Caractérisation et modélisation de la cinétique de fissuration transverse dans un composite stratifié -Effet de l'épaisseur des plis et de la température T. BRIAND^a, C. BOIS^b, C. WAHL^c, F. LAVELLE^d, E. LE GOFF^e

a. I2M Bordeaux, tanguy.briand@u-bordeaux.fr
b. I2M Bordeaux, christophe.bois@u-bordeaux.fr
c. I2M Bordeaux, jean-christophe.wahl@u-bordeaux.fr
d. Centre National d'Etudes Spatiales, florian.lavelle@cnes.fr
e. ArianeGroup, erwann.le-goff@ariane.group

Résumé :

Le développement de réservoirs cryogéniques en composite est un des principaux axes de recherche de l'industrie spatiale afin d'alléger les cout de fabrication et de lancement des lanceurs. La suppression du liner d'étanchéité implique de dimensionner la partie composite en étanchéité et en résistance. Il est alors nécessaire de caractériser la perméabilité et le comportement élasto-endommageable du matériau. Cet article présente une partie de la caractérisation du processus de fissuration transverse. Le protocole expérimental est basé sur des observations sous charge de la micro structure du matériau pour des températures allant de -130°C à la température ambiante. Le matériau est un composite stratifié croisé $[0/90]_{nS}$ constitué de pli de grammage faible (75 g/m²) ou intermédiaire (150 g/m²). Les analyses expérimentales sont complétées par une modélisation numérique basée sur des éléments cohésifs d'épaisseur nulle représentant de manière discrète les fissures transverses. Les résultats expérimentaux et numériques présentés mettent en évidence l'impact de la température et de l'épaisseur des plis sur l'endommagement du stratifié.

Abstract :

The develomment of cryogenic tanks in composite material is one the principal approach of space industry to reduce the cost of manufacturing and launch of the launcher. To satisfy both the strength and permeability requirements, the design of linerless tanks requires the study of the relationship between damage and permeability. This paper proposes a part of the charaterization of cracking process. We present an experimental method based on observation of the material micro-structure under tensile loading from the low to ambiente temperature. The material is a cross-ply laminate with an intermediate (150 g/m^2) and weak (75 g/m^2) fibre mass. Experimental analysis are complete by a numerical model based on cohesif element which represent the transverse cracks. The results highlight the impact of low temperature and the thickness ply on initiation and growth of transverse cracking.

Mots clefs : fissures transverse, températures cryogéniques, pli fin, microscopie, zone cohésive

1 Introduction

Les réservoirs cryogéniques permettent le stockage d'ergols liquide pour l'approvisionnement des moteur tels que l'hydrogène liquide (20K) ou le méthane liquide (110K). Ils représentent une grande partie du volume total d'un lanceur spatial. Aujourd'hui et pour la majorité des cas, ces réservoirs sont métalliques et leurs dimensions sont telles que le critère masse est majeur dans le cahier des charges. Une solution serait de réaliser des réservoirs composés d'un liner de faible épaisseur assurant l'étanchéité et d'une partie composite bobinée assurant la reprise des efforts de pressurisation. Cette solution est déjà employée pour des réservoirs de faibles dimensions tels que les sphères de pressurisation d'hélium liquide (4K). La limite de savoir-faire en termes de fabrication sur les métalliques et les faibles pressions des réservoirs d'approvisionnement amènent à dimensionner des liners épais proche de l'épaisseur d'un réservoir métallique. De fait, le challenge de l'industrie spatiale est de réaliser des réservoirs cryogéniques en composite sans liner, où la partie composite assure la tenue et l'étanchéité. Le type de fluide cryogénique stocké couplé aux efforts de pressurisation induisent un chargement thermomécanique important au matériau. Ces travaux s'intéressent à caractériser l'impact de ce type de chargement sur les matériaux composites. Sous sollicitation thermique et mécanique, même faible vis à vis de la résistance à rupture, nous pouvons observer l'apparition et le développement de mécanismes d'endommagement [1]. Au cours du chargement, ces mécanismes d'endommagement, se traduisant principalement par la fissuration matricielle et du microdélaminage en pointe de fissures, coalescent et créer alors un réseau de fissures (Fig. 1). Une fois que le réseau de fissures relie l'intérieur et l'extérieur du réservoir, il devient un point de fuite et la perméabilité du réservoir diminue rapidement [13, 15]. De nombreux paramètres géométriques régissent la création et le développement de la fissuration matricielle tel que l'orientation, le nombre et l'épaisseur des plis [7, 6]. La diminution de l'épaisseur des plis permet de repousser le seuils de fissuration. La technologie des plis fins est donc une piste de recherche intéressante pour repousser l'apparition des premiers points de fuite.

La stratégie globale de ces travaux de recherche vise donc à caractériser la relation entre endommagement et perméabilité des composites stratifiés sur la plage de température de l'application afin de construire et valider un modèle mésoscopique de prédiction du taux de fuite en fonction du chargement appliqué [2, 15]. Cette stratégie s'appuie sur des essais expérimentaux (observations par microscopie et tomographie sous charge) et numériques permettant de caractériser le réseau de fissures se développant au sein du stratifié pour construire et enrichir le meso-modèle. La validation du modèle repose principalement sur des mesures du taux de fuite sur éprouvettes tubulaires mises sous pression [8].

Cet article présente une partie de la caractérisation expérimentale et numérique nécessaire à la construction du meso-modèle. Une première section présente la méthode expérimentale mise au point pour caractériser l'endommagement du matériau sous sollicitation mécanique uni-axiale à des températures allant de l'ambiante à -130°C. La complexité et la lourdeur du protocole expérimental incite à développer en parallèle des essais virtuels ou numériques afin de compléter les observations expérimentales [4]. La deuxième section décrit la modélisation discrète, à base d'éléments cohésifs, proposée pour simuler l'apparition et le développement des méso-endommagements (fissuration transverse et microdélaminages). Enfin, les résultats expérimentaux et numériques sont présentés et corrélés afin de valider la démarche globales de caractérisation des mécanismes d'endommagement d'un composite stratifié sous sollicitation thermique et mécanique.



FIGURE 1 – Réseau de fissures dans trois plis endommagés pouvant constituer un chemin de fuite, schéma et micrographie

2 Caractérisation expérimentale

2.1 Présentation de l'essai

Le matériau étudié est un composite stratifié à fibre longue de carbone et matrice époxy. Les éprouvettes de dimensions $230x25mm^2$ (longueur x largeur) sont équipées de talons de 40mm. Ces dernières sont issues de plaques de $300x300mm^2$ fabriquées par placement de fibres automatisé (AFP pour Automated Fibre Placement). Nous étudions deux stratifications croisées, la première de grammage intermédiaire $(150g/m^2) [0/90/0/90_2]_s$ (10 plis) et la seconde $[0/90/0/90/00/90/0_{0.5}]_s$ (13 plis) réalisée en grammage fin (75g/m²). Les essais sont réalisés à trois températures (20°C, -80°C et -130°C) dans une enceinte thermique (Fig. 2). Cette dernière est pilotée via des thermocouples type T placés sur la zone utile de l'éprouvette (150mm). La sollicitation mécanique est assurée par une machine de traction de capacité 100kN. Le chargement est piloté en déformation via une jauge collée dans le sens longitudinal des plis à 0°par rapport à la direction de sollicitation. La tranche des échantillons est préalablement polie pour permettre les observations microscopiques.

L'éprouvette est stabilisée à la température souhaitée puis chargée mécaniquement à une déformation ϵ_{max} permettant l'initiation ou la propagation de l'endommagement. La déformation est alors réduite puis maintenue à 80% de la charge maximale afin de limiter les effets liés aux phénomènes visqueux pendant l'observation et éviter que l'endommagement n'évolue au cours de l'observation. L'éprouvette est ensuite stabilisée à 20°C pour faciliter l'inspection microscopique de la face polie. L'inspection consiste à quantifier le nombre de fissures transverses et leur position sur une longueur d'observation de 80mm ce qui permet d'évaluer les effets statistiques liés aux variabilités matériaux. Une fois les mesures réalisées, la température est de nouveau abaissée puis l'éprouvette est chargée à une déformation supérieure à celle du palier précédent. L'opération est itérée pour un nombre de paliers suffisants, ce qui nous permet de tracer l'évolution du taux de fissures transverses réduit (Eq. 1) en fonction de la déformation longitudinale du stratifié.

$$\overline{\rho} = \frac{N_f^{90^\circ}}{L_{obs}} \cdot h^{90^\circ} \tag{1}$$

Avec $\overline{\rho}$ le taux de fissuration réduit (adimensionné) [-], $N_f^{90^{\circ}}$ le nombre de fissures dans le pli à 90° considéré [-], L_{obs} la longueur d'observation [mm] et $h^{90^{\circ}}$ l'épaisseur du pli à 90° considéré [mm].



FIGURE 2 – Illustration du montage expérimental de microscopie sous chargement thermique et mécanique

2.2 Effet de l'épaisseur du pli

La figure 3 illustre l'influence de l'épaisseur du pli sur la cinétique de fissuration transverse en fonction de la déformation mécanique longitudinale appliquée aux stratifiés. Pour les trois stratifiés, on observe une première phase d'initiation au cours de laquelle la fissuration augmente lentement. Ce démarrage lent est vraisemblablement dû à la présence de défauts (porosités, micro-fissures, amas de résine, etc) qui pilotent l'apparition des premières fissures. Une longueur d'observation suffisante est donc nécessaire pour capter ces effets de variabilités. Lorsque le chargement augmente, la distribution des fissures transverses devient plus homogène et l'évolution du taux de fissuration augmente plus rapidement et de manière quasilinéaire. On peut distinguer une troisième phase sur la courbe du pli quadruple d'épaisseur 573 μm du stratifié $[0/90/0/90_2]_s$. Cette dernière phase correspond à la saturation de l'endommagement qui intervient lorsque le pli à 90° considéré est suffisamment déchargé. Nous pouvons également observer que le seuil d'endommagement augmente lorsque l'épaisseur de la couche diminue. Cela est cohérent avec le fait que l'initiation de la fissuration d'un pli épais est pilotée par un critère en contrainte alors que la fissuration des plis fins et intermédiaires est pilotée par un critère énergétique [9]. Globalement, l'épaisseur du pli impacte donc le seuil d'apparition des fissures transverses et le taux de fissuration au cours du chargement et avant rupture. Le fait de repousser le seuil de fissuration est un critère très intéressant pour les problématiques de perméabilité.



FIGURE 3 - Influence de l'épaisseur du pli sur le taux de fissuration réduit sur deux stratifiés

2.3 Effet de la température

La figure 4 illustre l'influence de la température sur la cinétique de fissuration transverse en fonction de la déformation mécanique longitudinale appliquée aux stratifiés. Le pli simple considéré est issu d'un stratifié $[0/90/0/90_2]_s$ de grammage 150g/m². Son épaisseur étant intermédiaire, il est difficile de capter la saturation de l'endommagement. En revanche, comme pour la figure 3, on observe deux phases pour chacune des courbes. Une première au cours de laquelle les fissures transverses apparaissent lentement et une seconde où l'endommagement progresse plus rapidement et avec une distribution plus homogène jusqu'à rupture de l'éprouvette. Le seuil d'initiation de l'endommagement ne semble pas impacté par la diminution de la température. En revanche, le taux de fissures transverses augmente plus rapidement à -80°C et -130°C pour les deux phases d'endommagement. La cinétique de fissuration est donc plus rapide à basse température. Le taux de fissures relevés avant rupture de l'éprouvette est plus important lorsque la température diminue. Ces observations peuvent s'expliquer par le fait que la résine se rigidifie à basses températures, elle devient plus fragile et son énergie de rupture diminue [11, 12]. Aussi, la déformation à rupture du stratifié diminue avec la température. Cela peut provenir d'un endommagement des plis à 0° provoqué par les contraintes transverses induites par l'effet Poisson et les dilatations thermiques. De ce fait, nous pouvons observer que la diminution de la température tend à réduire l'écart entre le seuil de fissuration et la rupture du stratifié.



FIGURE 4 – Influence de la température sur le taux de fissuration réduit sur le pli simple d'épaisseur $143\mu m$ d'un stratifié $[0/90/0/90_2]_s$

3 Modélisation numérique

3.1 Stratégie globale

La quantité d'informations requises pour construire et identifier un modèle prédictif à l'échelle mésoscopique et la complexité du protocole expérimental utilisé pour observer les réseaux de fissures incite au développement d'essais virtuels. Ces essais numériques ont pour objectif de compléter la caractérisation de l'endommagement et des effets d'interactions dans un composite stratifié sous chargement thermiques et mécaniques. L'objectif global est de reproduire tous les scénarios d'endommagement résultant d'un chargement plan sur un enchaînement de plis quelconque. Nous pourront alors identifier les paramètres régissant ces scénarios (taux de fissures transverses, taux de croisement, etc) et enrichir le méso-modèle d'endommagement.

3.2 Le modèle numérique

La modélisation est réalisée sur le logiciel de calcul numérique ABAQUS®. Nous utilisons la méthode des zones cohésives pour modéliser de manière discrète l'initiation et la propagation de l'endommagement [10]. Dans cet article, nous nous focaliserons sur les fissures transverses dans les plis sollicités transversalement. Les délaminages sont, dans cette première étude, modélisés par un comportement cohésif non endommageable de même raideur que les zones cohésives représentant les fissures transverses. L'utilisation des zones cohésives nécessitent de présupposer la localisation des futures fissures transverses. Cette méthode consiste à définir une interaction entre deux surfaces qui va dépendre de plusieurs paramètres. La figure 5 décrit le comportement de la zone cohésive en mode mixte. Le premier paramètre permet d'introduire une raideur initiale dans la zone cohésive (ZC) qui n'est autre que le déplacement relatif des surfaces en fonction de la contrainte $\sigma = f(\delta)$. Un critère d'initiation en contrainte de type quadratique a été défini (Eq. 2). L'évolution de l'endommagement est régit par un critère énergétique avec un adoucissement linéaire (Eq. 3). L'utilisation du critère de Benzeggagh-Kenane permet de bien prendre en compte les modes mixtes pour les matériaux composites [3, 14].

$$\left(\frac{\langle \sigma_n \rangle}{\sigma_n^0}\right)^2 + \left(\frac{\langle \sigma_s \rangle}{\sigma_s^0}\right)^2 + \left(\frac{\langle \sigma_t \rangle}{\sigma_t^0}\right)^2 = 1$$
(2)

$$G^c = G_n^c + \left(G_S^c - G_n^c\right) \left(\frac{G_S}{G_n + G_S}\right)^\eta \tag{3}$$

Avec G_n l'énergie de fissuration en mode I, $G_S = G_s + G_t$ l'énergie de fissuration en mode II et G^c le taux de restitution d'énergie global critique.



FIGURE 5 - Illustration d'une réponse en mode mixte dans une zone cohésive

La modélisation est une représentation du stratifié sur 80mm de long, longueur observée expérimentalement. Plusieurs zone cohésives représentant chacune une fissure transverse sont introduites dans le modèle. Le nombre de fissures modélisé est supérieur au nombre de fissures observé expérimentalement à saturation ou avant rupture de l'éprouvette. La raideur, K, des zones cohésives doit être suffisante pour ne pas modifier la raideur du stratifié. La cellule peut être soumis à une sollicitation thermique par l'introduction d'une variation de température sur tous les nœuds du modèle. Le chargement mécanique est uni-axial. Une extrémité du stratifié est encastrée et la seconde pilotée en déplacement suivant la direction longitudinale.

La difficulté réside dans la description de la progressivité du phénomène de fissuration transverse pilotée par l'état initial du matériau et notamment par la présence de défauts. Ces effets statistiques sont généralement modélisés par une approche probabiliste [9, 4]. Les variabilités se présentant généralement sous forme de défauts, elles ont tendances à abaisser localement les propriétés nominales du matériau. Nous choisissons donc une distribution asymétrique de type Weibull (Eq. 4). Dans cette étude, nous implémentons cette distribution sur la contrainte d'initiation normale σ_n^0 . Nous choisissons de ne pas affecter de variabilité sur l'énergie de fissuration, car en pratique chaque fissures transverses se développe instantanément sur l'épaisseur de la couche et une longueur importante, ce qui moyenne la valeur de l'énergie et l'effet des variabilités présentes dans la micro-structure.

$$P(\sigma) = 1 - \exp\left(\left[-\frac{\sigma - \sigma_{th}}{\sigma_0}\right]^k\right) \tag{4}$$

Avec $P(\sigma)$ la fonction de répartition ou la probabilité cumulée, σ_{th} la contrainte d'initiation de la fissuration, σ_0 et k des constantes à définir.

3.3 Identification et résultats

L'identification des paramètres régissant le comportement cohésif de l'endommagement modélisé est réalisé en plusieurs étapes. Dans un premier temps, une cellule mono-fissure est simulée (Fig. 6). Elle permet de définir les paramètres de raideur K et de viscosité numérique de la loi cohésive afin que le modèle reproduise bien le processus de création d'une fissure transverse qui, d'après les observations expérimentales, se fait de manière instantané et sur toute l'épaisseur du pli sollicité.

Dans un second temps, nous simulons un stratifié croisé constitué de plusieurs fissures modélisées par des zones cohésives (Fig. 7). Les effets de bords ne sont pas pris en compte car ils influent peu sur la fissuration d'un stratifié [0/90], la cellule est donc modélisée en 2D avec un seul élément volumique dans l'épaisseur. La déformation expérimentale relevée à l'initiation de la fissuration sur un pli épais (section 2) nous permet, via la théorie des stratifiés, de déterminer la contrainte associée. Le pied de la distribution choisie a une probabilité proche de 0 et cela n'aurait pas de sens physique de l'associé directement à la contrainte σ_{th} (Eq. 4). De ce fait, nous choisissons de recaler notre loi probabiliste pour que la contrainte d'initiation se produise à 1% de probabilité. Enfin, nous définissons les deux paramètres σ_0 et k afin que la progressivité du processus de fissuration soit bien représentée. Les valeurs d'énergie de fissuration G_n^c et G_S^c sont issues de la littérature [5].

La figure 8 présente les premiers résultats obtenus à l'aide du modèle. Afin d'observer la réponse du modèle pour une fissuration pilotée par un critère en contrainte et un critère énergétique, nous étudions le cas d'un pli à 90° épais, un pli d'épaisseur intermédiaire et un pli fin. Les résultats expérimentaux sont issus des essais présentés dans la section 2. Pour un même jeu de paramètres de la loi cohésive et de distribution des propriétés, le modèle capte bien les effets d'épaisseur de pli car les seuils d'initiation sont repoussés lorsque l'épaisseur du pli diminue. La distribution implémentée permet de retrouver l'allure des courbes expérimentales et notamment la progressivité du processus de fissuration transverses pour les trois épaisseurs de pli. Aussi, la saturation de l'endommagement pour le pli épais est bien représentée numériquement. Le résultat du pli intermédiaire indique une initiation progressive mais qui débute plus tard et croit ensuite plus rapidement que pour la courbe expérimentale. La courbe numérique du pli fin



FIGURE 6 - Modélisation d'une cellule unitaire avec une fissure transverse



FIGURE 7 – Modélisation d'un stratifié croisé multi-fissuré

figure une initiation de l'endommagement légèrement décalée mais tout aussi progressive que l'évolution de la fissuration expérimentale.

4 Conclusion

Cet article présente une méthode couplant des essais expérimentaux et un modèle numérique permettant de caractériser l'endommagement d'un composite stratifié de la température ambiante à -130°C. L'étude expérimentale est réalisée sur deux éprouvettes présentant des stratifications et des grammages différents permettant ainsi d'illustrer l'effet de l'épaisseur du pli sur la fissuration transverse. Les observations ont montré que les plis fins permettaient de repousser le seuil de fissuration et le taux de fissures transverses au cours du chargement et avant rupture. L'effet de la température est également abordé avec des essais expérimentaux menés à basse température. Nous avons observé que la diminution de la température n'influence pas le seuil de fissuration mais engendre une cinétique d'endommagement plus rapide avec des taux de fissures transverses plus important. La réduction de l'épaisseur des plis couplée à une diminution de la température permet donc de réduire significativement l'écart entre le début de la fissuration et la limite à rupture du matériau. Cette observation est intéressante d'un point de vue dimensionnement de réservoir cryogénique sans liner devant respecter à la fois un critère en résistance et en perméabilité. Enfin, un modèle de fissuration basé sur la méthode des zones cohésives est présenté. Ce dernier est confronté aux résultats expérimentaux à température ambiante pour trois épaisseurs de pli.



FIGURE 8 – $\overline{\rho} = f(\epsilon_{xx})$ - Confrontation modélisation numérique ZCM et essais expérimentaux à 20°C

Le modèle permet d'avoir de bonnes tendances sur l'évolution de la fissuration au cours du chargement. Les seuils de fissuration et l'aspect progressif de la fissuration sont bien représentés. La saturation de l'endommagement relevée expérimentalement dans le pli épais est également captée. Cela nous indique que la stratégie d'identification des paramètres de loi cohésive et de la distribution aléatoire est pertinente. Ces premiers résultats devront être confirmés par une étude de sensibilité des paramètres de la loi probabiliste et une confrontation à d'autres essais expérimentaux, notamment aux essais de fissuration à froid.

Remerciements

Les auteurs remercient le CNES et ArianeGroup pour leur soutien.

Références

- [1] Vernon T. Bechel, John D. Camping, and Ran Y. Kim. Cryogenic/elevated temperature cycling induced leakage paths in PMCs. *Composites Part B* : *Engineering*, 36(2) :171–182, March 2005.
- [2] Christophe Bois, Jean-Charles Malenfant, Jean-Christophe Wahl, and Michel Danis. A multiscale damage and crack opening model for the prediction of flow path in laminated composite. *Composites Science and Technology*, 97 :81–89, June 2014.
- [3] P. P. Camanho, C. G. Davila, and M. F. de Moura. Numerical Simulation of Mixed-Mode Progressive Delamination in Composite Materials. *Journal of Composite Materials*, 37(16) :1415–1438, August 2003.
- [4] D. M. Grogan, S. B. Leen, and C. M. Ó Brádaigh. An XFEM-based methodology for fatigue delamination and permeability of composites. *Composite Structures*, 107:205–218, January 2014.
- [5] Endel V. Iarve, Mark R. Gurvich, David H. Mollenhauer, Cheryl A. Rose, and Carlos G. Dávila. Mesh-independent matrix cracking and delamination modeling in laminated composites. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 88(8) :749–773, 2011.
- [6] R.Y. Kim, S. Sihn, and S.L. Donaldson. Effect of ply thickness on the damage development in composite laminates. volume 51, 2006.
- [7] Hisashi Kumazawa, Takahira Aoki, and Ippei Susuki. Influence of stacking sequence on leakage characteristics through CFRP composite laminates. *Composites Science and Technology*, 66(13):2107–2115, October 2006.
- [8] Hortense Laeuffer, Jamal Arbaoui, Christophe Bois, Florian Lavelle, Nicolas Perry, and Jean-Christophe Wahl. A new device to measure permeability evolution under pressure loading : Application to CFRP pipes. *Measurement*, 98:68–76, February 2017.
- [9] Hortense Laeuffer, Jean-Christophe Wahl, Nicolas Perry, and Christophe Bois. *Caractérisation et prédiction du réseau de fissures dans les composites stratifiés Application aux réservoirs de lanceurs spatiaux sans liner*. PhD thesis, Ecole des Ponts ParisTech, June 2017.
- [10] Erwann Le Goff, Christophe Bois, and Hervé Wargnier. A progressive intra- and inter-laminar damage model to predict the effect of out-of-plane confinement on pin-bearing behaviour of laminated composites. *Journal of Composite Materials*, 51(4):433–450, February 2017.
- [11] R. P. Reed and M. Golda. Cryogenic properties of unidirectional composites. *Cryogenics*, 34(11):909–928, January 1994.
- [12] J. B Schutz. Properties of composite materials for cryogenic applications. *Cryogenics*, 38(1):3–12, January 1998.
- [13] Eric H. Stokes. Hydrogen Permeability of a Polymer Based Composite Tank Material Under Tetra-Axial Strain. November 2003.
- [14] A. Turon, C. G. Dávila, P. P. Camanho, and J. Costa. An engineering solution for mesh size effects in the simulation of delamination using cohesive zone models. *Engineering Fracture Mechanics*, 74(10):1665–1682, July 2007.
- [15] T. Yokozeki, T. Aoki, and T. Ishikawa. Experimental cryogenic gas leakage through damaged composite laminates for propellant tank application. *Journal of Spacecraft and Rockets*, 42(2):363– 366, 2005.