , SCHNEIDER C. L.**

*Characterization of fiber volume fraction gradients in composite laminates.*

J Compos Mater, Vol. 42, N° 5, 2008, pp. 447-466.

**[Casari et al, 2006] CASARI P., JACQUEMIN F. , DAVIES P.**

*Characterization of residual stresses in wound composite tubes.*

Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 37, N° 2, 1359835X (ISSN), 2006, pp. 337-343.

**[Chapelle et al, 2006] CHAPELLE D. , PERREUX D.**

*Optimal design of a Type 3 hydrogen vessel: Part i - Analytic modelling of the cylindrical section.*

Int J Hydrogen Energy, Vol. 31, N° 5, 2006, pp. 627-638.

**[Chevalier, 1995] CHEVALIER A.**

*Guide du dessinateur Industriel.*

Hachette Technique, 1995.

**[Christensen, 1979] CHRISTENSEN R. M.**

*Mechanics of composite materials.*

J. Wiley & sons, 1979.

**[Claire et al, 2004] CLAIRE D., HILD F. , ROUX S.**

*A finite element formulation to identify damage fields: The equilibrium gap method.*

International Journal for Numerical Methods in Engineering, Vol. 61, N° 2, 00295981 (ISSN), 2004, pp. 189-208.

**[CMH-17-1F, 2002] CMH-17-1F**

*Composite Material Handbook 17.*

Polymer Matrix Composites - Guidelines for characterization of structural materials, Vol. 1, 2002.

**[Cohen, 1997] COHEN D.**

*Influence of filament winding parameters on composite vessel quality and strength.*

Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 28, N° 12, 1359835X (ISSN), 1997, pp. 1035-1047.

**[Cohen et al, 2001] COHEN D., MANTELL S. C. , ZHAO L.**

*The effect of fiber volume fraction on filament wound composite pressure vessel strength.*

Composites Part B:Engineering, Vol. 32, N° 5, 13598368 (ISSN), 2001, pp. 413-429.

**[Cohen et al, 1995] COHEN D., TOOMBES Y. T., JOHNSON A. K. , HANSEN M. F.**

*Pressurized ring test for composite pressure vessel hoop strength and stiffness evaluation.*

Journal of Composites Technology and Research, Vol. 17, N° 4, 08846804 (ISSN), 1995, pp. 331-340.

**[Combette et al, 2006] COMBETTE P. , ERNOULT I.**

*Physique des polymères II Propriétés mécaniques.*

Hermann, 2006.

**[Costa et al, 2005] COSTA M. L., DE ALMEIDA S. F. M. , REZENDE M. C.**

*Critical void content for polymer composite laminates.*

AIAA Journal, Vol. 43, N° 6, 00011452 (ISSN), 2005, pp. 1336-1341.

**[Cowley et al, 1997] COWLEY K. D. , BEAUMONT P. W. R.**

*The measurement and prediction of residual stresses in carbon-fibre/polymer composites.*

Composites Science and Technology, Vol. 57, N° 11, 02663538 (ISSN), 1997, pp. 1445-1455.

**[Crasto et al, 2002] CRASTO A. S., KIM R. Y. , RUSSELL J. D.**

*In situ monitoring of residual strain development during composite cure.*

Polymer Composites, Vol. 23, N° 3, 02728397 (ISSN), 2002, pp. 454-463.

**[Crouzeix et al, 2009] CROUZEIX L., PÉRIÉ J. N., DOUCHIN B., COLOMBET F. , HERNANDEZ H.**

*Utilisation de la corrélation d'images numériques et de la méthode de l'écart à l'équilibre pour la caractérisation mécanique de tubes obtenus par enroulement filamentaire.*

JNC16, Toulouse, 2009, pp. 1-8.

**[D1599, 2005] D1599**

*Resistance to short-time hydraulic pressure of plastic pipe, tubing and fittings.*

ASTM International, 2005.

**[Daniel et al, 2008] DANIEL I. M., LUO J. J. , SCHUBEL P. M.**

*Three-dimensional characterization of textile composites.*

Composites Part B: Engineering, Vol. 39, N° 1, 13598368 (ISSN), 2008, pp. 13-19.

**[Doerner et al, 1986] DOERNER M. F. , NIX W. D.**

*A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments.*

Journal of Materials Research, Vol. 1, N° 4, 1986, pp. 601-609.

**[Ehrenstein et al, 2000] EHRENSTEIN G. W. , MONTAGNE F.**

*Matériaux polymères : structure, propriétés et applications.*

Hermès Science Publications, 2-7462-0149-6 (ISBN), 2000, pp. 1-368.

**[Erdiller, 2004] ERDILLER E. S.**

*Experimental investigation for mechanical properties of filament wound composite tubes.*

Thèse de doctorat, The graduate school of natural and applied sciences of Middle East technical university, Ankara (Turquie), 2004.

**[Ferguson et al, 1998] FERGUSON R. F., HINTON M. J. , HILEY M. J.**

*Determining the through-thickness properties of FRP materials.*

Composites Science and Technology, Vol. 58, N° 9, 02663538 (ISSN), 1998, pp. 1411-1420.

**[Gajdosík et al, 2006] GAJDOSÍK J., ZEMAN J. , SEJNOHA M.**

*Qualitative analysis of fiber composite microstructure: Influence of boundary conditions.*

Probabilistic Engineering Mechanics, Vol. 21, N° 4, 02668920 (ISSN), 2006, pp. 317-329.

**[Garstka et al, 2007] GARSTKA T., ERSOY N., POTTER K. D. , WISNOM M. R.**

*In situ measurements of through-the-thickness strains during processing of AS4/8552 composite.*

Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 38, N° 12, 2007, pp. 2517-2526.

**[Gasquez et al, 2006] GASQUEZ F., THIEBAUD F., CHAPELLE D., PERREUX D. , BARRAL K.**

*Optimisation of composite layer for fully overwrapped pressure vessels for hydrogen storage.*

Conference Proceedings ECCM 12, Vol. hal-00019825, version 1, 2006.

**[Georges, 2000] GEORGES J.-M.**

*Frottement, usure et lubrification.*

CNRS editions, 2000.

**[Ghazali et al, 2011] GHAZALI E., XU C., LACOSTE E. , PERRY N.**

*Simulation numérique des couplages thermo-mécaniques induits par les procédés de cuisson rapide de composites.*

CFM 2011, Besançon, 2011, pp. 1-8.

**[Gower et al, 2008] GOWER M. R. L., SHAW R. M. , BROUGHTON W. R.**

*Thick composites : Part I : Mechanical test review, Part II : Cure optimisation.*

NPL, Vol. MAT 24, 2008, pp. 1-45.

**[Gramoll et al, 1995] GRAMOLL K. , RAMAPRASAD S.**

*Effects of band weaving on fiber strength in filament-wound composite structures.*

Composites Engineering, Vol. 5, N° 4, 09619526 (ISSN), 1995, pp. 363-373.

**[Gras, 2008] GRAS R.**

*Tribologie : Principes et solutions industrielles.*

Dunod, 2008.

**[Grédiac et al, 1999] GRÉDIAC M., PIERRON F. , SURREL Y.**

*Novel procedure for complete in-plane composite characterization using a single T-shaped specimen.*

Experimental Mechanics, Vol. 39, N° 2, 00144851 (ISSN), 1999, pp. 142-149.

**[Grédiac et al, 2002] GRÉDIAC M., TOUSSAINT E. , PIERRON F.**

*Special virtual fields for the direct determination of material parameters with the virtual fields methods. 1 - Principle and definition.*

International Journal of Solids and Structures, Vol. 39, N° 10, 00207683 (ISSN), 2002, pp. 2691-2705.

**[Gregory et al, 2005] GREGORY J. R. , SPEARING S. M.**

*Nanoindentation of neat and in situ polymers in polymer-matrix composites.*

Composites Science and Technology, Vol. 65, N° 3-4, 02663538 (ISSN), 2005, pp. 595-607.

**[Ha et al, 2005] HA S. K. , JEONG J. Y.**

*Effects of winding angles on through-thickness properties and residual strains of thick filament wound composite rings.*

Composites Science and Technology, Vol. 65, N° 1, 02663538 (ISSN), 2005, pp. 27-35.

**[Ha et al, 2003] HA S. K., KIM H. T. , SUNG T. H.**

*Measurement and prediction of process-induced residual strains in thick wound composite rings.*

J Compos Mater, Vol. 37, N° 14, 2003, pp. 1223-1237.

**[Hahn, 1984] HAHN H. T.**

*Effects of residual stresses in polymer matrix composites.*

Journal of the Astronautical Sciences, Vol. 32, N° 3, 00219142 (ISSN), 1984, pp. 253-267.

**[Halary et al, 2008] HALARY J.-L., LAUPÊTRE F. , MONNERIE L.**

*Mécanique des matériaux polymères.*

Belin, 2008.

**[Han, 2010] HAN C. S.**

*Influence of the molecular structure on indentation size effect in polymers.*

Materials Science and Engineering A, Vol. 527, N° 3, 09215093 (ISSN), 2010, pp. 619-624.

**[Hochard et al, 2009] HOCHARD C. , THOLLON Y.**

*Comportement à rupture dans le sens fibres de FRP sous chargement statique et de fatigue.*

JNC16, Toulouse, 2009, pp. 1-6.

**[Huang et al, 2005] HUANG H. , TALREJA R.**

*Effects of void geometry on elastic properties of unidirectional fiber reinforced composites.*

Compos Sci Technol, Vol. 65, N° 13, 2005, pp. 1964-1981.

**[Huang et al, 2000] HUANG X., GILLESPIE JR J. W. , BOGETTI T.**

*Process induced stress for woven fabric thick section composite structures.*

Composite Structures, Vol. 49, N° 3, 02638223 (ISSN), 2000, pp. 303-312.

**[Huchette, 2005] HUCHETTE C.**

*Sur la complémentarité des approches expérimentales et numériques pour la modélisation des mécanismes d'endommagement des composites stratifiés.*

Thèse de doctorat, Université Paris 6, Paris, 2005.

**[Hwang et al, 2003] HWANG T. K., HONG C. S. , KIM C. G.**

*Probabilistic deformation and strength prediction for a filament wound pressure vessel.*

Composites Part B: Engineering, Vol. 34, N° 5, 13598368 (ISSN), 2003, pp. 481-497.

**[Ifju et al, 2000] IFJU P. G., NIU X., KILDAY B. C., LIU S. C. , ETTINGER S. M.**

*Residual strain measurement in composites using the cure-referencing method.*

Experimental Mechanics, Vol. 40, N° 1, 00144851 (ISSN), 2000, pp. 22-30.



**[ISO527-4, 1997] ISO527-4**

*Détermination des propriétés en traction - Partie 4 : Conditions d'essai pour les composites plastiques renforcés de fibres isotropes et orthotropes* AFNOR, ISSN 0335-3931, 1997.

**[ISO1268-5, 2002] ISO1268-5**

*Méthodes de fabrication de plaques d'essai - Partie 5 : Moulage par enroulement filamentaire* AFNOR, ISSN 0335-3931, 2002.

**[Jacquemin et al, 2004] JACQUEMIN F. , VAUTRIN A.**

*Analytical calculation of the transient thermoelastic stresses in thick walled composite pipes.*

J Compos Mater, Vol. 38, N° 19, 2004, pp. 1733-1751.

**[Kempner et al, 1995] KEMPNER E. A. , HAHN H. T.**

*Effect of radial stress relaxation on fibre stress in filament winding of thick composites.*

Composites Manufacturing, Vol. 6, N° 2, 09567143 (ISSN), 1995, pp. 67-77.

**[Kite et al, 2008] KITE A. H., HSU D. K. , BARNARD D. J.**

*Determination of porosity content in composites by micrograph image processing.*

Golden, CO, Vol. 975, 34th Annual Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation, 2008, pp. 942-949.

**[Krawczak, 2002] KRAWCZAK P.**

*Réservoirs haute pression en composites.*

Techniques de l'ingénieur, Vol. AM 5530, 2002, pp. 1-10.

**[Kress, 1995] KRESS G.**

*Minimized computational effort for the thick-walled composite tube problem.*

Computers and Structures, Vol. 54, N° 4, 00457949 (ISSN), 1995, pp. 633-639.

**[Laiarinandrasana et al, 2011] LAIARINANDRASANA L., DEVILLIERS C., OBERTI S., GAUDICHET E., FAYOLLE B. , LUCATELLI J. M.**

*Ring tests on high density polyethylene: Full investigation assisted by finite element modeling.*

International Journal of Pressure Vessels and Piping, Vol. 88, N° 1, 03080161 (ISSN), 2011, pp. 1-10.

**[Landis et al, 2010] LANDIS E. N. , KEANE D. T.**

*X-ray microtomography - Tutorial review.*

Materials Characterization, Vol. 61, N° 12, 10445803 (ISSN), 2010, pp. 1305-1316.

**[Laurin, 2005] LAURIN F.**

*Approche multiéchelle des mécanismes de ruine progressive des matériaux stratifiés et analyse de la tenue des structures composites.*

Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté, Besançon, 2005.

**[Laurin et al, 2007] LAURIN F., CARRÈRE N. , MAIRE J. F.**

*A multiscale progressive failure approach for composite laminates based on thermodynamical viscoelastic and damage models.*

Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 38, N° 1, 1359835X (ISSN), 2007, pp. 198-209.

**[Le Magorou et al, 2002] LE MAGOROU L., BOS F. , ROUGER F.**

*Identification of constitutive laws for wood-based panels by means of an inverse method.*

Composites Science and Technology, Vol. 62, N° 4, 02663538 (ISSN), 2002, pp. 591-596.

**[Le Magorou et al, 2003] LE MAGOROU L., BOS F. , ROUGER F.**

*Identification of elastic and viscoelastic constitutive laws using fields measurements.*

Identification de lois de comportement élastique et viscoélastique, Vol. 4, N° 6, 12962139 (ISSN), 2003, pp. 673-677.

**[Ledru, 2009] LEDRU Y.**

*Etude de la porosité dans les matériaux composites stratifiés aéronautiques.*

Thèse de doctorat, Institut national polytechnique de Toulouse, Toulouse, 2009.

**[Lee et al, 1990] LEE S.-Y. , SPRINGER G. S.**

*Filament winding cylinders. I. Process model.*

Journal of Composite Materials, Vol. 24, N° 12, 00219983 (ISSN), 1990, pp. 1270-1298.

**[Liotier et al, 2010] LIOTIER P. J., ALAIN V. , CHRISTINE D.**

*Characterization of 3D morphology and microcracks in composites reinforced by multi-axial multi-ply stitched preforms.*

Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 41, N° 5, 1359835X (ISSN), 2010, pp. 653-662.

**[Liu et al, 2006] LIU L., ZHANG B. M., WANG D. F. , WU Z. J.**

*Effects of cure cycles on void content and mechanical properties of composite laminates.*

Composite Structures, Vol. 73, N° 3, 02638223 (ISSN), 2006, pp. 303-309.

**[Lodeiro et al, 1999] LODEIRO M. J., BROUGHTON W. R. , SIMS G. D.**

*Understanding limitations of through thickness test methods.*

Plastics, Rubber and Composites Processing and Applications, Vol. 28, N° 9, 09598111 (ISSN), 1999, pp. 416-424.

**[Loppinet-Serani et al, 2010] LOPPINET-SERANI A., AYMONIER C. , CANSELL F.**

*Supercritical water for environmental technologies.*

Journal of Chemical Technology and Biotechnology, Vol. 85, N° 5, 02682575 (ISSN), 2010, pp. 583-589.

**[MacKenzie, 1950] MACKENZIE J. K.**

*The elastic constants of a solid containing spherical holes.*

Proceedings of the Physical Society. Section B, Vol. 63, N° 1, 1950, pp. 2-11.

**[Madsen et al, 2007] MADSEN B., HOFFMEYER P. , LILHOLT H.**

*Hemp yarn reinforced composites - II. Tensile properties.*

Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 38, N° 10, 1359835X (ISSN), 2007, pp. 2204-2215.

**[Madsen et al, 2003] MADSEN B. , LILHOLT H.**

*Physical and mechanical properties of unidirectional plant fibre composites-an evaluation of the influence of porosity.*

Composites Science and Technology, Vol. 63, N° 9, 02663538 (ISSN), 2003, pp. 1265-1272.

**[Madsen et al, 2009] MADSEN B., THYGESEN A. , LILHOLT H.**

*Plant fibre composites - porosity and stiffness.*

Compos Sci Technol, Vol. 69, N° 7-8, 2009, pp. 1057-1069.

**[Manika et al, 2006] MANIKA I. , MANIKS J.**

*Size effects in micro- and nanoscale indentation.*

Acta Materialia, Vol. 54, N° 8, 13596454 (ISSN), 2006, pp. 2049-2056.

**[Mertiny et al, 2002] MERTINY P. , ELLYIN F.**

*Influence of the filament winding tension on physical and mechanical properties of reinforced composites.*

Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 33, N° 12, 1359835X (ISSN), 2002, pp. 1615-1622.

**[Mespoulet et al, 2000] MESPOULET S., HODGKINSON J. M., MATTHEWS F. L., HITCHINGS D. , ROBINSON P.**

*Design, development, and implementation of test methods for determination of through thickness properties of laminated composites.*

Plastics, Rubber and Composites Processing and Applications, Vol. 29, N° 9, 09598111 (ISSN), 2000, pp. 496-502.

**[Molimard et al, 2005] MOLIMARD J., LE RICHE R., VAUTRIN A. , LEE J. R.**

*Identification of the four orthotropic plate stiffnesses using a single open-hole tensile test.*

Experimental Mechanics, Vol. 45, N° 5, 00144851 (ISSN), 2005, pp. 404-411.

**[Moulart et al, 2006] MOULART R., AVRIL S. , PIERRON F.**

*Identification of the through-thickness rigidities of a thick laminated composite tube.*

Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 37, N° 2, 1359835X (ISSN), 2006, pp. 326-336.

**[Mulle et al, 2009a] MULLE M., COLLOMBET F., OLIVIER P. , GRUNEVOLD Y. H.**

*Assessment of cure residual strains through the thickness of carbon-epoxy laminates using FBGs, Part I: Elementary specimen.*

Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 40, N° 1, 1359835X (ISSN), 2009a, pp. 94-104.

**[Mulle et al, 2009b] MULLE M., COLLOMBET F., OLIVIER P., ZITOUNE R., HUCHETTE C., LAURIN F. , GRUNEVALD Y. H.**

*Assessment of cure-residual strains through the thickness of carbon-epoxy laminates using FBGs Part II: Technological specimen.*

Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 40, N° 10, 1359835X (ISSN), 2009b, pp. 1534-1544.

**[Mulle et al, 2007] MULLE M., ZITOUNE R., COLLOMBET F., OLIVIER P. , GRUNEVALD Y. H.**

*Thermal expansion of carbon-epoxy laminates measured with embedded FBGS - Comparison with other experimental techniques and numerical simulation.*

Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 38, N° 5, 1359835X (ISSN), 2007, pp. 1414-1424.

**[NF-EN-1393, 1996] NF-EN-1393**

*Détermination de la résistance en traction longitudinale de tubes en plastique therm durcissable renforcés.*

Norme européenne et française, ISSN 0335-3931, 1996.

**[NF-EN-1394, 1996] NF-EN-1394**

*Détermination de la résistance en traction circonférentielle initiale apparente de tubes en plastique therm durcissable renforcés.*

Norme européenne et française, ISSN 0335-3931, 1996.

**[Odru et al, 1991] ODRU P. , SPARKS C.**

*Thick walled composite tubes calculation and measured behavior.*

0791807207 (ISBN); 9780791807200 (ISBN), 1991.

**[Oliver et al, 1992] OLIVER W. C. , PHARR G. M.**

*Improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments.*

Journal of Materials Research, Vol. 7, N° 6, 08842914 (ISSN), 1992, pp. 1564-1580.

**[Olivier et al, 2000] OLIVIER P. , CAVARERO M.**

*Comparison between longitudinal tensile characteristics of thin and thick thermoset composite laminates: influence of curing conditions.*

Computers and Structures, Vol. 76, N° 1, 00457949 (ISSN), 2000, pp. 125-137.

**[Olivier et al, 1998] OLIVIER P. , COTTU J. P.**

*Optimisation of the co-curing of two different composites with the aim of minimising residual curing stress levels.*

Composites Science and Technology, Vol. 58, N° 5, 1998, pp. 645-651.

**[Olivier et al, 1995] OLIVIER P., COTTU J. P. , FERRET B.**

*Effects of cure cycle pressure and voids on some mechanical properties of carbon/epoxy laminates.*

Composites, Vol. 26, N° 7, 00104361 (ISSN), 1995, pp. 509-515.

**[Olivier et al, 2007a] OLIVIER P., MARGUERÈS P., MASCARO B. , COLOMBET F.**

*Porosités dans les stratifiés carbone/polymère : critère d'admissibilité et modélisation des propriétés mécaniques.*

JNC15, Marseille, 2007a, pp. 1-8.

**[Olivier et al, 2007b] OLIVIER P. A., MASCARO B., MARGUERES P. ,  
COLLOMBET F.**

*CFRP with voids: Ultrasonic characterization of localized porosity, acceptance criteria and mechanical characteristics.*

16th International Conference on Composite Materials, ICCM-16 - "A Giant Step Towards Environmental Awareness: From Green Composites to Aerospace", 2007b.

**[Onder et al, 2009] ONDER A., SAYMAN O., DOGAN T. , TARAKCIOGLU N.**

*Burst failure load of composite pressure vessels.*

Composite Structures, Vol. 89, N° 1, 02638223 (ISSN), 2009, pp. 159-166.

**[Paciornik et al, 2009] PACIORNIK S. , D'ALMEIDA J. R. M.**

*Measurement of void content and distribution in composite materials through digital microscopy.*

Journal of Composite Materials, Vol. 43, N° 2, 00219983 (ISSN), 2009, pp. 101-112.

**[Palerosi et al, 2007] PALEROSI A. C. , DE ALMEIDA S. F. M.**

*Thermoelastic evaluation of composite laminates using digital imaging processing.*

Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 38, N° 11, 1359835X (ISSN), 2007, pp. 2283-2293.

**[Parlevliet et al, 2006] PARLEVLIIET P. P., BERSEE H. E. N. , BEUKERS A.**

*Residual stresses in thermoplastic composites-A study of the literature-Part I: Formation of residual stresses.*

Compos Part A Appl Sci Manuf, Vol. 37, N° 11, 2006, pp. 1847-1857.

**[Parlevliet et al, 2007] PARLEVLIIET P. P., BERSEE H. E. N. , BEUKERS A.**

*Residual stresses in thermoplastic composites-A study of the literature-Part II: Experimental techniques.*

Compos Part A Appl Sci Manuf, Vol. 38, N° 3, 2007, pp. 651-665.

**[Parlevliet et al, 2008] PARLEVLIIET P. P., VAN DER WERF W. A. W., BERSEE H. E. N. , BEUKERS A.**

*Thermal effects on microstructural matrix variations in thick-walled composites.*

Composites Science and Technology, Vol. 68, N° 3-4, 02663538 (ISSN), 2008, pp. 896-907.

**[Parnas et al, 2002] PARNAS L. , KATIRCI N.**

*Design of fiber-reinforced composite pressure vessels under various loading conditions.*

Composite Structures, Vol. 58, N° 1, 02638223 (ISSN), 2002, pp. 83-95.

**[Périé et al, 2009] PÉRIÉ J. N., LECLERC H., ROUX S. , HILD F.**

*Identification de lois d'endommagement anisotrope à partir de la corrélation d'images numériques.*

JNC16, Toulouse, 2009, pp. 1-8.

**[Peschka, 1998] PESCHKA W.**

*Hydrogen: The future cryofuel in internal combustion engines.*

International Journal of Hydrogen Energy, Vol. 23, N° 1, 03603199 (ISSN), 1998, pp. 27-43.

**[Petitet et al, 2004] PETITET G. , LOUBET J. L.**

*Propriétés mécaniques de surface : influence de la rugosité et comparaison avec les propriétés volumiques - Application aux élastomères chargés réticulés.*

Rhéologie, Vol. 5, 2004, pp. 36-45.

**[Pierron et al, 2000] PIERRON F. , GRÉDIAC M.**

*Identification of the through-thickness moduli of thick composites from whole-field measurements using the Iosipescu fixture: theory and simulations.*

Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 31, N° 4, 1359835X (ISSN), 2000, pp. 309-318.

**[Piñero-Hernanz et al, 2008] PIÑERO-HERNANZ R., DODDS C., HYDE J., GARCÍA-SERNA J., POLIAKOFF M., LESTER E., COCERO M. J., KINGMAN S., PICKERING S. , WONG K. H.**

*Chemical recycling of carbon fibre reinforced composites in nearcritical and supercritical water.*

Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 39, N° 3, 1359835X (ISSN), 2008, pp. 454-461.

**[Rabearison et al, 2009] RABEARISON N., JOCHUM C. , GRANDIDIER J. C.**

*A FEM coupling model for properties prediction during the curing of an epoxy matrix.*

Computational Materials Science, Vol. 45, N° 3, 2009, pp. 715-724.

**[Radford, 1993] RADFORD D. W.**

*Cure shrinkage induced warpage in flat uni-axial composites.*

J Compos Technol Res, Vol. 15, N° 4, 1993, pp. 290-296.

**[Radford, 1995] RADFORD D. W.**

*Volume fraction gradient induced warpage in curved composite plates.*

Composites Engineering, Vol. 5, N° 7, 1995, pp. 923-927,929-934.

**[Renard et al, 2006] RENARD J. , THIONNET A.**

*Damage in composites: From physical mechanisms to modelling.*

Composites Science and Technology, Vol. 66, N° 5, 02663538 (ISSN), 2006, pp. 642-646.

**[Requena et al, 2009] REQUENA G., FIEDLER G., SEISER B., DEGISCHER P., DI MICHIEL M. , BUSLAPS T.**

*3D-Quantification of the distribution of continuous fibres in unidirectionally reinforced composites.*

Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 40, N° 2, 1359835X (ISSN), 2009, pp. 152-163.



**[Rousseau et al, 1999] ROUSSEAU J., PERREUX D. , VERDIÈRE N.**

*The influence of winding patterns on the damage behaviour of filament-wound pipes.*

Composites Science and Technology, Vol. 59, N° 9, 02663538 (ISSN), 1999, pp. 1439-1449.

**[Ruiz et al, 2005] RUIZ E. , TROCHU F.**

*Numerical analysis of cure temperature and internal stresses in thin and thick RTM parts.*

Compos Part A Appl Sci Manuf, Vol. 36, N° 6, 2005, pp. 806-826.

**[Santulli et al, 2002] SANTULLI C., GIL R. G., LONG A. C. , CLIFFORD M. J.**

*Void content measurements in commingled E-glass/polypropylene composites using image analysis from optical micrographs.*

Science and Engineering of Composite Materials, Vol. 10, N° 2, 0334181X (ISSN), 2002, pp. 77-90.

**[Schell et al, 2006] SCHELL J. S. U., RENGGLI M., VAN LENTHE G. H., MÜLLER R. , ERMANNI P.**

*Micro-computed tomography determination of glass fibre reinforced polymer meso-structure.*

Composites Science and Technology, Vol. 66, N° 13, 02663538 (ISSN), 2006, pp. 2016-2022.

**[Shan et al, 2007] SHAN G. F., YANG W., YANG M. B., XIE B. H., FENG J. M. , FU Q.**

*Effect of temperature and strain rate on the tensile deformation of polyamide 6.*

Polymer, Vol. 48, N° 10, 00323861 (ISSN), 2007, pp. 2958-2968.

**[Shaw et al, 2004] SHAW R. M. , SIMS G. D.**

*Through-thickness tensile testing of polymer matrix composites.*

NPL, Vol. DEPC-MN 007, 2004, pp. 1-12.

**[Souchier, 1998] SOUCHIER C.**

*Analyse d'images.*

Techniques de l'ingénieur, Vol. P 855, 1998, pp. 1-15.

**[Sweeting et al, 2004] SWEETING R. D. , LIU X. L.**

*Measurement of thermal conductivity for fibre-reinforced composites.*

Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 35, N° 7-8, 1359835X (ISSN), 2004, pp. 933-938.

**[Talreja, 2008] TALREJA R.**

*Damage and fatigue in composites - A personal account.*

Composites Science and Technology, Vol. 68, N° 13, 02663538 (ISSN), 2008, pp. 2585-2591.

**[Talreja, 2009] TALREJA R.**

*Defect damage mechanics: Broader strategy for performance evaluation of composites.*

Plastics, Rubber and Composites, Vol. 38, N° 2-4, 14658011 (ISSN), 2009, pp. 49-54.

**[Tang et al, 2003] TANG B. , NGAN A. H. W.**

*Accurate measurement of tip - Sample contact size during nanoindentation of viscoelastic materials.*

Journal of Materials Research, Vol. 18, N° 5, 08842914 (ISSN), 2003, pp. 1141-1148.

**[Tarnopol'skii et al, 1985] TARNOPOL'SKII Y. M. , KINCIS T. I.**

*Static test methods for composites.*

Van Nostrand Reinhold Co, 1985.

**[Thionnet et al, 2011] THIONNET A., BUNSELL A., CAMARA S. , ALLEN D. H.**

*Une méthode FE2 simplifiée appliquée à la modélisation de l'éclatement des réservoirs composites hautes pressions.*

JNC17, Poitiers, 2011, pp. 1-10.

**[Tsai, 1988] TSAI S. W.**

*Composites design.*

Think Composites, 1988.

**[Varna et al, 1995] VARNA J., JOFFE R., BERGLUND L. A. , LUNDSTRÖM T. S.**

*Effect of voids on failure mechanisms in RTM laminates.*

Composites Science and Technology, Vol. 53, N° 2, 02663538 (ISSN), 1995, pp. 241-249.

**[Walsh et al, 2008] WALSH E. J. , ADAMS D. O.**

*Development and evaluation of the quadrant ring test method.*

Experimental Mechanics, Vol. 48, N° 3, 00144851 (ISSN), 2008, pp. 319-326.

**[White et al, 1992] WHITE S. R. , HAHN H. T.**

*Process modeling of composite materials: Residual stress development during cure. Part I. Model formulation.*

Journal of Composite Materials, Vol. 26, N° 16, 00219983 (ISSN), 1992, pp. 2402-2422.

**[Wild et al, 1997] WILD P. M. , VICKERS G. W.**

*Analysis of filament-wound cylindrical shells under combined centrifugal, pressure and axial loading.*

Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 28, N° 1, 1359835X (ISSN), 1997, pp. 47-55.

**[Wu et al, 1998] WU Y., SHIVPURI R. , LEE L. J.**

*Effect of macro and micro voids on elastic properties of polymer composites.*

Journal of Reinforced Plastics and Composites, Vol. 17, N° 15, 07316844 (ISSN), 1998, pp. 1391-1402.

**[Xia et al, 2001] XIA M., TAKAYANAGI H. , KEMMOCHI K.**

*Analysis of multi-layered filament-wound composite pipes under internal pressure.*

Compos Struct, Vol. 53, N° 4, 2001, pp. 483-491.

**[Xu et al, 2009] XU P., ZHENG J. Y. , LIU P. F.**

*Finite element analysis of burst pressure of composite hydrogen storage vessels.*

Materials and Design, Vol. 30, N° 7, 02613069 (ISSN), 2009, pp. 2295-2301.

**[Yang et al, 1994] YANG H. , COLTON J. S.**

*Quantitative image processing analysis of composite materials.*

Polym Compos, Vol. 15, N° 1, 1994, pp. 46-54.

**[Yurgartis, 1995] YURGARTIS S. W.**

*Techniques for the quantification of composite mesostructure.*

Compos Sci Technol, Vol. 53, N° 2, 1995, pp. 145-154.

**[Zhang et al, 2008] ZHANG Y., XIA Z. , ELLYIN F.**

*Two-scale analysis of a filament-wound cylindrical structure and application of periodic boundary conditions.*

International Journal of Solids and Structures, Vol. 45, N° 20, 00207683 (ISSN), 2008, pp. 5322-5336.



## **Caractérisation des structures composites bobinées épaisses, application à l'étude du comportement de réservoirs de stockage d'hydrogène**

### Résumé :

Ce travail de thèse s'est déroulé dans le cadre du programme H<sub>2</sub>E (Horizon Hydrogène Énergie) piloté par Air Liquide et en partenariat industriel avec Composites Aquitaine. Le stockage d'hydrogène sous forme gazeuse impose que les réservoirs bobinés en composite carbone/époxy utilisés résistent à des pressions internes en service allant de 350 à 700bar.

L'état de l'art montre que le procédé d'enroulement filamentaire et son application à des épaisseurs de matériaux composites importantes peuvent générer des variations, dans l'épaisseur, des contraintes résiduelles d'origine thermique, de la teneur en fibres et en porosités et de l'épaisseur des couches. Ces hétérogénéités peuvent alors être à l'origine de modifications des propriétés mécaniques du composite. Notre travail s'est donc appuyé sur la caractérisation physico-chimique à l'échelle des constituants (mesure de températures, nano-indentation, analyse d'images et microtomographie) ainsi que la caractérisation mécanique à l'échelle de la couche de référence mais également à l'échelle de la structure (essais plans spécifiques sur éprouvettes bobinés et essais hors-plan).

Les hétérogénéités de la matière ainsi identifiées sur le réservoir ont été intégrées dans un modèle de calcul analytique permettant d'étudier leurs influences sur sa pression d'éclatement. La conception d'un essai de mise sous pression interne d'un anneau a par ailleurs permis de vérifier le comportement mécanique de la structure réelle.

### Summary:

This PhD work was conducted in the H<sub>2</sub>E (Horizon Hydrogen Energy) program coordinated by Air Liquide and with the industrial partnership of Composites Aquitaine. The hydrogen storage under gaseous form needs the filament-wound carbon/epoxy composite vessels used to resist to service pressures between 350 to 700bar.

The influences of the process and of the thickness of the structure on its mechanical behaviour were determined by precise bibliographic work and were supposed to generate thermal residual stresses and also to be responsible of variations in the thickness and fibre content of the plies. These heterogeneities could modify the mechanical properties of the composite material. Our work focuses, first of all, on the physical chemistry characterization at the constituents scale (temperature measurement, nano-indentation, image analysis and microtomography) and then on the mechanical characterization of the reference ply and also of the structure (dedicated tests on filament-wound samples and out-of-plane tests).

The material heterogeneities identified on the vessel were integrated in an analytical calculation model to study their influences on its burst pressure. The development of an internal pressure test allows us to verify the global mechanical behaviour of the real structure.