

Effet de la séquence d'empilement sur le comportement en fatigue thermomécanique de multicouches polymère/composite

Stacking sequence effect on polymer/composite multi-layers behaviour submitted to thermomechanical cyclic loadings

M. Bertin, D. Bertheau, F. Touchard et M.C. Lafarie-Frenot

Laboratoire de Mécanique et de Physique des Matériaux, ENSMA UMR CNRS 6617
1 Av Clément Ader, BP 40109, 86961 Futuroscope Chasseneuil CEDEX, France
e-mail : maxime.bertin@lmpm.ensma.fr, denis.bertheau@lmpm.ensma.fr, fabienne.touchard@lmpm.ensma.fr, marie-christine.lafarie@lmpm.ensma.fr

Résumé

Le remplissage rapide de réservoirs d'hydrogène à haute pression (700 bars) conduit à des contraintes thermomécaniques au sein de la structure. Des essais de traction quasistatique et de fatigue ont été réalisés sur différentes séquences d'empilement de multicouches polymère/composite ($[A_3B_2]_s$, $(A_2B_2A)_s$ et $[ABABA]_s$) ne différant que par l'épaisseur des couches constitutives. En fatigue, trois types d'essais ont été réalisés : essai de fatigue mécanique à 1 Hz, essai de fatigue mécanique avec maintien en charge (9 min par cycle) et essai de fatigue thermomécanique avec maintien. Un suivi de l'endommagement par émission acoustique ainsi que des observations microscopiques ont été effectués au cours des essais. Les résultats montrent un effet important de la séquence d'empilement, quel que soit le type d'essai : la présence de couches épaisses accélère la rupture du composite. Cet effet s'explique par un amorçage plus précoce ainsi qu'une croissance plus rapide des endommagements. De plus, les résultats en fatigue mettent en évidence l'influence de la durée du cycle et du couplage avec la température : la fatigue thermomécanique est plus néfaste que la fatigue mécanique avec maintien, qui est elle-même plus néfaste que la fatigue mécanique à 1 Hz.

Abstract

Fast fill of hydrogen pressure tank leads to thermomechanical stresses in vessel structure. Quasi-static tensile tests and fatigue tests have been realized on polymer/composite multilayers with three different stacking sequences of composite part ($[A_3B_2]_s$, $(A_2B_2A)_s$ and $[ABABA]_s$) which differ only by the thickness of the A and B layers. Three types of fatigue tests have been performed: 1 Hz mechanical fatigue, mechanical fatigue with a constant uploading stage (with a 9 min cycle) and thermomechanical fatigue. During fatigue tests, damage development has been followed by acoustic emission and microscopic observations. Results show that whatever the applied loading, there is a significant influence of stacking sequence of composite part: thick B layers accelerate composite failure. It's due to an earlier damage onset and a faster damage development. Moreover, results put in light the influence of the loading cycle duration and of the superposition of temperature cycle with mechanical cycle. It has been shown that thermomechanical fatigue is more harmful than mechanical fatigue with a constant uploading stage which is more harmful than 1 Hz mechanical fatigue.

Mots Clés : multicouche polymère/composite, fatigue thermomécanique, séquence d'empilement, émission acoustique, endommagements.

Keywords : polymer/composite material, thermomechanical fatigue, stacking sequence, acoustic emission, damage development.

1. Introduction.

1.1. Contexte de l'étude.

Cette étude expérimentale a été réalisée dans le cadre du programme de recherche « HYBOU » (ANR Pan'H 2005-2008) qui s'inscrit dans le contexte du développement de réservoirs d'hydrogène sous haute pression (700 bars), dits de type IV. Ces réservoirs sont constitués d'une coque composite à fibres de carbone et à matrice polymère garantissant l'intégrité de la structure et d'un liner polymère assurant leur

étanchéité. Le choix des matériaux constitutifs de ces réservoirs est un enjeu majeur pour l'amélioration de leur densité volumétrique en hydrogène [1].

Lors de la phase de remplissage rapide d'un réservoir, se produisent simultanément une augmentation de la pression du gaz, qui va entraîner une augmentation des contraintes dans la structure, et une augmentation de sa température, due à la fois à l'effet Joule-Thomson inverse lors de la détente de l'hydrogène à température ambiante puis à sa compression. Plusieurs auteurs ont étudié cette augmentation de température [2-4] montrant l'influence de différents paramètres comme la pression et la température initiales du gaz, la vitesse de remplissage, et la nature des matériaux constitutifs de la structure. Au cours d'un cycle de vie, le réservoir va subir de nombreux remplissages rapides qui vont donc engendrer une « fatigue thermomécanique » de l'assemblage liner polymère - coque composite. On peut trouver dans la littérature quelques études concernant le comportement de tubes composites bobinés soumis à une pression interne et à un gradient de température [5,6]. D'autres études ont montré que les cinétiques d'endommagement de stratifiés carbone/époxy étaient plus rapides en fatigue thermique qu'en fatigue mécanique à contrainte maximale identique [7]. Mais le comportement en fatigue thermomécanique de multicouches polymère/composite reste à explorer.

1.2. Objectifs.

Le but de cette étude est d'évaluer le comportement des matériaux constitutifs du réservoir lors d'une sollicitation de fatigue thermomécanique et de comprendre les mécanismes d'endommagement qu'engendre ce type de chargement.

Différentes séquences d'empilement du composite dans le multicouche ont été étudiées. Elles ne diffèrent que par l'épaisseur relative des différentes couches constitutives. Dans la littérature, des études ont montré l'influence de la séquence d'empilement en fatigue mécanique sur le développement de l'endommagement par fissuration matricielle au sein de couches à 90° d'épaisseurs différentes, les couches épaisses conduisant à un endommagement plus rapide [8-10]. Il a été également montré que le développement de l'endommagement dans les stratifiés peut être suivi grâce à la technique d'émission acoustique [11].

Dans cette étude, des multicouches polymère/composite avec différentes séquences d'empilement ont été testés en traction quasistatique et en fatigue. Au cours des essais, les endommagements ont été suivis par émission acoustique et observations microscopiques. Trois types d'essais de fatigue ont été étudiés : mécanique - avec deux types de cycles de chargement - et thermomécanique.

2. Matériaux de l'étude.

Les matériaux du multicouche polymère/composite étudié correspondent aux matériaux constitutifs des réservoirs à hydrogène de type IV. Les plaques nous ont été fournies par le CEA Le Ripault. La partie composite du multicouche est un stratifié carbone/époxy. Son épaisseur totale est de 6 mm. Ce stratifié a été élaboré à partir de plis réalisés par enroulement filamentaire, sur un support possédant un grand diamètre, puis redressés afin de les rendre plans. La partie polymère correspondant au liner du réservoir est collée sur la partie centrale du composite. Elle a une épaisseur de 8 mm et une longueur 80 mm. La géométrie des échantillons testés est présentée figure 1. Les éprouvettes ont une partie utile de 130 mm avec 50 mm de chaque côté afin d'assurer le serrage dans les mors.

Trois types de séquence d'empilement de la partie composite du multicouche ont été testés dans cette étude. Ces drapages sont constitués d'un empilement de couches A de type $(+\theta_1/-\theta_1)$ avec $15^\circ < \theta_1 < 35^\circ$ et de couches B de type $(+\theta_2/-\theta_2)$ avec $75^\circ < \theta_2 < 90^\circ$. Les trois séquences d'empilement étudiées sont : $[A_3B_2]_s$, $[A_2B_2A]_s$ et $[ABABA]_s$. Elles contiennent toutes autant de couches A et B, et ne diffèrent que par l'épaisseur des groupements de couches A et de couches B.

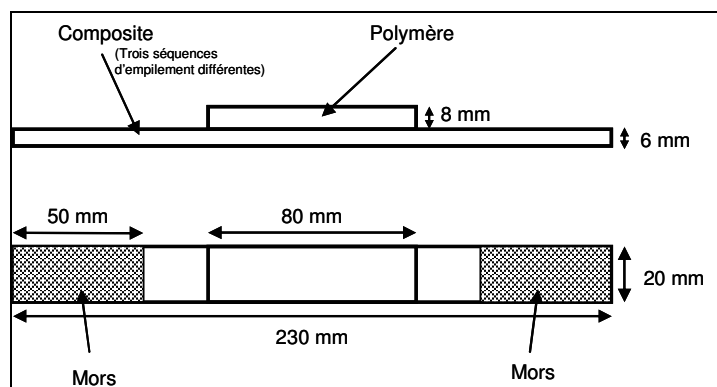


Fig. 1. Géométrie des éprouvettes testées

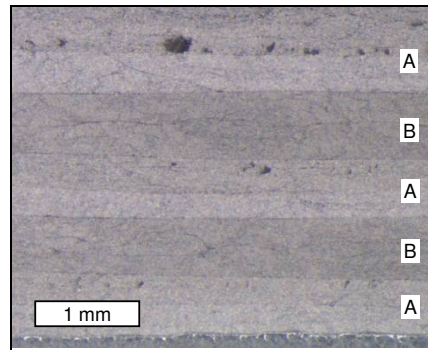


Fig. 2. Drapage [ABABA]_s vierge

A titre d'exemple, la figure 2 montre une micrographie du drapage [ABABA]_s avant sollicitation, sur laquelle on peut voir l'alternance des différentes couches A et B.

3. Le banc de fatigue thermomécanique.

Afin de simuler le remplissage rapide d'un réservoir à 700 bars d'hydrogène, un banc original de fatigue thermomécanique a été développé au laboratoire. Il permet de s'approcher des conditions réelles de remplissage en reproduisant de façon cyclique une augmentation simultanée des contraintes et de la température dans le multicouche.

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

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

Les deux parties (mécanique et thermique) du banc d'essai sont asservies afin d'assurer leur synchronisation. La partie thermique du banc est déclenchée par la partie mécanique à partir d'un niveau seuil de contrainte appliqué sur l'échantillon. Un schéma du dispositif expérimental est présenté sur la figure 3.

Un suivi des essais par émission acoustique a été effectué à l'aide de deux capteurs de type résonant (PAC micro-80) de diamètre 10mm. Ils présentent une sensibilité importante entre 100kHz et 1MHz ainsi qu'un pic de résonance aux alentours de 300kHz. Les capteurs sont maintenus sur l'éprouvette par pression avec une pince. Le couplage entre l'éprouvette et les capteurs est assuré par un gel silicone. Pour le suivi, les deux capteurs sont positionnés sur la face composite à la limite de la zone où il y a du liner polymère comme présenté sur la figure 3. L'acquisition se fait via le logiciel d'Europhysical Acoustic fourni avec la carte d'acquisition.

Des observations microscopiques ont également été réalisées à différents stades des essais de fatigue. Ces observations ont été effectuées sur une tranche des échantillons multicouches, préalablement polie au micron.

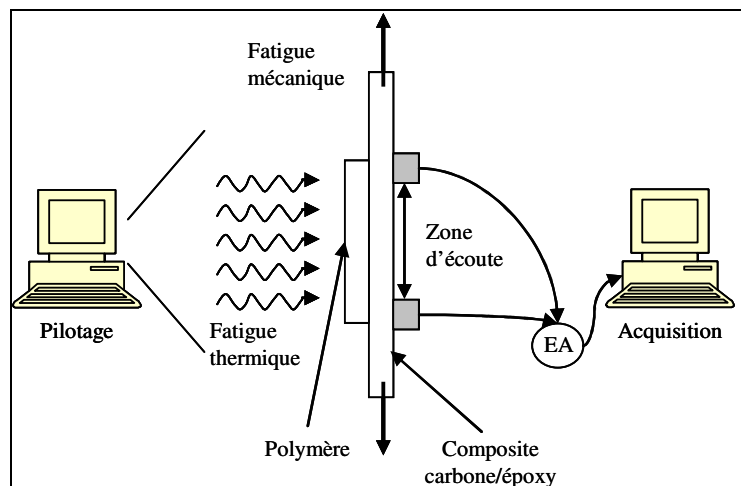


Fig. 3. Schéma du banc de fatigue thermomécanique instrumenté.

4. Comportement mécanique et thermomécanique.

Afin de comprendre le comportement mécanique et thermomécanique du multicouche étudié, différents types de sollicitation ont été testés. Des essais de traction quasistatique ont été effectués afin de connaître le comportement jusqu'à rupture du multicouche. Des essais de fatigue mécanique et thermomécanique ont ensuite été réalisés sur les trois types de drapage.

4.1. Essais de traction quasistatique.

Les essais de traction quasistatique ont été réalisés sur les trois multicouches avec une vitesse de déplacement de la traverse de 0,5 mm/s. La contrainte a été calculée comme étant le rapport entre la force appliquée à l'échantillon et la section de la partie composite de l'échantillon. La déformation a été calculée à partir du déplacement de la traverse. Les courbes contraintes – déformation sont représentées sur la figure 4, les grandeurs sont normées par rapport aux valeurs obtenues pour le drapage $[ABABA]_s$.

La figure 4 montre que, pour les faibles niveaux de contrainte, les trois séquences d'empilement ont un même comportement élastique linéaire. Ensuite, les courbes se séparent. Plus les couches A et B sont épaisses, plus la perte de linéarité est précoce et accentuée. Pour la séquence d'empilement $[ABABA]_s$, il a été vérifié par émission acoustique que le premier événement détecté correspond à la perte de linéarité de la courbe contrainte - déformation correspondante. On peut donc associer la perte de linéarité des courbes sur la figure 4 à l'apparition de l'endommagement dans la partie composite. Cela montre que plus les couches A et B sont épaisses, plus l'endommagement apparaît tôt. Les trois séquences d'empilement ont été menées à rupture. Les valeurs des contraintes à rupture normées par les valeurs obtenues pour le drapage $[ABABA]_s$ sont récapitulées dans le tableau 1. Le tableau 1 montre que lorsque l'épaisseur des couches A et B augmente, la valeur de la contrainte à rupture du multicouche polymère/composite diminue.

L'ensemble de ces résultats montre que l'alternance des couches A et B conduit à de meilleures performances mécaniques du multicouche en traction quasistatique.

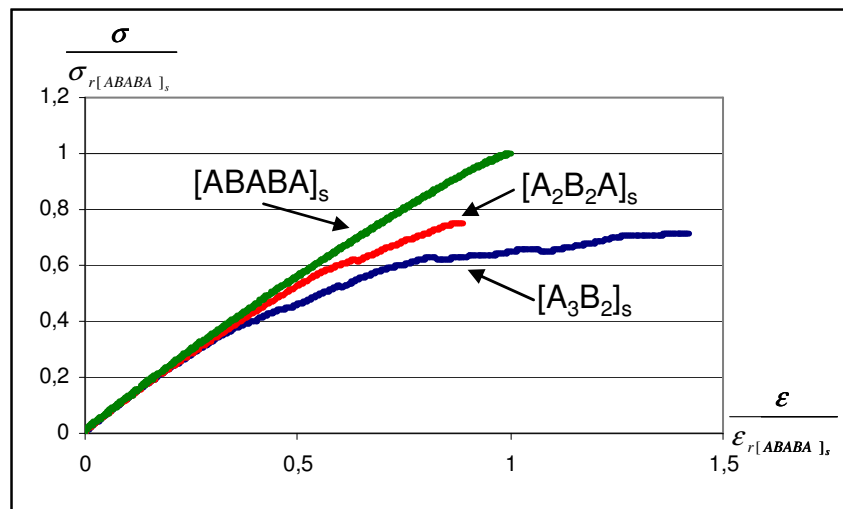


Fig. 4. Courbes contraintes « normées » – déformation des essais de traction quasistatique à rupture sur les multicouches polymère/composite avec trois drapages différents.

	$[A_3B_2]_s$	$[A_2B_2A]_s$	$[ABABA]_s$
Traction quasistatique	72%	75%	100%
Fatigue mécanique à 1 Hz	17,2%	55,8%	100%
Fatigue mécanique avec maintien	1,19%	>1,31%	non testé
Fatigue thermomécanique	0,27%	0,41%	>1,44%

Tab. 1. Contraintes et cycles à rupture « normés » respectivement par rapport à la contrainte à rupture en traction quasistatique du drapage $[ABABA]_s$ et au nombre de cycles à rupture en fatigue mécanique à 1 Hz du drapage $[ABABA]_s$ des multicouches polymère/composite avec les trois séquences d'empilement et pour les différents types d'essais.

4.2. Essais de fatigue.

Différents essais de fatigue ont été réalisés sur les multicouches avec les trois séquences d'empilement.

Tout d'abord, des essais de fatigue mécanique à un 1 Hz ont été effectués. Le cycle de charge appliqué (figure 5a) est un cycle triangulaire allant d'une charge nulle à une contrainte égale à 46% de la contrainte à rupture du multicouche $[ABABA]_s$ obtenue en traction quasistatique (notée σ_{fat} dans la suite).

Des essais de fatigue mécanique avec maintien à la charge maximale ont également été réalisés. Le cycle de charge appliqué (figure 5b) est un cycle trapézoïdal. Il est composé d'une montée en charge jusqu'à σ_{fat} puis d'un maintien à contrainte constante d'une durée de 6 minutes et enfin d'un retour à zéro. La fréquence de ces essais est donc de $1,9 \cdot 10^{-3}$ Hz. La comparaison entre les essais de fatigue mécanique avec maintien et ceux de fatigue mécanique à 1 Hz permet en particulier de montrer l'influence de la fréquence sur le comportement des multicouches.

Enfin, des essais de fatigue thermomécanique ont été effectués en appliquant simultanément un cycle de température et un cycle de charge (figure 5c) grâce au banc développé au laboratoire. Le cycle de température a été défini de manière à avoir une augmentation de température correspondant au remplissage rapide du réservoir puis à un refroidissement régulé en température jusqu'à la température ambiante. Le cycle de charge appliqué correspond à une augmentation de contrainte dans le composite pendant le temps correspondant à la durée du remplissage rapide jusqu'à σ_{fat} . La charge est ensuite maintenue constante pendant la durée du refroidissement (c'est-à-dire 6 min) avant le retour à la charge nulle. Le cycle de charge appliqué en fatigue thermomécanique correspond à celui des essais de fatigue mécanique avec maintien. Ainsi, la comparaison entre les essais de fatigue thermomécanique et ceux de fatigue mécanique avec maintien permet de montrer l'influence de la température sur le comportement des multicouches.

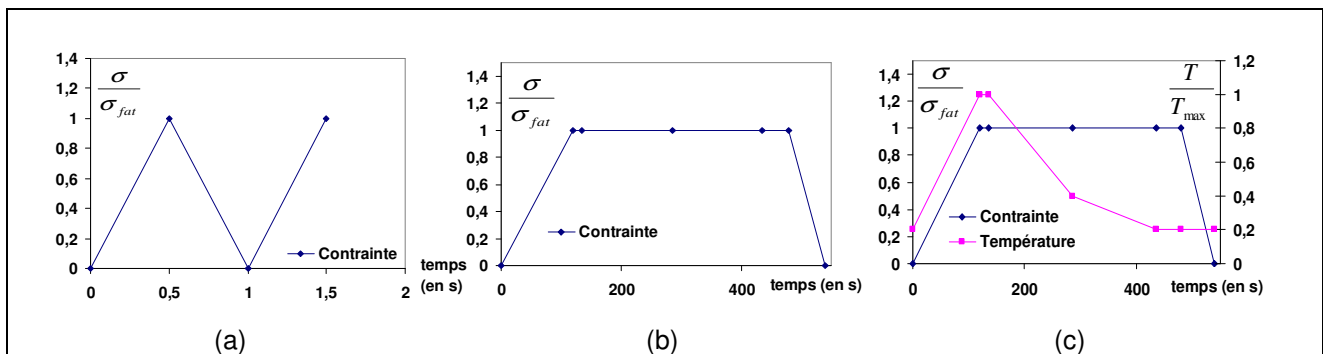


Fig. 5. (a) Cycle de fatigue mécanique à 1 Hz (b) cycle de fatigue mécanique avec maintien (c) cycle de fatigue thermomécanique

4.2.1. Fatigue mécanique à 1Hz

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

Dans le cas des drapages $[ABABA]_s$ et $[A_2B_2A]_s$, des fissures matricielles traversant l'épaisseur des couches B de part en part ont été observées (figure 6a). L'observation fine de ces fissures (figure 6b) montre des empreintes de fibres le long des lèvres de la fissure, témoins de décohésions fibres/matrice. Le nombre de fissures observées dans le multicouche avec le drapage $[A_2B_2A]_s$ est supérieur à celui observé dans le multicouche avec le drapage $[ABABA]_s$ où les couches sont alternées.

Dans le cas du drapage $[A_3B_2]_s$ où les couches B sont toutes groupées au coeur de l'éprouvette, les endommagements observés sont différents. Les observations montrent non pas des fissures traversant l'épaisseur des couches B de part en part mais des fissures linéaires par morceaux, dans toutes les directions au sein des couches B. Des ramifications entre les différentes fissures donnent un aspect morcelé à la couche centrale du composite (figure 6c). De plus, des délaminages entre les couches A et B ont été observés dans le prolongement de ces fissures.

Les observations microscopiques de la tranche des multicouches réalisées au cours des essais de fatigue mécanique à 1Hz, montrent donc une influence marquée de la séquence d'empilement, les drapages étant d'autant plus endommagés que les couches B sont épaisses. Le drapage $[A_3B_2]_s$ présente même des endommagements différents de ceux observés dans les drapages $[A_2B_2A]_s$ et $[ABABA]_s$.

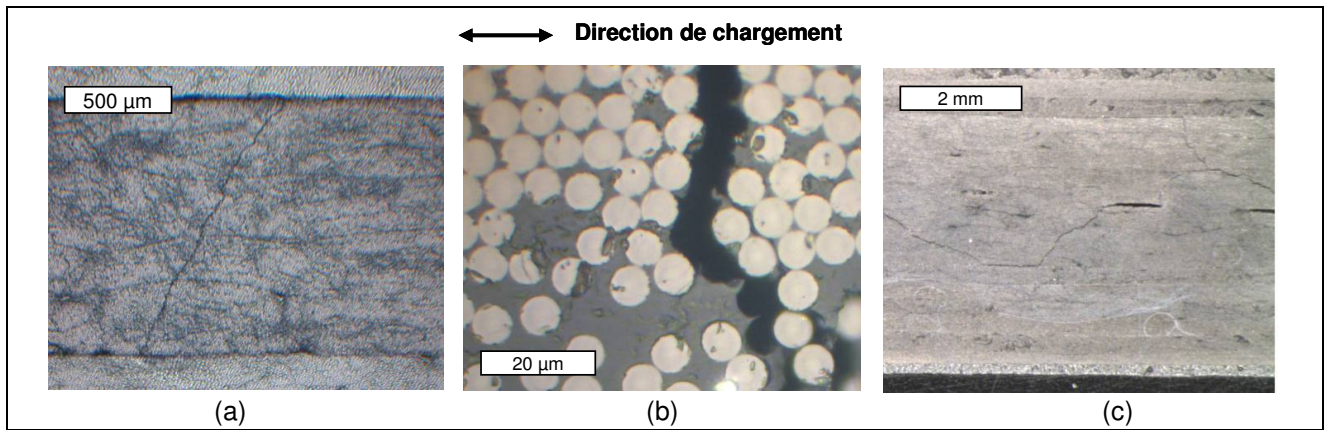


Fig. 6. Observations microscopiques pour une sollicitation en fatigue mécanique à 1 Hz (a) d'une fissure matricielle traversant la couche B dans son épaisseur observée après 400 cycles sur le drapage $[A_2B_2A]_s$, (b) d'une fissure matricielle et de décohésions fibres/matrice observées après 15000 cycles sur le drapage $[ABABA]_s$ et (c) de l'aspect morcelé de la couche centrale B observé après 400 cycles sur le drapage $[A_3B_2]_s$.

Les essais de fatigue mécanique à 1 Hz ont également été suivis par émission acoustique pour les trois drapages. Sur la figure 7, sont représentées les évolutions du nombre cumulé d'événements d'émission acoustique en fonction du nombre de cycles de fatigue pour les multicouches avec les trois séquences d'empilement. Cette figure présente les résultats jusqu'à 400 cycles de fatigue pour les trois drapages, les échantillons ont rompu ultérieurement.

On peut voir sur cette figure que l'activité acoustique démarre dès le premier cycle pour le drapage $[A_3B_2]_s$ alors qu'elle ne commence qu'à partir de 150 cycles pour $[A_2B_2A]_s$ et qu'il n'y a pas d'activité acoustique pour $[ABABA]_s$ au cours des 400 premiers cycles. Ce qui est en accord avec les observations microscopiques effectuées sur la tranche des échantillons. De plus, la figure 7 montre qu'après 400 cycles, plus les couches B sont épaisses, plus le nombre d'événements détectés est important. Ces résultats d'émission acoustique montrent que plus les couches B sont épaisses dans le composite du multicouche, plus l'apparition des endommagements est précoce et plus leur vitesse de développement est élevée.

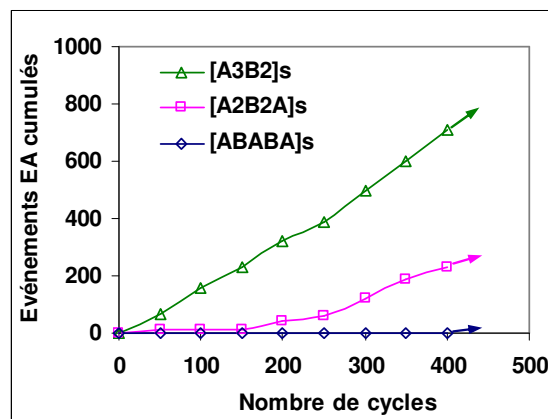


Fig. 7. Nombre cumulé d'évènements d'émission acoustique détectés dans la zone d'écoute en fatigue mécanique à 1 Hz sur les multicouches avec les trois drapages.

Ces endommagements vont conduire à des nombres de cycles à rupture différents pour les trois drapages. Les valeurs des nombres de cycles à rupture en fatigue mécanique à 1 Hz, normées par rapport au nombre de cycles à rupture en fatigue mécanique à 1 Hz du multicouche avec le drapage $[ABABA]_s$, sont récapitulées dans le tableau 1. On retrouve une très forte influence de la séquence d'empilement du composite sur la durée de vie multicouche : l'augmentation de l'épaisseur des couches B conduit à la diminution du nombre de cycles à rupture.

4.2.2. Fatigue mécanique avec maintien en charge.

Les multicouches avec les drapages $[A_3B_2]_s$ et $[A_2B_2A]_s$ ont également été sollicités en fatigue mécanique avec maintien, correspondant à une fréquence de $1,9 \cdot 10^{-3}$ Hz (figure 5b).

Au cours de ces essais, des observations microscopiques sur la tranche des éprouvettes ont été réalisées après 100 et 200 cycles pour les deux drapages $[A_3B_2]_s$ et $[A_2B_2A]_s$ et également après 400 cycles

pour le drapage $[A_2B_2A]_s$. Comme en fatigue mécanique à 1Hz, dans tous les échantillons, les seuls endommagements observés se trouvent dans les couches B.

Les mêmes types d'endommagement sont présents : des fissures traversant l'épaisseur des couches B dans le cas du drapage $[A_2B_2A]_s$ et une couche centrale B morcelée dans le cas du drapage $[A_3B_2]_s$, avec des délaminages dans le prolongement des fissures entre les couches A et B (figure8).

Dans le cas du drapage $[A_2B_2A]_s$, le nombre de fissures observées dans les couches B progresse de 33 pour 100 cycles, à 46 pour 200 cycles, puis 57 pour 400 cycles. L'ouverture de ces fissures évolue également (respectivement 8 μ m, 9 μ m et 11 μ m pour les différents stades d'observation pour l'une d'entre elles). A 400 cycles, il y a apparition des délaminages, ouverts seulement de quelques micromètres entre les couches A et B.

Dans le cas du drapage $[A_3B_2]_s$, les observations microscopiques effectuées à 100 et 200 cycles montrent une couche centrale B de plus en plus morcelée. De plus, des délaminages entre les plis A et B ont été observés dès le 100^{ème} cycle avec une ouverture passant par exemple de 65 μ m à 100 μ m pour un de ces délaminages entre le 100^{ème} et le 200^{ème} cycle.

Les observations réalisées en fatigue mécanique avec maintien sur les drapages $[A_3B_2]_s$ et $[A_2B_2A]_s$ présentent donc les mêmes tendances qu'en fatigue mécanique à 1Hz : les mêmes types d'endommagement ont été observés et le drapage $[A_3B_2]_s$ est plus endommagé que le drapage $[A_2B_2A]_s$. Cependant, les essais de fatigue mécanique avec maintien montrent que pour un même nombre de cycles, les deux drapages $[A_3B_2]_s$ et $[A_2B_2A]_s$ présentent des couches B plus endommagées qu'en fatigue mécanique à 1Hz. Ces résultats mettent en évidence un effet néfaste du maintien de charge sur l'endommagement de la partie composite du multicouches.

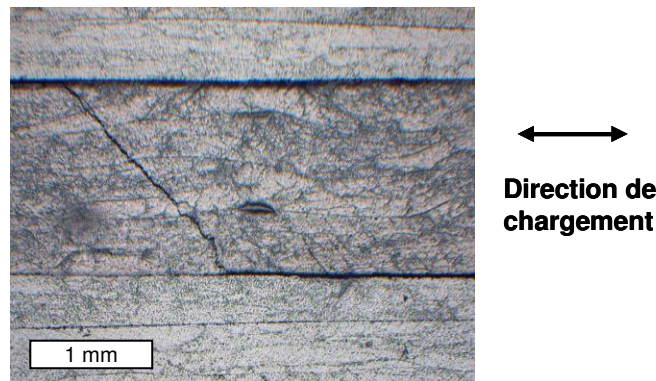


Fig. 8. Fissure matricielle traversant la couche B dans son épaisseur et délaminages partant des extrémités de la fissure observés après 400 cycles sur le multicouche avec le drapage $[A_2B_2A]_s$ sollicité en fatigue mécanique avec maintien.

Les suivis par émission acoustique enregistrés lors des essais de fatigue mécanique avec maintien sur les multicouches avec les drapages $[A_3B_2]_s$ et $[A_2B_2A]_s$ sont représentés sur la figure9.

On peut voir sur cette figure que l'activité acoustique démarre dès le premier cycle pour le drapage $[A_3B_2]_s$ alors qu'elle ne commence qu'à partir de 150 cycles pour $[A_2B_2A]_s$.

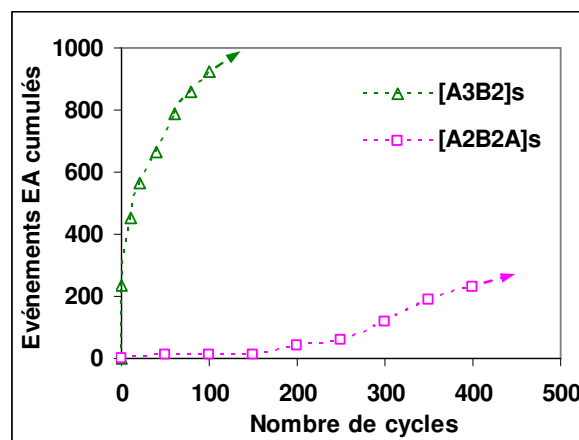


Fig. 9. Nombre cumulé d'événements d'émission acoustique détectés dans la zone d'écoute en fatigue mécanique avec maintien sur les multicouches avec les drapages $[A_3B_2]_s$ et $[A_2B_2A]_s$.

De plus, on peut également noter que plus les couches B sont épaisses, plus le nombre d'événements détectés augmente rapidement. Ces résultats vont dans le même sens que ceux observés en fatigue mécanique à 1 Hz.

Les nombres de cycles à rupture en fatigue mécanique avec maintien pour les drapages $[A_3B_2]_s$ et $[A_2B_2A]_s$, normés par rapport au nombre de cycle à rupture en fatigue mécanique à 1 Hz du multicouche avec le drapage $[ABABA]_s$, sont indiqués dans le tableau 1. Les résultats obtenus montrent, comme pour les essais de fatigue mécanique à 1 Hz, une influence de la séquence d'empilement : plus les couches B sont épaisses, plus le nombre de cycles à rupture est faible. De plus, on constate que les nombres de cycles à rupture sont plus faibles en fatigue mécanique avec maintien qu'en fatigue mécanique à 1 Hz mettant ainsi en évidence l'influence du maintien à la charge maximale et de la durée du cycle sur le comportement en fatigue mécanique des différents drapages. Cette influence est probablement à relier au comportement visqueux, et donc dépendant du temps, de la matrice polymère de ces composites.

4.2.3. Fatigue thermomécanique

Enfin, pour simuler les conditions de remplissage rapide des réservoirs d'hydrogène, des essais de fatigue thermomécanique ont également été réalisés sur les multicouches avec les trois séquences d'empilement.

Des observations microscopiques sur la tranche des éprouvettes ont été réalisées au cours du premier cycle pour le drapage $[A_3B_2]_s$ et après 400 cycles pour les drapages $[A_2B_2A]_s$ et $[ABABA]_s$.

On retrouve les mêmes types d'endommagements qu'en fatigue purement mécanique : des fissures traversant l'épaisseur des couches B dans le cas des drapages $[ABABA]_s$ et $[A_2B_2A]_s$ et une couche centrale B morcelée dans le cas du drapage $[A_3B_2]_s$, ainsi que des délaminages entre les couches A et B pour les drapages $[A_3B_2]_s$ et $[A_2B_2A]_s$.

Seules quelques fissures dans les couches fines B ont été observées dans le drapage $[ABABA]_s$.

Pour le drapage $[A_2B_2A]_s$, les fissures observées dans les couches B après 400 cycles sont plus ouvertes que dans le cas de la fatigue mécanique avec maintien : de l'ordre de 20 μm en fatigue thermomécanique pour environ 10 μm en fatigue mécanique avec maintien. En fatigue thermomécanique, un délaminage important est présent entre les plis A et B sous la zone où le liner polymère est collé. Il est plus ouvert au centre de l'éprouvette avec une ouverture allant jusqu'à 150 μm .

Le drapage $[A_3B_2]_s$ présente le même type d'endommagement qu'en fatigue mécanique. Les plis de la couche B sont morcelés avec des fissures multidirectionnelles et ramifiées (figure 10). Il est à noter que ces observations ont été réalisées après un seul cycle de fatigue ce qui montre que, dans ce cas, les couches B présentent des endommagements très développés dès le début de l'essai.

Ces observations montrent à nouveau une forte influence de la séquence d'empilement, mais également que les essais de fatigue thermomécanique sont plus néfastes en terme d'amorçage d'endommagement et de vitesse de développement d'endommagement que les essais de fatigue purement mécanique.

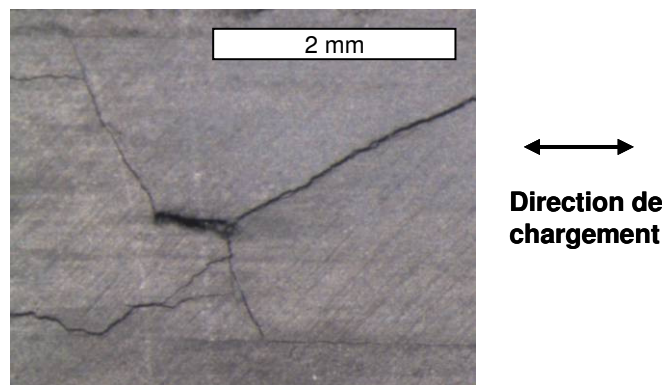


Fig. 10. Aspect morcelé de la couche centrale B observé après un cycle sur le drapage $[A_3B_2]_s$ sollicité en fatigue thermomécanique.

Les essais en fatigue thermomécanique ont également été suivis par émission acoustique pour les trois drapages. Sur la figure 11, sont représentées les évolutions du nombre cumulé d'événements d'émission acoustique en fonction du nombre de cycles de fatigue. Les enregistrements pour les drapages $[A_2B_2A]_s$ et $[ABABA]_s$ sont présentés jusqu'à 400 cycles. Le drapage $[A_3B_2]_s$ n'a été suivi qu'au cours du premier cycle : 54 événements d'émission acoustique ont été détectés.

La figure 11 montre que l'activité acoustique démarre dès le premier cycle pour le drapage $[A_3B_2]_s$ alors qu'elle ne commence qu'à partir de 100 cycles pour $[A_2B_2A]_s$ et qu'il n'y a pas d'activité acoustique pour $[ABABA]_s$ au cours des 400 premiers cycles.

De plus, on note qu'après 400 cycles, plus les couches B sont épaisses, plus le nombre d'événements détectés est important. On observe également sur cette figure et pour le drapage $[A_2B_2A]_s$, une augmentation brutale du nombre d'événements suivie d'une sorte de « palier ». Ce type de comportement n'a été observé qu'en fatigue thermomécanique sur ce drapage.

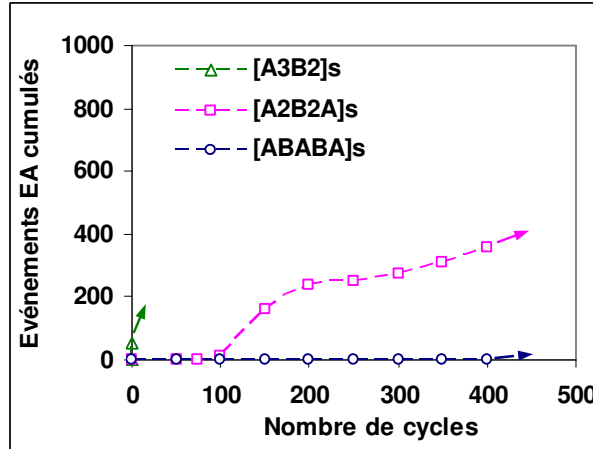


Fig. 8. Nombre cumulé d'évènements d'émission acoustique détectés dans la zone d'écoute en fatigue thermomécanique sur les multicouches avec les drapages $[A_2B_2A]_s$ et $[ABABA]_s$.

Le tableau 1 qui récapitule les nombres de cycles à rupture montre pour les essais de fatigue thermomécanique comme pour les essais de fatigue mécanique une forte influence de la séquence d'empilement : plus les couches B sont épaisses et plus faible est le nombre de cycles à rupture. De plus, la comparaison des résultats obtenus en fatigue thermomécanique avec ceux obtenus en fatigue mécanique avec maintien montre la forte influence de la température : le nombre de cycles à rupture chute en fatigue thermomécanique. Pour évaluer l'importance du cycle de température, des tests de fatigue purement thermique, avec un cycle correspondant à celui décrit sur la figure 5c, ont été également réalisés sur le drapage $[A_2B_2A]_s$. Après 200 cycles, aucun endommagement n'a été observé ni aucun écho d'émission acoustique enregistré. Cela démontre qu'il s'agit bien du couplage mécanique/thermique qui modifie fortement le comportement en fatigue des multicouches, et non le seul facteur 'température'.

4.2.4. Influence du type d'essai de fatigue imposé

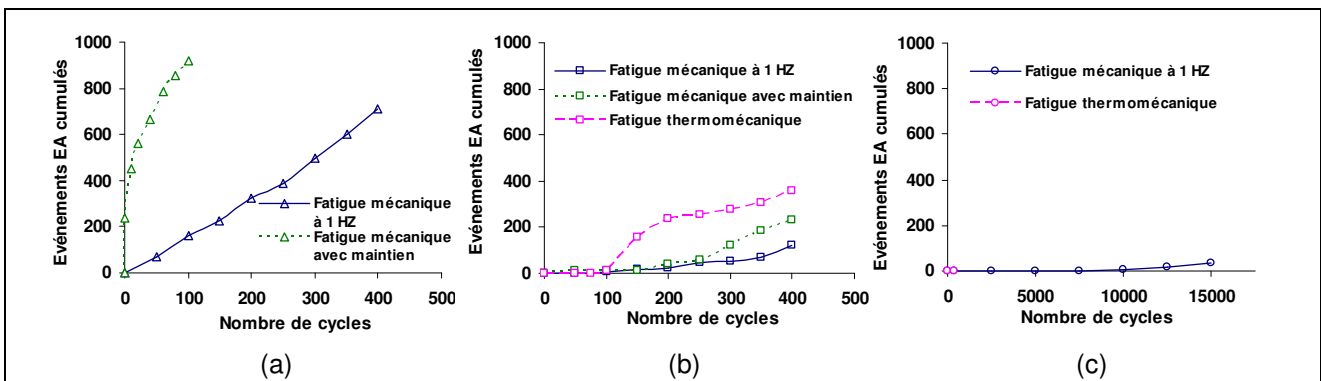


Fig. 9. Nombre cumulé d'évènements d'émission acoustique détectés dans la zone d'écoute sur les multicouches pour les différents types d'essais de fatigue (a) avec le drapage $[A_3B_2]_s$, (b) avec le drapage $[A_2B_2A]_s$ et (c) avec le drapage $[ABABA]_s$.

La figure 12 représente l'évolution de l'activité acoustique pour chaque séquence d'empilement testée : elle permet de comparer les différents types de fatigue appliqués. On retrouve le fait que, quelle que soit la séquence d'empilement du multicouche, la fatigue thermomécanique est plus néfaste que la fatigue mécanique avec maintien, qui est elle-même plus néfaste que la fatigue mécanique à 1 Hz. Par exemple, pour le multicouche avec le drapage $[A_2B_2A]_s$, on voit sur la figure 12b que le nombre cumulé d'événements d'émission acoustique après 400 cycles est de 360 pour la fatigue thermomécanique, de 232 pour la fatigue mécanique avec maintien et de 120 pour la fatigue mécanique à 1 Hz. Il y a donc un fort effet de la fréquence d'essai ainsi qu'un rôle important du couplage thermique/mécanique sur le comportement en fatigue des multicouches.

hal-00387462, version 1 - 25 May 2009

5. Conclusion

Cette étude a permis de mettre en évidence une forte influence de la séquence d'empilement de la partie composite sur le comportement en traction quasistatique et en fatigue (mécanique – sans ou avec maintien en charge – et thermomécanique) de multicouches polymère/composite. Les caractéristiques à rupture ainsi que les suivis par émission acoustique et les observations microscopiques montrent que l'alternance des plis d'orientations différentes est bénéfique pour la durée de vie des multicouches, et ce quel que soit le type de sollicitation.

De plus, la comparaison des résultats des essais de fatigue mécanique souligne l'influence d'un maintien à la charge maximale et de la durée du cycle sur le comportement du multicouche. Ce phénomène est à rapprocher du comportement visqueux, et donc dépendant du temps, de la matrice polymère du composite.

Enfin, la comparaison des résultats des essais de fatigue identiques avec ou sans cyclage thermique montre l'effet néfaste du couplage mécanique/thermique sur le comportement du multicouche. La superposition d'un cycle de température au cycle de charge accélère l'apparition et la croissance des endommagements dans le composite et fait chuter la durée de vie du multicouche, quelle que soit la séquence d'empilement.

Remerciements

Nous exprimons nos remerciements aux partenaires du projet 'Hybou' ainsi qu'à l'ANR (réseau Pan'H) pour son soutien financier.

Références

- [1] Takeichi N. et al, "Hybrid hydrogen storage vessel", a novel high-pressure hydrogen storage vessel combined with hydrogen storage material. *International Journal of Hydrogen Energy*, Vol. 28, Issue 10, pp. 1121-1129, 2003.
- [2] William E. Liss et al. Development and Validation Testing of Hydrogen Fast-Fill Fueling Algorithms. <http://www.media.godashboard.com>. 2004.
- [3] Dicken C. J. B. et al, Measured effects of filling time and initial mass on the temperature distribution within a hydrogen cylinder during refuelling. *Journal of Power Sources*, Vol.165, Issue 1, pp. 324-336, 2007.
- [4] Barral Katia et al, Thermal effects of fast filling hydrogen compression in refueling stations. *Proceedings of 15th World Hydrogen Energy Conference*, Yokohama (Japan), June 2004.
- [5] Bakaiyan H. et al, Analysis of multi-layered filament-wound composite pipes under combined internal pressure and thermomechanical loading with thermal variations. *Composite Structures*, Vol. 88, Issue 4, pp.532-541, 2009.
- [6] Xia M. et al, Analysis of filament-wound fiber-reinforced sandwich pipe under combined internal pressure and thermomechanical loading. *Composite Structures*, Vol.51, Issue 3, pp.273-283, 2001.
- [7] Henaff-Gardin C. et al, Specificity of matrix cracking development in CFRP laminates under mechanical or thermal loadings. *2nd International Conference on Fatigue of Composites*, Williamsburg (Virginia), 2001.
- [8] Henaff-Gardin C. et al, Influence of the Stacking Sequence on Fatigue Transverse Ply Cracking in Cross-Ply Laminates. *Damage Detection in Composite Materials*, American society for testing and materials, Philadelphia, pp. 236-255, 1992.
- [9] Kumazawa H. et al, Influence of stacking sequence on leakage characteristics through CFRP composite laminates, *Composites Science and Technology*, Vol. 66, Issue 13, pp. 2107-2115, 2006.
- [10] Ogihara S. et al, Effects of stacking sequence on microscopic fatigue damage development in quasi-isotropic CFRP laminates with interlaminar-toughened layers. *Composites Science and Technology*, Vol. 59, Issue 9, pp. 1387-1398, 1999.
- [11] Hugué S. et al, Utilisation de l'émission acoustique et application d'une carte de Kohonen pour l'identification des mécanismes d'endommagements au sein d'un composite. *Comptes rendus des douzièmes journées nationales sur les composites*, Vol. 1, pp.521-530, 2000.