



**HAL**  
open science

# Caractérisation et prédiction du réseau de fissures dans les composites stratifiés - Application aux réservoirs de lanceurs spatiaux sans liner

Hortense Laeuffer, Jean-Christophe Wahl, Nicolas Perry, Christophe Bois

## ► To cite this version:

Hortense Laeuffer, Jean-Christophe Wahl, Nicolas Perry, Christophe Bois. Caractérisation et prédiction du réseau de fissures dans les composites stratifiés - Application aux réservoirs de lanceurs spatiaux sans liner. Journées Nationales sur les Composites 2017, École des Ponts ParisTech (ENPC), Jun 2017, 77455 Champs-sur-Marne, France. hal-01621549

**HAL Id: hal-01621549**

**<https://hal.science/hal-01621549v1>**

Submitted on 23 Oct 2017

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

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

## Caractérisation et prédiction du réseau de fissures dans les composites stratifiés - Application aux réservoirs de lanceurs spatiaux sans liner

### *Characterisation and prediction of crack network in laminated composites – Application to linerless vessels for launch vehicles*

Hortense Laeuffer<sup>1,2</sup>, Jean-Christophe Wahl<sup>1,3</sup>, Nicolas Perry<sup>1,4</sup>, Christophe Bois<sup>1,3</sup>

1 : Institut de Mécanique et d'Ingénierie, CNRS, 15 rue Naudet CS10207, F-33175 Gradignan, France

2 : CNES, 52 rue Jacques Hillairet 75612 Paris, France

3 : Université de Bordeaux, F-33400 Talence, France

4 : Arts et Metiers ParisTech, Esplanade des Arts et Metiers, 33405 Talence, France

e-mail : hortense.laeuffer@u-bordeaux.fr, jean-christophe.wahl@u-bordeaux.fr, nicolas.perry@ensam.eu, christophe.bois@u-bordeaux.fr

### Résumé

La conception de réservoirs composites sans liner pour les lanceurs spatiaux nécessite d'étudier la relation endommagement perméabilité dans les stratifiés pour proposer des solutions répondant à la fois aux critères fonctionnels de résistance et de taux de fuite. Dans cet article des procédures expérimentales spécifiques s'appuyant sur des observations par microscopie optique et par microtomographie sous chargement de traction sont proposées pour caractériser les interactions et l'agencement entre les endommagements des différents plis en termes de seuil de fissuration, de longueur et de position relative des fissures mésoscopiques. Les résultats obtenus pour différents stratifiés carbone époxy mis en œuvre par placement de fibres automatisé sont présentés et des pistes de réflexion pour le développement d'un méso-modèle de prédiction des densités de points de fuite sont posées.

### Abstract

The design of composite pressure vessels for spatial launchers requires studying the relation between damage and permeability in laminates in order to offer solutions which fulfil strength and leak rate requirements. In this paper several experimental methods based on optical microscopy and micro-tomography observations under tensile loading are proposed. These methods aim at evaluating the damage interaction and pattern of different plies in terms of cracking threshold, cracks length and relative location. The results obtained for several carbon epoxy laminates manufactured by Automated Fibre Placement (AFP) are presented and key issues for developing a damage meso-model dedicated to the prediction of leak path density are established.

**Mots Clés :** endommagement, fissure transverse, perméabilité, microtomographie, micrographie optique

**Keywords:** damage, transverse crack, permeability, microtomography, optical micrography

## 1. Introduction

Ce travail s'intéresse aux réservoirs d'ergols (Oxygène liquide, Hydrogène liquide, Méthane liquide) et aux sphères de pressurisation (Hélium) nécessaires au fonctionnement des moteurs d'engins spatiaux. Ces réservoirs peuvent avoir des dimensions très variées (0,3m à 6m de diamètre), supporter des pressions internes de quelques bars à plus de 100bar et parfois reprendre les chargements généraux d'un lanceur en plus de la pression interne appliquée. Suivant le fluide stocké, les matériaux peuvent subir des chargements thermomécaniques importants. Ces exigences multiples font que les alliages légers restent très compétitifs pour ce type de structure. Le choix d'utiliser un matériau composite est souvent piloté à la fois par ses propriétés spécifiques mais également son cout de fabrication. Aujourd'hui, le choix d'un matériau composite implique l'utilisation d'un liner pour assurer l'étanchéité. Ce liner, en titane ou en polymère, peut pénaliser fortement la masse et le cout de fabrication de la pièce. Le développement de reservoirs composites sans liner est donc un enjeu majeur pour l'amélioration des performances des lanceurs spatiaux.

Les travaux présentés dans cet article visent donc à proposer des solutions de réservoir composite sans liner. Pour cela la paroi composite doit assurer le niveau de perméabilité requis. Or, comme représenté sur la Figure 1, les composites stratifiés sont sujets à des endommagements matriciels (fissures transverses et délaminages) à des niveaux de charge généralement bien inférieurs à leur niveau de rupture qui est piloté essentiellement par la résistance des fibres. Ces endommagements

coalescent pour former des points de fuite [1], [2]. La création et la coalescence des fissures sont pilotées par plusieurs paramètres de conception :

- Les propriétés du matériau et en particulier de la matrice et des interfaces
- L'épaisseur du stratifié (qui pilotera la masse de la structure)
- L'orientation des plis
- Les épaisseurs des plis (qui piloteront les seuils et la cinétique de fissuration [3], [4])

Ainsi la conception d'un réservoir sans liner consiste à optimiser vis-à-vis de la masse et du coût un empilement constitué de plis de différentes épaisseurs et orientations. Pour réaliser cette optimisation, le concepteur doit disposer d'un modèle de prédiction fiable à l'échelle du pli. Le développement de cet outil est l'objectif de ces travaux de recherche.

Un certain nombre de travaux expérimentaux ont permis de mettre en évidence les mécanismes d'endommagement et leurs cinétiques dans les composites stratifiés [3], [5]. Ces travaux visent essentiellement à construire et à identifier des méso-modèles de prévision des pertes de raideur. Pour des raisons de simplicité, ces modèles négligent les interactions entre les endommagements intra-laminaires. Les travaux expérimentaux se concentrent donc essentiellement sur la création et le développement des endommagements dans un pli sans s'intéresser aux interactions et à l'agencement entre les endommagements des différents plis. Remarquons, comme nous le verrons dans la Section *Résultats*, que l'effet de ces interactions s'estompe dès lors que les densités d'endommagement deviennent importantes. L'influence de ces interactions est donc minime sur les prévisions de pertes de raideur, justifiant les hypothèses de modélisation couramment faites. Cependant, pour la prédiction de la perméabilité et donc la caractérisation des chemins de fuite, les informations sur les interactions et à l'agencement entre les endommagements des différents plis en termes de seuil de fissuration, de longueur et de position relative des fissures sont cruciales. Ainsi, dans le cadre de cette étude, nous avons mis en place des méthodes expérimentales spécifiques qui sont décrites dans la section *Méthodes expérimentales*. Les résultats sont ensuite présentés et les pistes de réflexion pour le développement d'un méso-modèle de prédiction des densités de points de fuite sont posées.

## 2. Méthodes expérimentales

### 2.1. Matériau et procédé de fabrication

Les éprouvettes étudiées ont été fabriquées par placement de fibre automatisé (AFP pour Automated Fiber Placement). Ce procédé est de plus en plus utilisé, en particulier dans l'aéronautique où il est apprécié pour la précision du placement et de l'orientation des fibres, et pour la liberté qu'il donne sur ces deux points. Il permet ainsi de réaliser des formes plus variées que l'enroulement filamentaire et d'intégrer des fonctionnalités par des ajouts ponctuels de matière, ou encore de concevoir des structures à rigidité variable en déposant les fibres selon un chemin curviligne optimisé (on parle de fiber-steering ou tow-steering) [6], [7]. Les autres points forts de ce procédé sont la possibilité de réaliser de grandes pièces (fuselage d'avion, pale d'éolienne...) et la bonne reproductibilité des pièces. Pour une revue détaillée de ce procédé et de ses enjeux techniques, on peut se reporter à la référence [8].

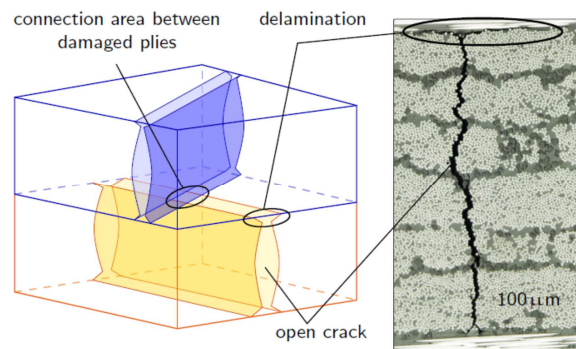


Figure 1: Processus d'endommagement et de création de points de fuite dans un composite stratifié [2]

Une machine de fabrication par placement de fibres automatisé est constituée d'un bras robotisé, équipé d'une tête de placement qui dépose les fibres sur un support de drapage pour construire les plis successifs. Les fibres sont conditionnées en mèches de pré-imprégné de largeur usuelle allant du pouce au quart de pouce (1/4" équivaut à 6.35mm). Plusieurs mèches ou rubans peuvent être déposés simultanément, formant une seule bande. Les mèches sont chauffées avant la dépose afin de rendre la résine collante, puis compactées par la tête robotisée pour la faire adhérer au support ou aux plis déjà drapés. Le compactage permet aussi d'évacuer l'essentiel des bulles d'air emprisonnées sous la bande [9].

Ainsi, contrairement au cas de l'enroulement filamentaire, dans lequel les fibres sont piégées dans une position dépendante de la tension de la mèche et de l'état de surface de la couche précédente, la position et l'orientation des mèches sont contrôlées avec précision par la tête de dépose. Lorsque tous les plis ont été déposés, l'ensemble moule et stratifié est couvert d'une bâche à vide et cuit en autoclave pour polymériser la résine dans le cas d'une résine thermodurcissable, ou consolider la structure dans le cas d'une résine thermoplastique.

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

Le matériau utilisé pour l'étude de l'endommagement est un pré-imprégné M21/T700 conditionné en bandes de 6.5 mm de large pour le placement de fibres. L'épaisseur d'une couche élémentaire est de 0.26 mm. Plusieurs couches d'une même orientation peuvent être superposées pour obtenir un pli plus épais.

## 2.2. Microscopie optique sous chargement de traction

L'évolution de l'endommagement peut être observée au microscope optique sur des éprouvettes de traction dont la tranche a été préalablement polie [2], [5]. Les observations micrographiques se font dans le plan  $xz$  de l'éprouvette comme représenté en Figure 2(a). Le dispositif présenté en Figure 2(b) permet de déplacer le microscope afin d'observer toute la surface de la tranche. Ainsi, les fissures transverses et le micro-délaminage en pointe de fissure peuvent être évalués pour plusieurs niveaux de chargement. La particularité des essais réalisés ici est que l'observation est possible sur toute la longueur de l'éprouvette (jusqu'à 150 mm) ce qui permet d'évaluer les effets statistiques liés aux variabilités du matériau.

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

Chaque éprouvette est équipée d'une jauge de déformation dans le sens longitudinal et ensuite sollicitée en traction à une vitesse de déplacement de la traverse de 0.1mm/min, jusqu'à atteindre une déformation maximale  $\varepsilon_{\max}$ , ce qui génère l'apparition ou la propagation des endommagements. La déformation est alors réduite puis maintenue à 80% de sa valeur maximale, afin de limiter les effets liés aux phénomènes visqueux pendant l'observation et éviter que l'endommagement n'évolue au cours d'un palier de chargement. Les phénomènes visqueux peuvent en effet générer de l'endommagement, et les maîtriser en attendant la stabilisation augmenterait considérablement la durée de l'essai. L'éprouvette est alors inspectée sur toute sa longueur. Les images permettent de mesurer le nombre, la position et la longueur des fissures transverses et du micro-délaminage en pointe de fissure. À la fin de l'inspection, le niveau de chargement est augmenté jusqu'à une nouvelle déformation maximale afin de caractériser la cinétique d'endommagement.

### 2.3. Observations micrographiques après abrasions successives

Afin d'évaluer l'influence des effets de bord et d'obtenir des informations sur l'agencement des fissures, l'observation sous charge de la surface de l'éprouvette est combinée à des coupes micrographiques : après chargement, la tranche de l'éprouvette est soumise à un cycle d'abrasion puis polissage afin d'enlever une couche de surface selon la direction indiquée en Figure 2(a). L'épaisseur enlevée est évaluée en mesurant la largeur d'éprouvette restante au micromètre. Après abrasion, un polissage de finition permet d'observer l'état d'endommagement à cœur à condition que le processus d'abrasion ne le modifie pas. L'éprouvette est replacée dans la machine de traction et chargée à un niveau inférieur à la déformation maximale pour ouvrir les fissures et les rendre plus visibles tout en évitant de propager les endommagements. Les observations réalisées montrent que l'étape d'abrasion ne génère pas de nouvelle fissure.

Pour chaque stratification et chargement, en abrasant suffisamment de matière on obtient ainsi un état d'endommagement représentatif du cœur du matériau, et donc indépendant des effets de bords. Cette démarche répétée pour des déformations maximales croissantes permet également d'obtenir les lois d'évolution des endommagements dans le volume du stratifié. En plus de l'affranchissement des effets de bords, la mise en œuvre de coupes micrographiques fines est aussi un moyen d'étudier l'agencement des fissures en trois dimensions.

### 2.4. Microtomographie par rayon X sous chargement de traction

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

Afin de maintenir les fissures ouvertes pendant l'observation, un dispositif de traction intégrable au microtomographe *Phoenix VTOME/SX, GE*, a été mis au point. Ce dispositif est présenté dans le tomographe en Figure 2(c). Il est constitué de deux mors placés dans des tubes en alliage d'aluminium. Le mors du haut est mobile verticalement, sa position dans le tube est pilotée par l'écrou de serrage, tandis que le mors du bas est fixe verticalement mais libre en rotation. Un tube en PMMA, transparent aux rayons-X, est positionné entre les deux bases en alliage d'aluminium. Le déplacement du mors mobile vers le haut engendre un effort de traction dans l'éprouvette et de compression dans le tube en PMMA. La progressivité du chargement est assurée par une série de rondelles élastiques. Pour ne pas engendrer de torsion dans l'éprouvette, l'écrou est serré en ne tenant le montage que par sa partie haute, les pièces du bas étant libres de tourner. L'éprouvette est équipée d'une jauge, et un boîtier autonome permet de mesurer la déformation tout au long de la mise en traction ainsi que pendant l'observation.

Le dispositif permet de réaliser des observations sous charge avec une taille de voxel descendant jusqu'à  $5\mu\text{m}$  et en appliquant jusqu'à 12kN à une éprouvette de longueur comprise entre 200 et 250mm et de largeur maximale 25mm. Pour les stratifications étudiées comprenant deux plis à  $0^\circ$  et en gardant des largeurs d'éprouvette supérieures à 10mm, la déformation maximale qui peut être appliquée est de 0.9% environ.

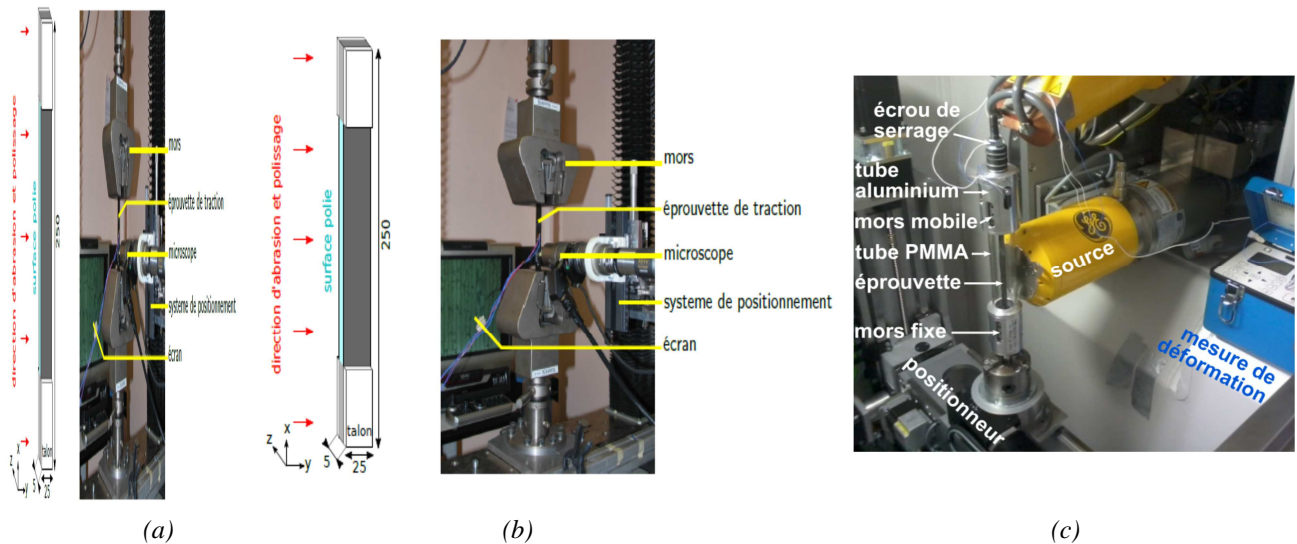


Figure 2 : (a) dimensions des éprouvettes, (b) dispositif d'observation sur la tranche polie d'une éprouvette sous chargement de traction, (c) dispositif d'observation sous charge installé dans le tomographe

### 3. Résultats

#### 3.1. Etude des effets de bord

Des observations micrographiques après abrasions successives ont été réalisées sur des éprouvettes de stratifications  $[0_2/90_n/0_2]$  et  $[+45/-45]_{2s}$ . La zone observée est d'environ 50mm de long. La Figure 3 représente une fissure transverse et le micro-délaminage en pointe de fissure d'abord à la surface initiale de l'éprouvette, puis après avoir enlevé  $15\mu\text{m}$  d'épaisseur. À  $15\mu\text{m}$  de la surface initiale, il ne subsiste aucun micro-délaminage visible. La Figure 4(a) montre l'évolution du taux de micro-délaminage en fonction de la profondeur de coupe pour les trois épaisseurs  $h$  du pli à  $90^\circ$  testées dans les stratifiés  $[0_2/90_n/0_2]$ . Quelle que soit l'épaisseur du pli transverse, la longueur de micro-délaminage tend rapidement vers 0. Par ailleurs, les coupes micrographiques ont été poursuivies afin de vérifier si les fissures transverses sont présentes loin du bord. Le taux de fissuration en fonction de la profondeur de la coupe est représenté en Figure 4(b). Les fissures transverses sont continues pour les plis transverses double et triple, tandis que pour les plis simples le nombre de fissure transverse diminue de 10 à 15% entre la surface initiale et le cœur du stratifié. Les résultats obtenus pour les différentes stratifications croisées sont cohérents puisque que les effets de bords sont relativement faibles pour ce type d'empilement.

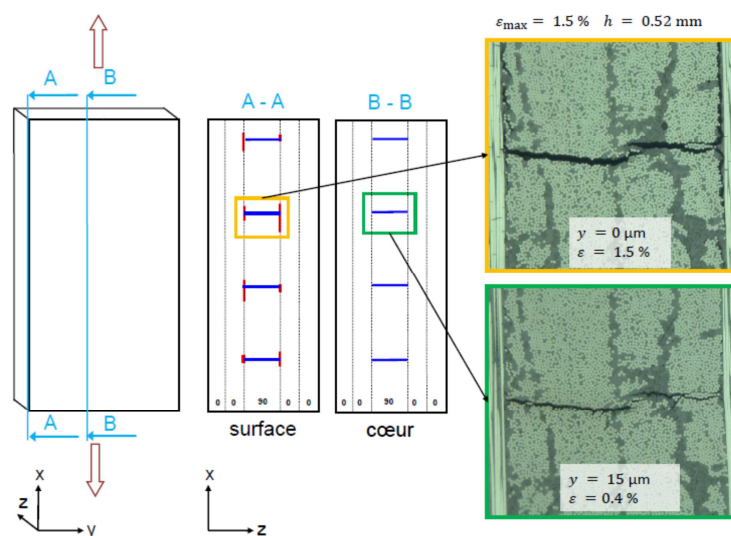


Figure 3 : Observations en surface et à cœur : schéma des sections observées et micrographies à la surface initiale ( $y = 0\mu\text{m}$ ) et après abrasion ( $y = 15\mu\text{m}$ ), stratification :  $[0_2/90_2/0_2]$

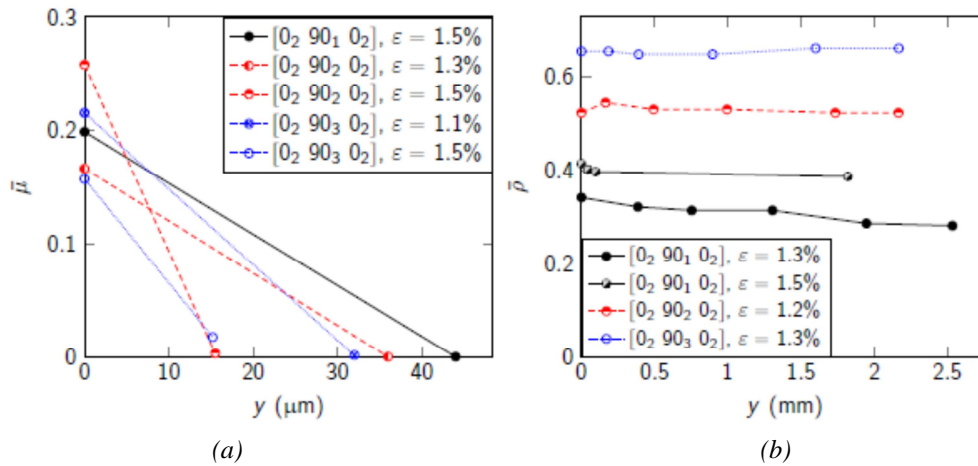


Figure 4 : Taux d'endommagement en fonction de la distance  $y$  de la coupe par rapport à la surface initiale, stratifications :  $[0_2/90_n/0_2]$  avec  $n = 1; 2; 3$ , (a) taux de micro-délaminage  $\bar{\mu}$ , (b) taux de fissures transverses  $\bar{\rho}$

Le stratifié  $[+45/-45]_{2s}$  a été sollicité en traction à des déformations en cisaillement allant jusqu'à  $\varepsilon_{12} = 4\%$ . Pour la déformation la plus élevée, après avoir enlevé une épaisseur selon  $y$  de 1.5mm, seules quelques fissures transverses persistent dans le pli central (d'épaisseur double) et dans les plis extérieurs, dont les seuils de fissuration sont *a priori* plus faibles. Plus profondément, à 3 mm de la surface initiale, il ne reste plus aucune fissure. Ces résultats montrent qu'un chargement en cisaillement ne génère ni fissure transverse ni micro-délaminage en dehors des zones soumises aux effets de bord. Ce phénomène, ainsi que l'absence de micro-délaminage en pointe de fissure dans le cas des stratifications  $[0_2/90_n/0_2]$ , peuvent être liés à l'utilisation d'une matrice renforcée de nodules thermoplastiques (M21). Pour un autre matériau, i.e. avec une matrice plus fragile, les méso-endommagements diminueraient en s'éloignant des bords, mais persisteraient probablement en profondeur. Bien qu'aucun endommagement ne soit observable par microscopie optique, la stratification  $[+45/-45]_{2s}$  subit des déformations irréversibles et une perte de raideur dus à de l'endommagement diffus à l'échelle microscopique. Quoi qu'il en soit, si le cisaillement seul ne génère pas de fissure transverse dans ce matériau, il est probable qu'il participe à la fissuration transverse lorsqu'il est associé à un chargement de traction dans la direction transverse.

### 3.2. Évolution de la densité d'endommagement : effets statistiques

L'évolution de la densité de fissures est observée selon le protocole défini en Section 2.2 pour les stratifiés  $[0_2/90_n/0_2]$  avec  $n = 1$  et 3. Le micro-délaminage à la surface de ces éprouvettes n'existant que sur le bord, il n'est donc pas mesuré. La Figure 5 montre la position des fissures pour une éprouvette  $[0_2/90_1/0_2]$  pour plusieurs niveaux de chargement. On observe une dispersion de la distance moyenne entre deux fissures adjacentes. Il en résulte que la densité de fissures dépendra de la taille et de la position de la zone d'observation. La densité de fissures adimensionnée  $\bar{\rho}$  correspondant à chaque chargement est tracée en Figure 6(a) pour les 90mm observés ainsi que pour chacun des tiers de la longueur observée considérés séparément. Cette figure montre l'intérêt d'observer une surface suffisamment grande, et donc représentative. En fonction de la zone d'observation, le seuil d'initiation ainsi que la cinétique de la fissuration transverse peuvent fortement varier pour les taux de fissuration faibles. La courbe obtenue pour toute la longueur de l'éprouvette montre l'existence d'une première phase où la densité de fissures augmente lentement. Si la longueur d'observation est inférieure, l'échantillonnage moins large ne permet pas de bien capter cette phase. Ce démarrage progressif de l'endommagement est vraisemblablement dû à la présence de défauts qui pilotent l'apparition des premières fissures. L'effet de ces défauts sur la création des fissures s'atténue quand le taux de fissuration devient élevé. L'évolution des densités de fissures en fonction de la déformation pour les deux épaisseurs de pli sont tracées en Figure 6(b). Pour chacune des éprouvettes testées, la phase préliminaire du scénario d'endommagement, avec une évolution progressive des densités de fissures, est bien visible, de même qu'une seconde phase durant laquelle la fissuration s'accélère avant la saturation de l'endommagement. Le seuil

d'endommagement augmente lorsque l'épaisseur du pli transverse diminue, ce qui est cohérent avec la littérature et le double critère d'initiation en résistance et en énergie [3]–[5], [10].

Notons que la phase préliminaire d'endommagement progressif est peu étudiée dans la littérature en raison du faible effet des premières fissures sur les propriétés mécaniques des structures, mais la prise en compte de cette phase dans la modélisation est fondamentale pour prédire l'apparition de fuites dans un réservoir composite sans liner.

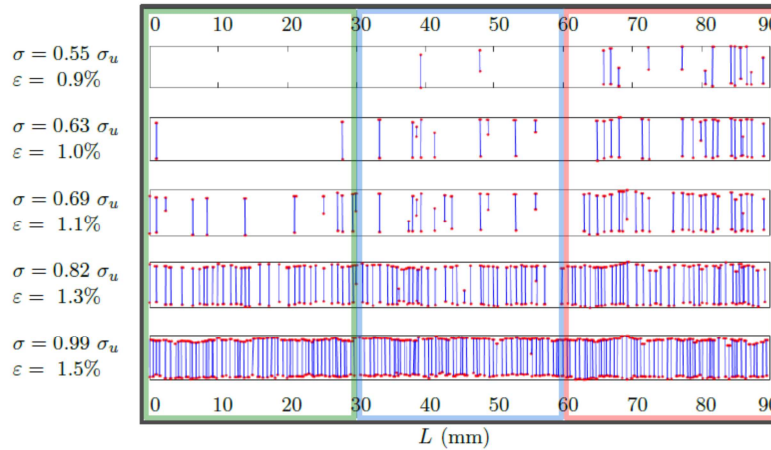


Figure 5 : Position des fissures observées sur le bord d'un stratifié  $[0_2/90_1/0_2]$  pour cinq niveaux de chargement

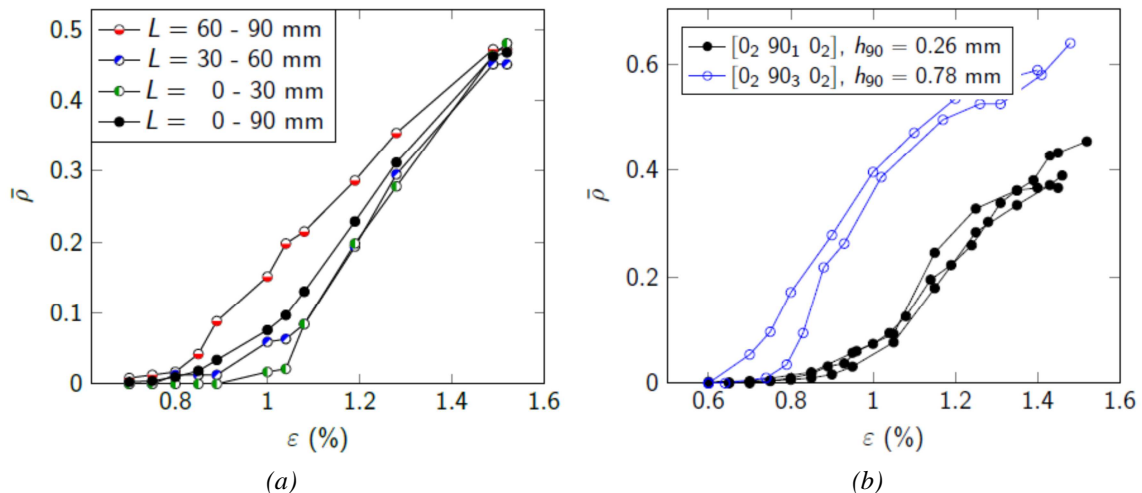


Figure 6 : Évolution de la densité de fissures  $\bar{\rho}$  pour un stratifié  $[0_2/90_n/0_2]$ , (a) sur la longueur totale observée de 90mm et sur 3 zones de 30mm pour  $n = 1$ , (b) sur la longueur totale observée de 90mm pour  $n = 1$  et 3

### 3.3. Morphologie d'un réseau de fissures

Comme évoqué dans l'introduction, l'analyse de l'agencement des fissures entre les plis est fondamentale pour la prévision des points de fuite. Cette analyse nécessite d'observer le réseau de fissures au cœur d'un stratifié comportant plusieurs plis susceptibles de se fissurer. Pour cela nous nous sommes appuyés sur deux techniques expérimentales complémentaires : l'observation micrographique après abrasions successives et la microtomographie par rayon X sous chargement de traction détaillées respectivement dans les Sections 2.3 et 2.4. Ces deux techniques ont été appliquées à des éprouvettes de stratification  $[0/+67.5/-67.5]_s$ , dans laquelle des fissures transverses peuvent se développer dans trois plis consécutifs. L'intérêt de cette stratification est que le seuil d'endommagement des plis à  $+67.5$  est différent de celui du pli à  $-67.5$  qui est d'épaisseur double. Ce dernier s'endommage donc avant les deux autres.

Les observations micrographiques après abrasions successives sont réalisées en utilisant un repère sur la tranche de l'éprouvette ainsi que les motifs des zones riches en matrice et en nodules thermoplastiques pour positionner les images des différentes coupes les unes par rapport aux autres et accéder ainsi à une description discrète mais en trois dimensions du réseau. Cependant, de



nombreuses itérations sont nécessaires pour décrire le réseau précisément, et l'exécution du protocole ainsi que l'exploitation des résultats sont fastidieuses. De plus, en raison du caractère destructif de cette méthode, elle ne permet pas d'étudier l'évolution d'un même réseau de fissures pour différents niveaux de chargement. Il s'agit néanmoins d'un outil précis et fiable qui permet de préparer et de valider les observations réalisées par rayons X, mais aussi d'obtenir certaines informations très fines difficilement accessibles par rayons X comme la forme des fissures, leur ouverture et la morphologie des connexions (voir Section 3.4).

Les micrographies réalisées montrent que les fissures transverses apparaissent simultanément dans les trois plis. En surface ou à cœur à partir des coupes micrographiques, on observe qu'à chaque fissure dans le pli double correspondent une ou plusieurs fissures dans chacun des plis simples, ces dernières pouvant être alignées ou décalées. L'apparition simultanée et groupée des fissures dans des plis d'épaisseurs différentes signifie que la position et le seuil d'apparition des fissures dans les plis simples sont modifiés et pilotés par l'apparition de fissures dans le pli double adjacent. Il y a donc une interaction entre la cinétique d'endommagement d'un pli et l'état d'endommagement des plis adjacents. Les reconstructions en trois dimensions de réseaux de fissures obtenues par microtomographie, dont un exemple est présenté en Figure 7, montrent que les fissures du pli central et double à  $-67.5^\circ$  traversent toute l'éprouvette, tandis que dans les plis simples à  $+67.5^\circ$ , les fissures sont courtes - c'est à dire d'une longueur dans le plan de stratification de l'ordre de l'épaisseur du pli, et connectées aux fissures du pli central. Ces observations confirment et précisent les observations réalisées par coupes micrographiques.

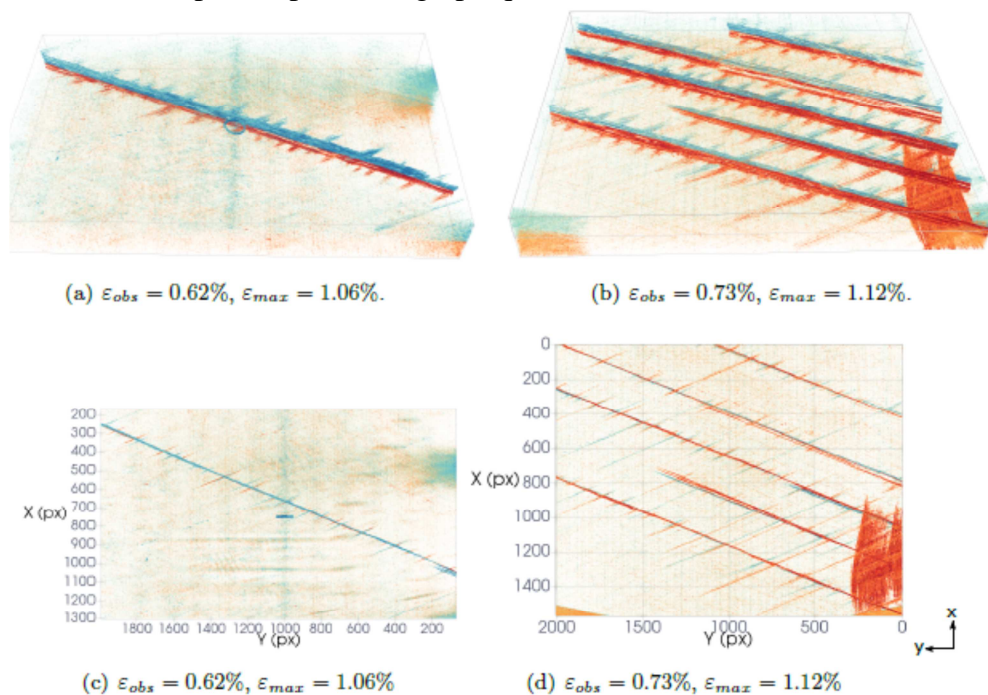


Figure 7 : Reconstruction 3D par seuillage d'un réseau de fissures pour deux déformations maximales, deux couleurs sont attribuées aux fissures pour différencier les deux interfaces

Pour caractériser l'évolution d'un réseau de fissures en fonction du niveau de chargement, les mêmes zones d'une éprouvette sont observées pour plusieurs paliers de chargement entre lesquels l'éprouvette est placée dans le dispositif d'observation tomographique sous charge. Ceci implique de pouvoir retrouver la zone observée à l'aide de points de repères qui peuvent être des traces de colle, des mines de crayon collées, ou même une jauge (la qualité de l'image sera moindre à cause de la forte absorption des rayons X par les éléments métalliques de la jauge, mais l'observation reste possible). La Figure 7 illustre les réseaux obtenus pour deux chargements. À partir des volumes reconstruits, on peut observer l'éprouvette dans le plan  $xy$  pour compter les connexions en séparant les différentes interfaces entre les plis. Pour le premier chargement, les fissures des plis simples sont courtes, mais pour le deuxième chargement, on remarque que ces fissures se propagent

sur plusieurs épaisseurs du pli et qu'elles peuvent croiser plusieurs fissures du pli central à  $-67.5^\circ$ . Le contraste de densité entre les fissures des plis simples et le composite est plus faible que pour les autres fissures : leur ouverture est à la limite de la visibilité pour cette résolution. Afin de quantifier les connexions de fissures aux interfaces, les images de tomographie permettent d'isoler chacune des deux interfaces.

### 3.4. Morphologie des connexions

Les coupes micrographiques très resserrées confirment les observations par tomographie, mais elles permettent aussi d'observer précisément la morphologie des connexions. Notamment, elles révèlent que du micro-délaminage en pointe de fissure se développe aux intersections, sur des longueurs allant jusqu'à  $50\mu\text{m}$ , agrandissant la taille des connexions entre les fissures. Un exemple est donné en Figure 8 sur l'interface de gauche. Toutefois, la morphologie des connexions peut être plus complexe et constituée de fissures courtes plus ou moins inclinées et dont la connexion n'est pas facile à établir comme on le voit sur l'interface de droite sur la Figure 8.

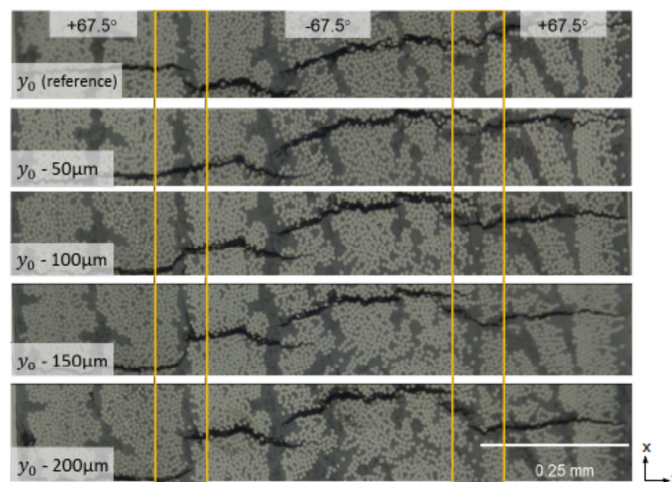


Figure 8 : Intersection de fissures dans les trois plis centraux d'un stratifié  $[0/+67.5/-67.5]_s$  pour différentes profondeurs  $y$ , les deux interfaces sont encadrées en jaune.

## 4. Synthèse et pistes de réflexion pour le développement d'un méso-modèle de prédiction

Pour répondre à l'objectif qui est d'optimiser une structure en jouant sur les angles et les épaisseurs de plis de la stratification, il est logique d'opter pour le développement d'un méso-modèle où les densités d'endommagements et de connexions sont représentées en moyenne ou de manière homogénéisée.

Les résultats des différentes caractérisations mettent en évidence un certain nombre de phénomènes qui doivent être pris en compte dans la construction du méso-modèle de prédiction des densités de points de fuite et dans son identification :

1. Les effets de bord modifient les densités d'endommagement et notamment les micro-délaminages.
2. Les variabilités du matériau engendrent une distribution non-homogène des fissures transverses augmentant la taille minimale de la zone à observer ( $\sim 100\text{mm}$  pour le matériau testé) pour obtenir des évolutions représentant correctement la première phase progressive d'endommagement.
3. Le seuil de fissuration est réduit en présence de fissures dans les plis adjacents.
4. Les fissures se créent préférentiellement au droit des fissures existantes dans les plis adjacents, facilitant les connexions.
5. La longueur moyenne des fissures des plis adjacents aux plis déjà endommagés évolue énormément au cours du chargement ce qui pilote l'agencement des fissures et donc la densité des connexions.
6. La morphologie des connexions peut être complexe et variable rendant sa représentation géométrique difficile.

Le point 3 exige d'intégrer un couplage entre l'endommagement des différents plis. Les points 4 et 5 montrent que la densité de fissures (défini comme le ratio entre surface fissurée et le volume observé) n'est pas une grandeur suffisante pour décrire la densité de points de connexion : de nombreuses fissures courtes créées au droit des fissures existantes engendrent une densité de connexions importante alors que la densité de fissures moyenne est faible. Le point 6 justifie le développement de montage de mesure de la perméabilité pour obtenir des informations moyennes sur le débits d'écoulement associés à un certain nombre de points de fuite [11]. Enfin, les points 1 et 2 montrent la nécessité de combiner différentes méthodes de caractérisation pour aboutir à une analyse fine et quasi-exhaustive. Par ailleurs, l'obtention de données expérimentales suffisantes pour identifier un modèle complet semble difficile car cela nécessiterait de réaliser des mesures tomographiques en augmentant la taille des zones observées, en multipliant les stratifications testées et les niveaux de chargement. Une solution serait de réaliser des essais numériques intégrant les processus d'endommagement pertinents. Les observations serviraient alors à recalibrer et à valider les simulations.

## 5. Conclusion

L'étude de la relation entre endommagement et perméabilité dans les composites stratifiés amène des problématiques nouvelles et non-traitées dans les études portant sur le développement de modèles d'endommagement dédiés au dimensionnement des structures composites. Pour traiter ces problématiques, cet article propose différentes techniques expérimentales capable de fournir des informations complémentaires et quantitatives sur les interactions et l'agencement entre les endommagements mésoscopiques des différents plis. Les résultats montrent que la prise en compte de l'interaction entre les endommagements des différents plis et des variabilités matériau est cruciale pour la prédiction des premiers points de fuite. Par ailleurs, la longueur et la position des fissures étant pilotées par la présence ou non de fissures dans les plis adjacents, les densités de fissures de chacun des plis ne suffisent pas à décrire la densité de points de fuite. Enfin, la quantité d'information requise pour identifier un méso-modèle de prédiction et la lourdeur des protocoles expérimentaux mis en place conduisent à compléter les essais physiques par des expérimentations numériques ou virtuelles.

## Références

- [1] H. Kumazawa, T. Aoki, and I. Susuki, "Analysis and Experiment of Gas Leakage Through Composite Laminates for Propellant Tanks," *AIAA J.*, vol. 41, no. 10, pp. 2037–2044, 2003.
- [2] C. Bois, J.-C. Malenfant, J.-C. Wahl, and M. Danis, "A multiscale damage and crack opening model for the prediction of flow path in laminated composite," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 97, no. 0, pp. 81–89, 2014.
- [3] A. Parvizi, K. W. Garrett, and J. E. Bailey, "Constrained cracking in glass fibre-reinforced epoxy cross-ply laminates," *J. Mater. Sci.*, vol. 13, no. 1, pp. 195–201, 1978.
- [4] P. Gudmundson and J. Alpmann, "Initiation and growth criteria for transverse matrix cracks in composite laminates," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 60, no. 2, pp. 185–195, Feb. 2000.
- [5] C. Huchette, "Sur la complémentarité des approches expérimentales et numériques pour la modélisation des mécanismes d'endommagement des composites stratifiés," Thèse de doctorat, Université Paris 6, Université Paris 6, 2005.
- [6] Z. Gürdal and R. Olmedo, "In-plane response of laminates with spatially varying fiber orientations - Variable stiffness concept," *AIAA J.*, vol. 31, no. 4, pp. 751–758, 1993.
- [7] A. Alhajahmad, M. M. Abdalla, and Z. Gürdal, "Design tailoring for pressure pillowling using tow-placed steered fibers," *J. Aircr.*, vol. 45, no. 2, pp. 630–640, 2008.
- [8] D. H.-J. A. Lukaszewicz, C. Ward, and K. D. Potter, "The engineering aspects of automated prepreg layup: History, present and future," *Compos. Part B Eng.*, vol. 43, no. 3, pp. 997–1009, avril 2012.
- [9] B. Shirinzadeh, G. Alici, C. W. Foong, and G. Cassidy, "Fabrication process of open surfaces by robotic fibre placement," *Robot. Comput.-Integr. Manuf.*, vol. 20, no. 1, pp. 17–28, février 2004.
- [10] D. Leguillon, "Strength or toughness? A criterion for crack onset at a notch," *Eur. J. Mech. - ASolids*, vol. 21, no. 1, pp. 61–72, Jan. 2002.
- [11] H. Laeuffer, J. Arbaoui, C. Bois, F. Lavelle, N. Perry, and J.-C. Wahl, "A new device to measure permeability evolution under pressure loading: Application to CFRP pipes," *Measurement*, vol. 98, pp. 68–76, Feb. 2017.