



HAL
open science

Comparaison de l'endommagement sous chargement thermomécanique cryogénique de composite stratifié à matrice thermoplastique ou thermodurcissable.

Timothée Klein, Christophe Bois, Jean-Christophe Wahl, Caroline Petiot

► To cite this version:

Timothée Klein, Christophe Bois, Jean-Christophe Wahl, Caroline Petiot. Comparaison de l'endommagement sous chargement thermomécanique cryogénique de composite stratifié à matrice thermoplastique ou thermodurcissable.. JNC23 : Journées Nationales sur les Composites 2023, AMAC, UFC, Supmicrotech-ENSMM, CNRS, Jul 2023, Besançon, France. hal-04606771

HAL Id: hal-04606771

<https://hal.science/hal-04606771>

Submitted on 10 Jun 2024

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.

Comparaison de l'endommagement sous chargement thermomécanique cryogénique de composite stratifié à matrice thermoplastique ou thermodurcissable.

Comparison of damage in thermoplastic and thermoset matrix laminated composite under cryogenic thermomechanical loading

Timothée Klein^{1,2,3}, Christophe Bois^{1,2}, Jean-Christophe Wahl^{1,2}, Caroline Petiot³

1 : Univ. Bordeaux, CNRS, Bordeaux INP, I2M, UMR 5295, F-33400, Talence, France
e-mail : timothee.klein@u-bordeaux.fr

2 : Arts et Metiers Institute of Technology, CNRS, Bordeaux INP, Hesam Université, I2M, UMR 5295, F-33400 Talence, France

3 : Airbus Central Research and Technology, Toulouse, France

Résumé

Le développement de réservoirs composites à hydrogène liquide sans liner est un enjeu majeur pour améliorer les performances et le coût des avions commerciaux bas carbone. L'étanchéité devant être assurée par le composite lui-même, une compréhension profonde du comportement élastique et des mécanismes d'endommagement des composites stratifiés est alors nécessaire afin d'en prédire et contrôler la perméabilité résultante. L'objectif de cette étude est d'analyser l'influence des basses températures sur le comportement mécanique d'un pli unidirectionnel et en particulier les mécanismes de fissuration transverse de deux matériaux composites à base de fibres de carbone, l'un à matrice thermodurcissable et l'autre à matrice thermoplastique. La question étant de connaître le bénéfice, dans cette utilisation, d'un stratifié thermoplastique offrant un potentiel élevé de recyclabilité avec possibilité de soudage. Ainsi, des essais sur plaques à renfort unidirectionnel et croisé ont été réalisés pour déterminer les propriétés élastiques ainsi que la cinétique de fissures transverses, de l'ambiante à -196°C. L'influence de l'épaisseur du pli est également étudiée en utilisant des plis d'épaisseur unitaire d'approximativement 70µm. Les résultats indiquent que la température et l'épaisseur des plis ont un impact significatif sur les propriétés mécaniques des deux matériaux et sur le comportement et la morphologie de l'endommagement, tout en montrant un comportement différent entre les deux.

Abstract

The development of linerless liquid hydrogen composite tanks is a major challenge for improving the performance and cost of low-carbon commercial aircraft. Since the tightness must be provided by the composite itself, an in-depth understanding of the elastic behavior and damage mechanisms of laminated composites is required in order to predict and control the resulting permeability. The aim of this study is to analyze the influence of low temperatures on the mechanical behavior of a unidirectional ply, and in particular the transverse cracking mechanisms of two carbon fiber composites, one with a thermoset matrix and the other with a thermoplastic matrix. The question was whether a thermoplastic laminate with high recyclability potential and weldability would be beneficial in this application. Tests on unidirectional and crossed laminates were carried out to determine the elastic properties and kinetics of transverse cracks, from ambient to -196°C. The influence of ply thickness was also investigated, using plies with unit thicknesses of approximately 70µm. The results indicate that temperature and ply thickness have a significant impact on the mechanical properties of both materials and on damage behavior and morphology, while showing different behavior between the two.

Mots Clés : matrice thermoplastique, fissures transverse, températures cryogéniques, pli fin

Keywords : thermoplastic matrix, transverse crack, cryogenic temperature, thin ply

1. Introduction

Airbus ambitionne de mener la décarbonisation du secteur aérien en construisant le premier avion commercial à hydrogène au monde. Parmi les solutions explorées, l'utilisation d'hydrogène liquide comme carburant est très prometteuse grâce à sa haute densité énergétique et à son potentiel de production renouvelable. Contrairement au secteur spatial, la spécificité du secteur aéronautique est le besoin de développer un composant capable de résister aux cycles thermiques et de pression répétés rencontrés par le réservoir pendant toute sa durée de vie. Par ailleurs, le développement de réservoirs composites sans liner est un enjeu majeur pour les opérations des avions commerciaux. Cela implique que l'étanchéité soit assurée par le composite lui-même, ce qui représente un défi important. Sous l'effet d'un chargement thermomécanique, il a été montré que les principaux types d'endommagements sont la fissuration transverse et le micro-délaminage [1]. Cela conduit à la création de réseaux de fissures qui, s'ils coalescent dans l'épaisseur, constituent autant de chemins de fuite [2]. L'épaisseur du pli considéré influe toutefois significativement sur ces mécanismes d'endommagement. En effet, en deçà d'une certaine épaisseur, plus celui-ci est fin plus le seuil d'initiation de la fissuration transverse est repoussé [1]. La rupture du composite intervient alors avant la saturation en fissures transverses et avant le développement de micro-délaminages.

En raison de leur potentiel élevé de recyclabilité et leur possibilité de soudage, les composites stratifiés à matrice thermoplastique sont envisagés pour la fabrication de structures aéronautiques. Encore très peu étudiés dans la littérature et notamment aux températures cryogéniques, il a toutefois été montré que des comportements variés en fissuration transverse pouvaient être observés en fonction du type de thermoplastique utilisé. De même que pour les composites à fibre de carbone (CF)/époxy [2], des fissures transverses et micro-délaminages parcourant l'épaisseur et la largeur du pli ont été observées dans les échantillons de matrice thermoplastique CF/PEEK [3]. A contrario, F. Laurin et al. [4] ont observé de l'endommagement diffus composé de fissures transverses de courte longueur au sein d'un composite à matrice thermoplastique LMPAEK T700GC/TC1225. Comparé aux matrices thermodurcissables classiquement étudiées dans la littérature, certaines matrices thermoplastiques permettent une plus grande déformation et donc un endommagement plus progressif, une ténacité accrue ainsi qu'une plus grande résistance au cisaillement et à la rupture. Ces effets pourraient toutefois s'estomper aux températures cryogéniques en raison de la rigidification de la matrice et des contraintes résiduelles d'origines thermique accrues, la température libre de contrainte et les coefficients de dilatation thermique pouvant être élevés pour certaines matrices thermoplastiques.

L'objectif de la présente étude est de comprendre et comparer les mécanismes de fissuration transverse de deux matériaux composites candidats pour les futurs réservoirs cryogéniques à base de fibres de carbone à matrice thermodurcissable (CF/TD) et thermoplastique (CF/TP) en environnement cryogénique. Pour ce faire, une campagne expérimentale sur plaques unidirectionnelles et croisées a tout d'abord été menée pour déterminer les propriétés élastiques et étudier le comportement à rupture des deux matériaux à trois températures différentes (-196°C, -130°C et 20°C). Ensuite, des essais avec suivi microscopique du processus de fissuration sous chargement thermomécanique ont été mis en place afin d'analyser l'évolution des fissures transverses à température cryogénique (-196°C et -130°C). L'influence de l'épaisseur du pli et de la température sur la cinétique et mécanismes de fissuration des deux matériaux a ainsi été étudiée en s'appuyant sur des éprouvettes de stratification [0/90/0/90₂/0/90₂], utilisant des plis d'épaisseur unitaire d'approximativement 70µm. Après une première section présentant les matériaux et protocoles expérimentaux utilisés, cet article présente dans une seconde partie l'influence des basses températures sur le comportement mécanique d'un pli unidirectionnel. Enfin, les résultats des essais de fissuration pour différentes épaisseurs de pli à -196°C et -130°C pour les deux matériaux sont analysés dans une troisième partie.

2. Présentation des matériaux et protocoles expérimentaux

Deux matériaux composites à base de fibres de carbone à matrice thermodurcissable (CF/TD) et thermoplastique (CF/TP) sont considérés dans cette étude. Pour le matériau CF/TD, des éprouvettes ont été extraites de plaques obtenues par drapage de matériau unidirectionnel préimprégné suivi d'une cuisson autoclave. Des plaques du matériau CF/TP ont été fabriquées par un procédé de placement automatisé de fibres (Automated Fibre Placement - AFP), suivi d'une consolidation sous presse chauffée. Le grammage sélectionné a été choisi de sorte à avoir une épaisseur unitaire de pli faible et proche entre les deux matériaux : comprise entre $65\mu\text{m}$ et $75\mu\text{m}$, soit environ $70\mu\text{m}$. Les échantillons fabriqués ont tous été contrôlés par C-Scan et observations microscopiques afin de garantir la qualité de leur état initial et des axes de découpe.

Afin d'étudier l'évolution du comportement du matériau jusqu'aux températures cryogéniques, des essais ont été réalisés à trois températures (20°C , -130°C et -196°C). Le chargement mécanique uniaxial est réalisé à l'aide d'une machine de traction électromécanique de capacité 100kN. Les essais sont réalisés sur des éprouvettes rectangulaires de $250 \times 25 \text{mm}^2$ et équipées de talons. La déformation des éprouvettes est mesurée à l'aide de jauges de déformation, et leur température est suivie à l'aide de thermocouples placés à leur surface. Le chargement thermique est assuré par deux enceintes cryogéniques selon la température ciblée : la première consiste en une chambre environnementale venant s'insérer autour des mors de la machine de traction (c.f. fig.1a), refroidissant l'éprouvette par pulvérisation d'azote liquide. Celle-ci permet de contrôler la température jusqu'à -130°C . La seconde consiste en une enceinte d'immersion fixée sur le mors du bas de la machine de traction (c.f. fig.1b). L'éprouvette est attachée dans un mors additionnel présent dans l'enceinte. En injectant tout d'abord de l'azote gazeux à faible température suivi d'azote liquide en faible quantité, la baisse en température peut être contrôlée jusqu'à immersion complète de l'éprouvette. Des essais d'immersion, à -196°C peuvent alors être réalisés. L'utilisation d'un mors immergé dans ce second dispositif accroît le risque de glissement de l'éprouvette et limite ainsi son chargement. Lors de chaque chargement thermique, la vitesse de descente de la température est de $-40^\circ\text{C}/\text{min}$. Avant tout chargement, un palier de stabilisation de 10 min est réalisé afin de s'assurer d'une bonne homogénéité de la température tout le long de l'éprouvette.

Les propriétés mécaniques ont été déterminées à trois températures (20°C , -130°C et -196°C) sur des éprouvettes de stratification $[0]_{16}$, $[90]_{16}$ et $[\pm 45]_{4s}$ permettant de déterminer respectivement les modules de rigidité longitudinal, transverse et de cisaillement. Une fois la température atteinte, les éprouvettes sont sollicitées de manière monotone dans le sens longitudinal jusqu'à rupture. Afin d'observer les effets de l'endommagement sur la réponse mésoscopique du pli unidirectionnel, des essais de charge-décharge ont été réalisés sur les stratifications $[\pm 45]_{4s}$ jusqu'à rupture.

Les essais de fissuration transverse ont été réalisés à deux températures (-130°C et -196°C) sur des éprouvettes de stratification $[0/90/0/90_2/0/90_2]_s$, permettant ainsi d'étudier trois épaisseurs de pli différentes : fine (90_1 seul), intermédiaire (90_2) et épaisse (90_4). A chaque température, deux éprouvettes ont été testées pour chacun des matériaux. Afin de s'affranchir de l'influence de la reprise hydrique sur la fissuration transverse, les éprouvettes ont été préalablement séchées dans un dessiccateur avec du silica gel (température ambiante, humidité relative RH10%) jusqu'à stabilisation de la masse. Pour permettre les observations microscopiques, la surface des échantillons est polie au préalable. Ensuite, l'éprouvette est maintenue à une température stable et soumise à une charge mécanique jusqu'à une déformation maximale ε_{max} , qui entraîne l'initiation ou la propagation des endommagements. Dans le cas de la mesure à -130°C , l'enceinte thermique présente une fenêtre au travers de laquelle la tranche de l'éprouvette peut être observée (c.f. fig.1b). L'inspection consiste à quantifier le nombre de fissures transverses présentes ainsi que leur position sur une longueur de 80mm. Pour ce faire, la déformation est réduite et maintenue à 80% de la charge maximale atteinte

et la température stabilisée à 20°C. L'enceinte d'immersion ne présentant aucune vitre, il est alors nécessaire de décharger complètement l'éprouvette pour la placer dans une seconde machine de traction sur laquelle est placé le microscope optique (c.f. fig.1b). Une fois chargée à 80% de la charge maximale, l'observation de la tranche de l'éprouvette est réalisée. Après avoir effectué les mesures, la température est à nouveau réduite avant que l'éprouvette ne soit soumise à une déformation supérieure à celle du palier précédent. L'endommagement de l'éprouvette peut ensuite être quantifié en comptant le nombre de fissures transverses N_f [-] présentes dans chaque pli à 90° sur la longueur observée L_{obs} [mm]. Afin de comparer des plis d'épaisseurs h_{pli} [mm] différentes, le taux de fissuration réduit $\bar{\rho}$ [-] à une certaine déformation longitudinale ε_x donnée est obtenu en normalisant ce ratio par l'épaisseur du pli considéré et est donné par l'équation 1 [5], [6] :

$$\bar{\rho} = \frac{N_f}{L_{obs}} \cdot h_{pli} \quad (\text{Eq. 1})$$

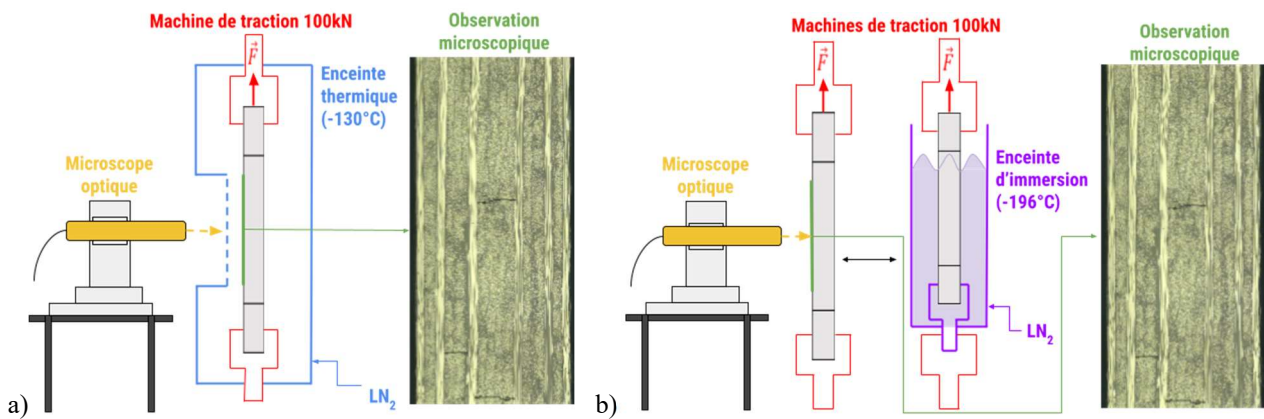


Fig. 1. Schémas du dispositif expérimental pour les essais à -130°C (a) et -196°C (b)

3. Essais de caractérisation mécanique des matériaux de l'ambiante à -196°C

Les figures 2 et 3 présentent les courbes de contrainte en fonction de la déformation pour les stratifications choisies, et les modules de rigidités obtenus sont récapitulés dans le tableau 1. Du fait de limites expérimentales liées au dispositif d'immersion ou à l'adhérence des talons sur les éprouvettes CF/TP, la rupture sur les éprouvettes d'empilement $[0]_{16}$ n'a pas toujours été atteinte. Pour les deux matériaux et chacune des stratifications choisies, la baisse en température induit une augmentation des modules de rigidité. Cela est particulièrement visible sur les éprouvettes de stratification $[90]_{16}$ où le module de rigidité transverse augmente d'environ 70% entre 20°C et -196°C pour le matériau CF/TD et 120% pour le matériau CF/TP. Nous pouvons également observer une forte diminution de la déformation à rupture et une augmentation de la contrainte à rupture de 20°C à -130°C, suivie d'une baisse de la contrainte à rupture entre -130°C et -196°C. Cela traduit la diminution de la ductilité et la fragilisation de la matrice polymère. Le comportement en cisaillement est également fortement impacté par la baisse de la température avec une augmentation du module de cisaillement de l'ordre de 85% entre l'ambiante et -196°C pour le matériau CF/TD et plus de 330% pour le matériau CF/TP. Ces résultats sont en accord avec la littérature, où la baisse en température implique une réduction de la mobilité des chaînes polymères, augmentant les forces de liaison entre les molécules et, par conséquent, la rigidité et la résistance du matériau [5], [7], [8]. L'impact de la température sur les propriétés mécaniques est plus significatif pour la matrice thermoplastique, ce qui se traduit par une convergence des deux matériaux vers des propriétés similaires à basse température. En effet, la différence entre les modules transverses et de cisaillement des deux matériaux à 20°C de l'ordre de 60% et 150% respectivement, est réduite à près de 24% et 10% respectivement à -196°C. La ductilité accrue de la matrice thermoplastique, aux températures intermédiaires, est également

visible sur les essais de charge-décharge des stratifications $[\pm 45]_{4s}$, où la déformation résiduelle au cours de l'incrément de la charge reste significative à -130°C , bien qu'elle soit fortement réduite pour le matériau CF/TD.

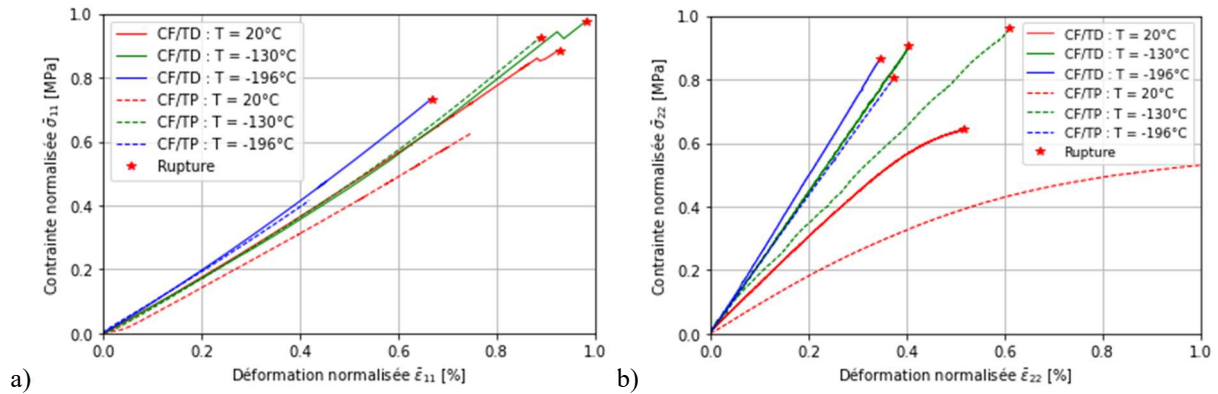


Fig. 2. Courbe de comportement des essais de traction monotone sur stratifications $[0]_{16}$ (a) et $[90]_{16}$ (b)

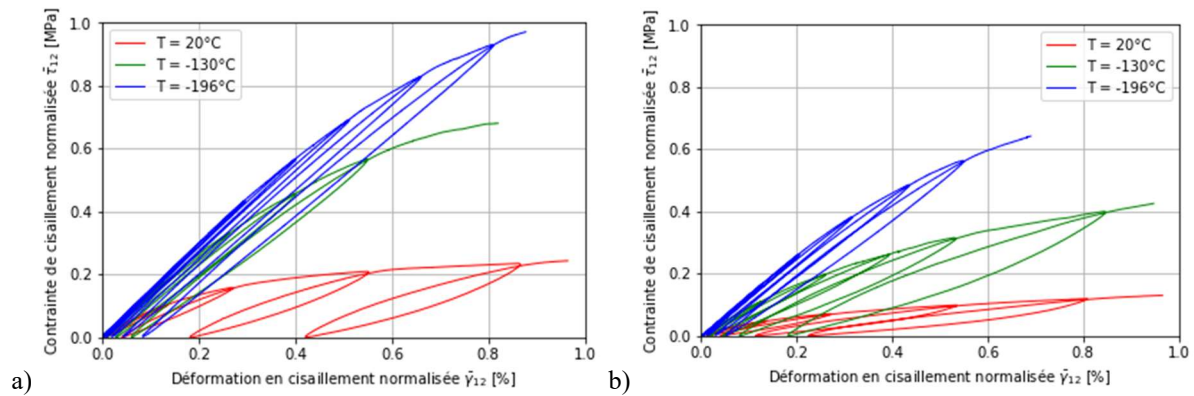


Fig. 3. Courbe de comportement d'essais de charge-décharge sur stratification $[\pm 45]_{4s}$ du matériau CF/TD (a) et CF/TP (b). Pour permettre la comparaison, les deux courbes ont été normalisées par les mêmes facteurs. La fin de l'essai jusqu'à rupture n'est pas présenté.

Matériau	Température			
	Propriété	20°C	-130°C	-196°C
CF/TD	$E_t(T)/E_t^{CF/TP}(20^\circ\text{C})$	1.11	1.09	1.18
	$E_t(T)/E_t^{CF/TP}(20^\circ\text{C})$	1.59	2.42	2.75
	$G_{lt}(T)/G_{lt}^{CF/TP}(20^\circ\text{C})$	2.54	4.24	4.73
CF/TP	$E_t(T)/E_t^{CF/TP}(20^\circ\text{C})$	1.00	1.14	1.17
	$E_t(T)/E_t^{CF/TP}(20^\circ\text{C})$	1.00	1.67	2.21
	$G_{lt}(T)/G_{lt}^{CF/TP}(20^\circ\text{C})$	1.00	2.78	4.34

Tab. 1. Récapitulatif des propriétés mécaniques issues des essais de caractérisation du pli unidirectionnel. Pour permettre la comparaison, chaque module a été normalisé par celui du matériau CF/TP à 20°C .

4. Essais de fissuration transverse en température cryogénique

4.1. Morphologie de l'endommagement

Pour les deux types de matériaux étudiés, de nombreux effets de bord libre apparaissent au cours du chargement. Il s'agit notamment de l'apparition de fissures transverses, souvent partielles et de faible ouverture. Celles-ci se développent relativement tôt dans le chargement et progressivement au cours de celui-ci. Plus présentes pour les plis fins, la plupart d'entre elles ne se propagent pas à cœur de l'échantillon et conduisent à une surestimation du taux de fissuration. Ce phénomène a notamment

été observé par S. Kohler et al. [9] sur des composites stratifiés unidirectionnels à base de fibre de carbone et d'une matrice époxy à température ambiante. Dans le cas des échantillons CF/TP, des délaminages entre plis croisés sont visibles en surface de l'échantillon, conduisant à un risque de déchargement du pli à 90° . En polissant la surface de l'éprouvette comme présenté en figure 4, il est ainsi possible de s'affranchir de ces effets de bord et de ne compter que les fissures se propageant à cœur des éprouvettes [10]. Nous pouvons voir que les fissures et délaminages sur les plis fins et intermédiaires du matériau CF/TP disparaissent complètement (c.f. Fig.4C et 4D), de même que pour les fissures du pli fin ainsi qu'une du pli intermédiaire dans le matériau CF/TD (c.f. Fig.4A et 4B). Ces effets de bord sont présents aux deux températures étudiées.

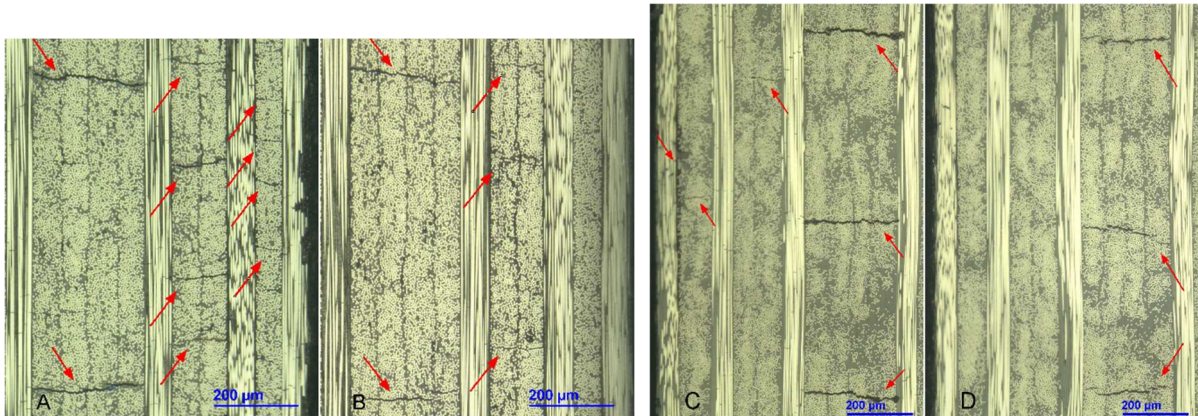


Fig. 4. Observations microscopiques de la tranche d'échantillons suite à un essai de fissuration à -196°C , sous chargement mécanique avant et après polissage à cœur : CF/TD avant (A) et après polissage de 1mm (B) à 0.9% de déformation longitudinale ; CF/TP avant (C) et après polissage de 1.6mm (D) à 0.7% de déformation longitudinale. Les flèches rouges représentent les délaminages et fissures transverses visibles sur la micrographie.

Tout comme observé par Laurin et al. [4], de nombreuses fissures transverses partielles ne traversant pas l'épaisseur du pli sont visibles au sein du matériau CF/TP. Celles-ci ont tendance à progresser et s'allonger au cours du chargement. Cela n'est que très rarement le cas pour le matériau CF/TD, pour lequel la quasi-totalité des fissures traversent le pli dans sa largeur. Au sein des deux matériaux, aucun micro-délaminage en pointe de fissure n'a été observé. Ceci, combiné à des fissures ne traversant pas la largeur du pli, est un résultat très intéressant pour les problématiques de perméabilité car cela limite la probabilité que les fissures coalescent en réseau débouchant.

4.2. Effet de la température et de l'épaisseur du pli

Lors des essais de fissuration à -130°C , aucune fissure transverse ne s'est développée dans le matériau CF/TD (c.f. fig.5a), bien que la rupture de l'échantillon ait été atteinte. De la même manière, à une déformation proche de la rupture de l'échantillon CF/TP, seules deux fissures partielles se sont développées sur toute la zone observée (c.f. fig.5b).

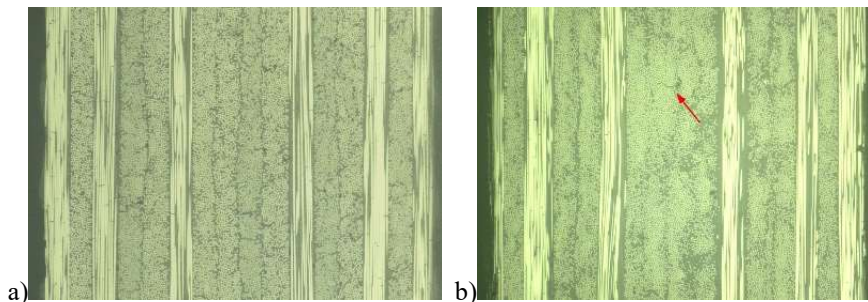


Fig. 5. Observations microscopiques des composites CF/TD (a) et CF/TP (b) à une déformation proche de la rupture lors d'un essai de fissuration à -130°C . La flèche rouge représente une fissure transverse partielle visible.

En revanche, la baisse en température à -196°C change drastiquement le comportement de ces deux matériaux. En effet, comme présenté sur les figures 4 et 6, des fissures transverses apparaissent et progressent au cours du chargement au sein des plis épais et intermédiaires des deux matériaux. La présence de fissures à -196°C et non à -130°C montre que la baisse en température tend à abaisser les seuils de fissuration des deux matériaux. Ceci peut être expliqué par une fragilisation de la matrice à mesure que la température baisse, ainsi qu'une augmentation des contraintes résiduelles d'origine thermique [5], [7], [8]. Tout comme classiquement observé dans la littérature [1], [5], la cinétique de fissuration des plis en figure 6 présente une première phase lente traduisant l'amorçage de fissures sur des défauts, suivie d'une phase de progression presque linéaire du taux de fissuration réduit. Pour des déformations élevées sur les plis épais et intermédiaires du matériau CF/TD, une saturation du taux de fissuration semble apparaître lorsque le pli à 90° est suffisamment endommagé.

De plus, l'épaisseur du pli pilote également la cinétique de fissuration : à même déformation transverse, le pli épais présente davantage de fissures que le pli intermédiaire. Il est important de noter que pour les deux matériaux considérés, très peu, voire aucune fissure transverse n'a été observée au sein des plis fins. Ceci est cohérent avec le fait que l'initiation de la fissuration d'un pli épais est contrôlée par un critère basé sur la contrainte, tandis que la fissuration des plis fins et intermédiaires est contrôlée par un critère basé sur l'énergie [1], [5]. Similairement aux observations de Laurin et al. [4], le seuil d'initiation de la fissuration pour les plis épais et intermédiaires est très proche pour les deux matériaux. Ceci, ainsi que la présence de fissures partielles dans le matériau CF/TP, peut être expliqué par une grande ténacité des matériaux [4]. En revanche, contrairement aux observations de Laurin et al. [4], le matériau CF/TP présente de nombreuses fissures qui traversent l'intégralité du pli (c.f. fig. 4). Il est à noter que la proportion de fissures partielles relativement au nombre total de fissures est plus faible pour les plis épais (environ 6% suite à un essai de fissuration à -196°C) que pour les plis intermédiaires (environ 60% suite à un essai de fissuration à -196°C). Ceci peut être dû à la baisse de la ténacité apparente d'un pli avec l'épaisseur du pli unitaire le constituant, en raison d'une meilleure homogénéité microstructurale induisant une diminution de l'effet du pontage de fibres [9], [11]. Les plis épais étant constitués de quatre plis unitaires, ceux-ci possèdent une ténacité apparente plus faible que celle des plis intermédiaires constitués uniquement de deux plis unitaires.

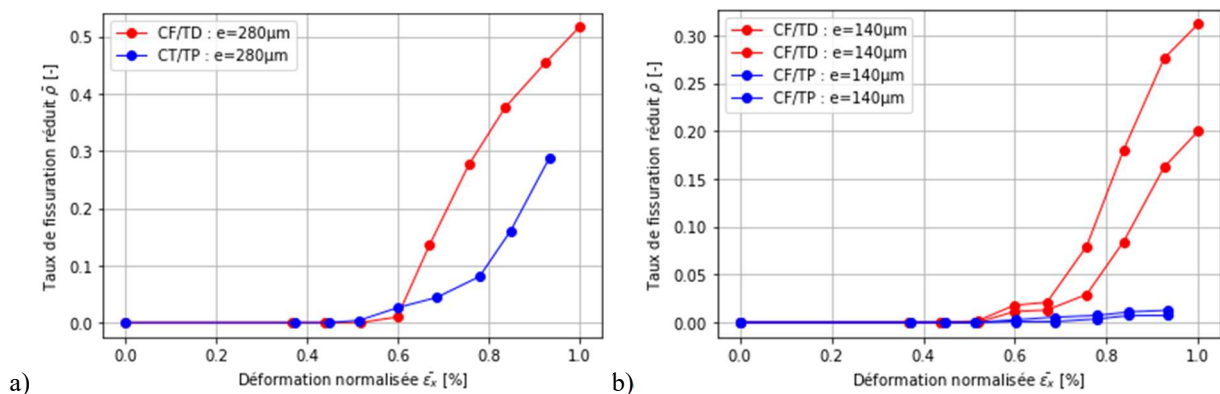


Fig. 6. Taux de fissuration réduit en fonction de la déformation longitudinale normalisée appliquée au stratifié à -196°C pour les plis épais (a) et les plis d'épaisseur intermédiaire (b)

5. Conclusion

Cette étude a permis d'analyser le comportement mécanique de deux types de composites à base de fibres de carbone, à savoir un matériau composite à matrice thermodurcissable (CF/TD) et un autre à matrice thermoplastique (CF/TP), soumis à des températures cryogéniques. Les essais ont été réalisés à trois températures différentes (-196°C , -130°C et 20°C) afin d'évaluer l'influence de la température sur les propriétés mécaniques et le phénomène de fissuration transverse. Les résultats obtenus ont

montré que la baisse de température avait un impact significatif sur les propriétés mécaniques des deux matériaux, particulièrement sur les modules de rigidité transverses et de cisaillement. Dans les deux cas, on a observé une augmentation des modules de rigidité avec la baisse de température, traduisant une baisse en ductilité et une augmentation de la résistance du matériau. Plus souple à température ambiante, cette augmentation était plus prononcée pour le matériau CF/TP, indiquant une convergence des propriétés mécaniques des deux matériaux à très basses températures.

Les essais de fissuration transverse ont révélé que la température jouait un rôle crucial dans le phénomène de fissuration. À -196°C , des fissures transverses se développent et se propagent dans les deux matériaux, tandis qu'à -130°C , aucun développement significatif de fissures n'a été observé. Cela suggère que la baisse de température abaisse les seuils de fissuration des matériaux composites à base de fibres de carbone. Bien qu'un seuil d'initiation de la fissuration transverse très proche ait été observé pour les plis épais et intermédiaires, et ce pour les deux matériaux, la diminution de l'épaisseur de pli a toutefois permis de repousser et diminuer le taux de fissuration au cours du chargement. En effet, aucun développement notable de fissures n'a été observé dans les plis de plus faible épaisseur. Une analyse plus détaillée de la morphologie de l'endommagement a montré que de nombreuses fissures partielles se développaient au sein du matériau CF/TP. Cependant, la proportion de fissures partielles diminue à mesure que la température baisse et l'épaisseur du pli augmente, ce qui entraîne une convergence du comportement à la fissuration des deux matériaux avec la baisse de la température. Malgré cela, à une température de -196°C , il existe encore une différence significative entre les deux matériaux, le matériau CF/TP présentant une plus grande souplesse et un taux de fissuration réduit significativement inférieur à celui du matériau CF/TD.

Les futurs travaux se placeront à l'échelle de la stratification et viseront à étudier l'évolution du réseau de fissuration dans l'épaisseur de la strate pour des stratifications plus complexes sous chargement biaxial. L'objectif est de relier le réseau de fissures et les propriétés en perméabilité (création de points de fuite et les débits résultants). Les travaux seront menés sur des éprouvettes tubulaires, adaptées à ce type de chargement, et limitant la problématique des effets de bords.

Références

- [1] J. A. Nairn, « Matrix microcracking in composites », in *Comprehensive composite materials. Vol.2, Polymer matrix composites*, Elsevier, 2000, p. 403-432.
- [2] T. Yokozeki, T. Ogasawara, T. Aoki, et T. Ishikawa, « Experimental evaluation of gas permeability through damaged composite laminates for cryogenic tank », *Compos Sci Technol*, vol. 69, n° 9, p. 1334-1340, 2009.
- [3] M. Flanagan *et al.*, « Permeability of carbon fibre PEEK composites for cryogenic storage tanks of future space launchers », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 101, p. 173-184, 2017.
- [4] F. Laurin, A. Mavel, P. Paulmier, J.-M. Garcia, et M. Herman, « Experimental and numerical study on the transverse cracking in a composite material with a thermoplastic matrix. », *Proceedings of the 20th European Conference on Composite Materials - Composites Meet Sustainability*, vol. (Vol 1-6), 2022.
- [5] T. Briand, « Effet de l'épaisseur des plis et de la température sur la cinétique de fissuration transverse dans un composite stratifié », présenté à Comptes Rendus des JNC 21, Bordeaux INP, 2019.
- [6] Y. Accettura, J. Verrecke, T. Briand, C. Bois, et J.-C. Wahl, « Experimental methods dedicated to the study of cracking process in laminated composites subjected to thermomechanical loadings », in *The 16th CRYOGENICS*, Dresden, 2023.
- [7] Z. Sapi et R. Butler, « Properties of cryogenic and low temperature composite materials – A review », *Cryogenics*, vol. 111, p. 103190, 2020.
- [8] J. Hohe *et al.*, « Performance of fiber reinforced materials under cryogenic conditions—A review », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 141, p. 106226, 2021.
- [9] S. Kohler, J. Cugnoni, R. Amacher, et J. Botsis, « Transverse cracking in the bulk and at the free edge of thin-ply composites: Experiments and multiscale modelling », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2019.
- [10] H. Laeuffer, « Caracterisation et modelisation des reseaux de fissures pour la prediction de la permeabilite des reservoirs composites stratifies sans liner », Thèse de doctorat, Arts et Metiers ParisTech, Bordeaux, France, 2017.
- [11] A. Arteiro, C. Furtado, G. Catalanotti, P. Linde, et P. P. Camanho, « Thin-ply polymer composite materials: A review », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 132, p. 105777, 2020.