

AMAC Infos

La gazette annuelle de l'AMAC

Dans ce numéro

P1 : Application stockage d'hydrogène ...

P4 : Tests instrumentés sur réservoirs ...

P10 : Caractérisation et modélisation ...

P17 : Vie de l'association

P19 : Vie des laboratoires

P25 : Agend'AMAC



Edito

Dans ce nouveau numéro d'AMAC Infos, les questionnements et travaux autour de la thématique des composites et énergies, comprendre ici réservoirs à hydrogènes, sont à l'honneur. Dans trois articles originaux, D. Perreux, puis E. Lainé, J.-C. Grandidier, J.-C. Dupré et enfin C. Bois, J.-C. Wahl vous présentent leur point de vue et expérimentations réalisées sur les réservoirs à hydrogènes. Enfin, un tour de laboratoire de l'ICube est proposé par N. Bahlouli.

N°

40

Application stockage d'hydrogène : quel avenir pour les matériaux composites?

par Dominique Perreux¹,

¹ : Université de Franche Comté, DMA/FEMTO-ST, 24 rue de l'Épitaphe 25000 Besançon.

Contact : dominique.perreux@univ-fcomte.fr

LE POINT SUR 25 ANS D'EXPÉRIENCE ACADÉMIQUES ET INDUSTRIELLES SUR LE DÉVELOPPEMENT DES SYSTÈMES DE STOCKAGE D'HYDROGÈNE ET L'ORIENTATION À VENIR AU DÉPARTEMENT DE MÉCANIQUE APPLIQUÉE DE L'INSTITUT FEMTO-ST.

Le Laboratoire de Mécanique Appliquée Raymond Chaléat a travaillé dès les années 80 sur le comportement des matériaux composites pour des applications dans l'énergie. Dans ce domaine, l'étude des canalisations pour le transport des fluides sous pression est très vite devenue une spécialité. Cela nous a permis d'engranger une grande expérience sur les structures réalisées par enroulement filamentaire, avec en particulier les développements de modèle élastoviscoplastique endommageable [1] prenant en compte l'environnement hygrothermique [2] permettant dans un second temps des approches fiabilistes du dimensionnement [3].

Fin des années 90, fort de nos compétences nous avons commencé les travaux sur le stockage d'hydrogène sous pression, d'abord sur des types III (liner métallique) [4], [5] puis sur le type IV (liner polymérique) début 2000 [6]. Nous avons intégré plusieurs consortium européens ou nationaux qui nous ont aidée dans l'orientation de nos travaux. Renommé en 2004, Département de Mécanique Appliquée de l'Institut FEMTO-ST, nous avons continué les travaux expérimentaux et de modélisation avec plusieurs gaziers. En 2007 une partie de l'équipe a créé la société MAHYTEC (Matériaux Hydrogène Technologie) pour concrétiser de façon industrielle les avancées que nous avons obtenues en concevant, fabriquant et commercialisant des réservoirs de type IV et des réservoirs à hydrures métalliques que MAHYTEC produit encore. Ces deux solutions de stockage offrent des performances complémentaires.

Parmi nos travaux qui ont justifié les choix industriels, l'abandon du type III a été validé par l'analyse des causes de fatigue précoce de ce

type de réservoir pour les fortes pressions [6]. Nous avons ainsi pu montrer l'existence d'une pression de transition qui fait passer la rupture en fatigue d'une forme matérielle à une forme structurelle. Ce point est lié à un couplage de comportement entre la structure composite de renfort et la structure du liner.

Dans la continuité de ces problématiques, nous avons constaté que si la structure composite entraîne le dimensionnement initial au burst, la durée de vie est souvent liée à un couplage entre liner et composite. Aussi depuis plusieurs années, nous investiguons différents modes de défaillance à long terme sur des réservoirs de type IV [7].

En sus de ces analyses, la croissance du marché des réservoirs sous pression comme le montre le graphique figure 1 sur la consommation de fibres de carbone a réorienté nos travaux sur la recherche d'optimum gravitationnel dans la fabrication et l'utilisation de type IV par exemple pour le transport de gaz (figure 2). Ainsi pour certaines applications, nous travaillons sur des stockages ultra-froids qui a pour but d'augmenter la densité d'hydrogène grâce aux faibles températures. Ce travail

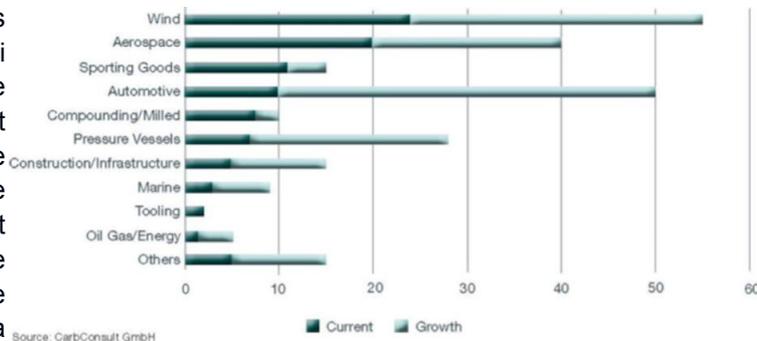


FIGURE 1 : DÉVELOPPEMENT DU MARCHÉ DES FIBRES DE CARBONE. ON REMARQUERA EN PARTICULIER LE CAS DU DÉVELOPPEMENT DES RÉSERVOIRS SOUS PRESSION QUI COMPTE EN PARTICULIER LES RÉSERVOIRS D'HYDROGÈNE SOUS PRESSION QUI DEVRAIT PASSER DE LA 6ÈME À LA 4ÈME PLACE EN TERMES DE SECTEUR DE CONSOMMATION [8]

entraîne de nouveaux questionnements sur le comportement de composites hautes performances à basse température, comme sur les problèmes d'interaction, d'effondrement ou de cavitation des liners dans ces conditions extrêmes.

D'un autre côté la diminution de l'empreinte carbone des réservoirs est également un sujet abordé sous plusieurs facettes. Par exemple nous développons dans le cadre d'un projet la réalisation de réservoirs de type IV renforcés par des fibres naturelles à la place de fibre de carbone.

On le comprendra le stockage d'hydrogène sous pression sera un gros consommateur de composite haute performance. Au fil du temps le panel de problèmes scientifiques abordé par le

DMA s'est élargi à de nouvelles questions qui dépassent le strict cadre technique comme la concrétisation industrielle de nos travaux ou la mise en pratique d'une philosophie d'écoconception. On pense qu'avec ce type de travaux et de réalisations nous contribuons à notre rôle de soutien au développement des connaissances, de soutien à l'économie et de soutien à la recherche de solutions technologiques pour un développement durable.



FIGURE 2 : BUNDLE DE RÉSERVOIRS DE TYPE IV POUR LE TRANSPORT D'HYDROGÈNE À 500BAR. CHAQUE RÉSERVOIR A UNE CONTENANCE DE 300LITRE (WWW.MAHYTEC.COM)

Références

- [1] D. PERREUX, F. THIEBAUD, CHAP. 24 : "Fatigue in filament-wound structures", A Review of the Science and Technology of the Fatigue Response of Fibre-Reinforced Plastics edited by B. Harris, ISBN-10: 0849317673, PP 644-657, WOODHEAD PUBLISHING, 2003
- [2] D.PERREUX, C. SURI, "A Study of the coupling between the phenomena of absorption and damage in a glass/epoxy composite pipes", Journal of Composites Science and Technology 57, 1403-1413,1997
- [3] F. RICHARD D. PERREUX, "Damage strength optimisation of laminates by a reliability-based method", Reliability Engineering and System Safety, 68, 53-59.2000
- [4] O. COMOND, D. PERREUX, F. THIEBAUD, M. WEBER; "Methodology to improve the lifetime of type III HP tank with a steel liner", International Journal of Hydrogen Energy (ref JCR), Vol. 34, Issue 7, April 2009, pp 3077-3090, 2009
- [5] D. CHAPELLE, D. PERREUX, "Optimal design of type 3 Hydrogen storage vessels : Part I : Analytical modeling of the cylindrical section", International Journal of Hydrogen Energy

31, (2006) 627 – 638

[6] D. PERREUX, L. FARINES, F. THIEBAUD, D. CHAPELLE, P. ROBINET, M. WEBER, H. BARTHELEMY, F. BARBIER, "Mechanical coupling between metal liner and composite structure in type III tanks during high pressure fatigue loading", 19 International Conference on Composite Materials, 28 July-02 August, Montréal, Canada, 2013

[7] M. MELNICHUK, Q. GARVAUD, F. THIEBAUD, D. PERREUX, "Numerical assessments of maximum depressurisation rate for polymer materials under high-pressure hydrogen", International Journal of Hydrogen Energy, Volume 46, Issue 53, 3 August 2021, Pages 27088-27095

[8] M. KECHIDI, "Le marché des matériaux composites", Nacelles [Online], 8 | 2020 Online since 20 mai 2020, connection on 31 mai 2023. URL : <http://interfas.univtlse2.fr/nacelles/919>

Tests instrumentés sur réservoirs composites H2 de type IV soumis à une pression

par E. Lainé¹, J.-C. Grandidier¹, J.-C. Dupré²

1 : Institut Pprime, UPR3346 CNRS, ISAE-ENSMA, Université de Poitiers, ISAE-ENSMA – Téléport 2 - 1 Av. Clément Ader - BP40109, F-86962 Futuroscope Chasseneuil Cedex

2 : Institut Pprime, UPR3346 CNRS, Université de Poitiers, ISAE-ENSMA, SP2MI – Téléport 2 - Bd Marie et Pierre Curie - BP30179, F-86962 Futuroscope Chasseneuil Cedex

Les réservoirs sous pression en matériaux composites sont désormais un moyen éprouvé de stocker de l'hydrogène comprimé. La combinaison d'un faible poids et d'une grande résistance mécanique les rend particulièrement adaptés aux applications nécessitant de grandes quantités de gaz dans un volume réduit et transportable, comme les réservoirs de carburant automobile ou les remorques de transport de gaz [1]. Ces réservoirs haute pression de type IV (hydrogène) sont constitués d'une enveloppe intérieure appelée liner polymère sur laquelle sont enroulées les fibres de carbone imprégnées d'une résine thermodurcissable. La résistance mécanique est

assurée par le composite, le liner assurant une grande partie de l'étanchéité au gaz. De nombreux travaux ont déjà été réalisés sur ces réservoirs, tant d'un point de vue expérimental que numérique. La prédiction de la pression maximale avant éclatement [2], l'effet des cycles thermiques [3-7], la tolérance aux défauts et aux dommages [8-11], la résistance au feu [12], le collapse du liner [13-14] ont été abordés à l'échelle de l'échantillon avec des développements expérimentaux et numériques spécifiques. Au cours des deux dernières décennies, des études ont aussi été conduites [2,7,15-28] sur les appareils à pression pour appréhender la réponse de la structure (éclatement, incendie, dommages, ...). Il est apparu en analysant les résultats que le passage du spécimen à la structure n'est pas entièrement validé par une comparaison poussée des modèles avec des mesures expérimentales à l'échelle du réservoir. Il est important de noter que les essais expérimentaux instrumentés sur les réservoirs ne sont pas systématiquement réalisés en raison du coût et

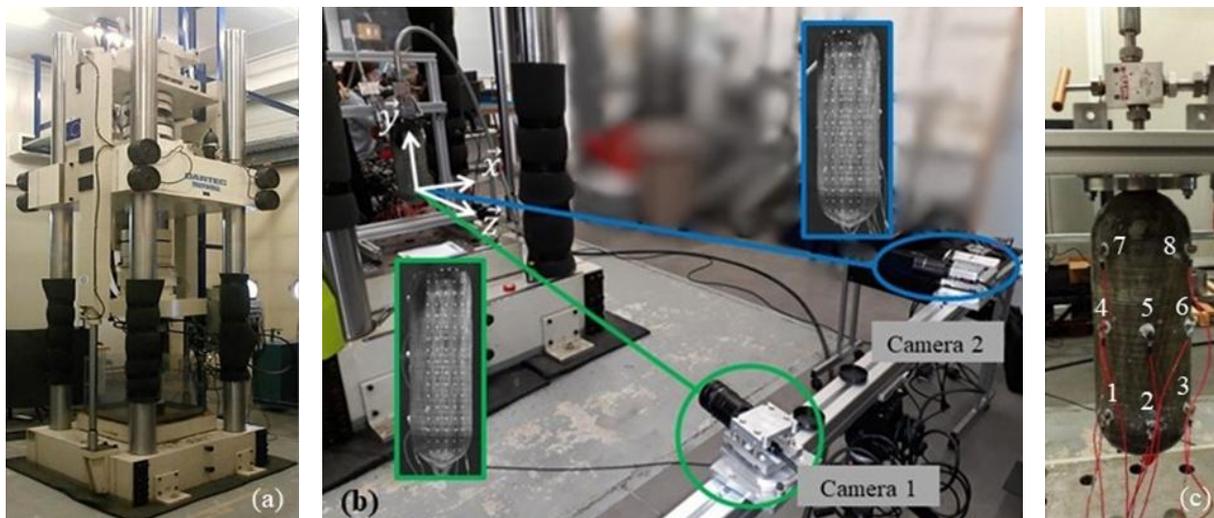


FIGURE 1 : (A) ENDOMAT – (B) MESURES OPTIQUES SUR LE RÉSERVOIR – (C) CAPTEURS D'ÉMISSION ACOUSTIQUE SUR LE RÉSERVOIR

de la complexité de mise en œuvre. Il n'est pas toujours possible de tester dans toutes les conditions requises par les spécifications une gamme de réservoir (2.4 L, 19 L, 36 L...) Cela sous-entend que les modèles numériques doivent être fidèles et cela passe par une confrontation numérique/expérience poussée qui nécessite la collecte d'un grand nombre d'informations, souvent en combinant plusieurs études métrologiques. C'est à cette condition qu'il sera possible de prédire les performances de multiples types de bouteilles.

L'institut Pprime s'est doté, il y a quelques années, d'une machine d'essais mécaniques triaxiales (Endomat) (figure 1a) qui permet de

réaliser des essais de traction-compression (1200kN), de torsion (55kNm) et couplée ou non à une pression hydrique interne (120MPa). Les dimensions de cette machine permettent de fixer de grandes structures sur le banc. Les trois axes de sollicitations pilotés indépendamment, imposent des charges statiques et dynamiques, éventuellement synchronisés, sur une plage de fréquences allant jusqu'à 10 Hz en fonction de l'amplitude des forces contrôlées.

En utilisant seulement la charge de pression, des essais instrumentés non destructifs sur des réservoirs de type IV soumis à une pression interne d'eau ont été réalisés, couplés à des mesures optiques (champs de déplacement 3D,

figure 1b) et à l'émission acoustique (EA, figure 1c) pour comprendre la cinétique de l'endommagement [29]. Des essais de charge-décharge ont été réalisés à des vitesses de 1, 10 et 100MPa/min jusqu'à une pression de 87.5MPa (pression de service), puis un essai cyclique (160 cycles). Dans leur utilisation courante, les réservoirs d'hydrogène sont soumis à une charge pneumatique, alors qu'ici les essais sont soumis à une charge hydraulique. Pour les contraintes générées, les différences entre ces deux types de chargement ne peuvent provenir que des couplages créés par la diffusion. Cependant, l'hydrogène génère très peu de volume lorsqu'il est dissous dans le liner ou le composite et n'affecte qu'à la marge le comportement des matériaux. Pendant la durée des expériences (cyclé), l'eau n'atteint qu'une très faible épaisseur du liner. Il est donc raisonnable de supposer que les deux charges mécaniques sont similaires. Il est évident que dans une phase de remplissage ou de vidange pneumatique, les températures n'évoluent pas de la même manière que dans les expériences sous l'eau. C'est un point qui nécessiterait une étude spécifique en jouant sur la température de l'eau injectée par des réchauffeurs et refroidisseurs en amont.

La méthode de mesure du champ de déplacements (et de déformations) à la surface du réservoir permet une parfaite connaissance de sa cinétique extérieure tridimensionnelle lors

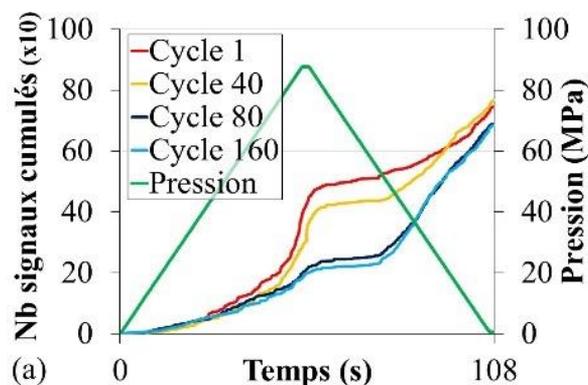


FIGURE 2. (A) NOMBRE DE SIGNAUX EA CUMULÉS ET PRESSION EN FONCTION DU TEMPS

d'un chargement complexe dans le temps (essai cyclé). Bien que les déplacements (et les déformations) soient faibles et réversibles, la technique de suivi stéréoscopique de marqueurs montre sa fiabilité dans l'obtention de mesures reproductibles sur une structure complexe (réservoir cylindrique) et elle permet de discerner certaines fluctuations. Cette réponse mécanique est mise en miroir des enregistrements acoustiques d'un réseau de capteur, bien que les niveaux de déformations soient limités, de nombreux signaux sont captés tout au long de l'histoire de chargements successifs de charge-décharge.

Le principal mécanisme mesuré dans tous les essais par l'émission acoustique correspond au frottement ou stick-lick. Celui-ci a été particulièrement mis en évidence en comparant

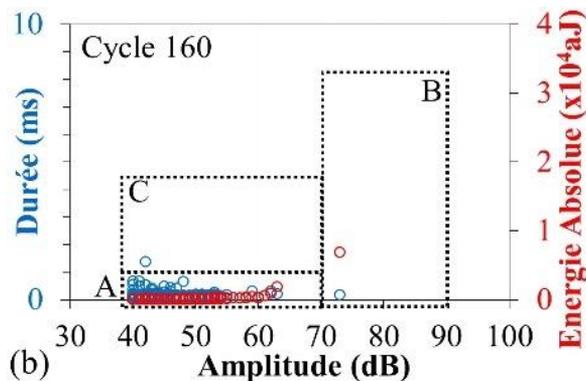


FIGURE 2. (b) RÉPONSE ACOUSTIQUE DE LA DURÉE ET DE L'ÉNERGIE ABSOLUE DES SIGNAUX EA EN FONCTION DE L'AMPLITUDE (CYCLE 160)

les émissions aux différents cycles de charge-décharge. Plus précisément, les figures 2a, 2b et 2c décrivent respectivement l'évolution du nombre de signaux EA cumulés pendant le premier, le quarantième, le quatre-vingtième et le cent soixantième cycle, la réponse acoustique de la durée et de l'énergie absolue des signaux EA en fonction de l'amplitude pendant le cycle 160 et le nombre de signaux de type A (duration < 1m/s, amplitude 40-70dB) par capteur lors du chargement et du déchargement sur un cycle pour chacun des trois cycles observés. En comparant plus en détail l'activité au cours des cycles (1, 80, 160), très peu de changements apparaissent, à l'exception d'une augmentation de l'activité au cours du premier cycle générée certainement par la mise en place de la structure. Cependant, il est important de noter

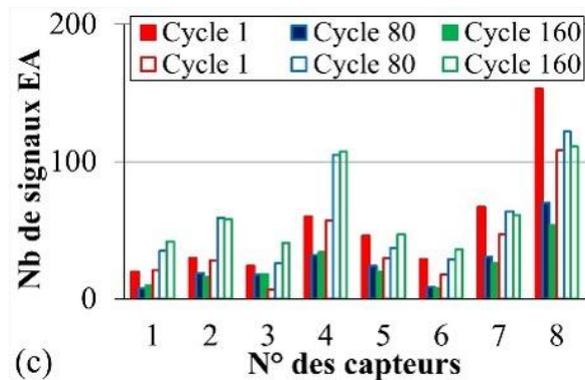


FIGURE 2. (c) NOMBRE DE SIGNAUX DE TYPE A PAR CAPTEUR POUR LES TROIS CYCLES 1, 80 ET 160 EN CHARGE (CARRÉ PLEIN) ET EN DÉCHARGE (CARRÉ CREUX)

que l'activité pendant les phases de déchargement est plus élevée que pendant les phases de chargement, ce qui suggère une origine "non matérielle" de l'émission. Si certains signaux dans la zone C (duration >1m/s, amplitude 40-70dB) sont présents au cours du premier cycle (à environ 50MPa), la figure 2b montre qu'ils n'apparaissent pratiquement plus au cycle 160. Les signaux de type B (amplitude >70dB) sont quasiment inexistantes dans la réponse acoustique lors de cet essai ce qui sous-entend que l'endommagement des fibres n'est pas actif pendant ce test. Pendant les cycles, les signaux de type A se reproduisent systématiquement, cependant, le nombre de signaux par capteur diminue proportionnellement aux cycles pendant la montée en pression (figure 2c) alors qu'il

augmente dans la phase de décharge. Enfin, le nombre global de signaux ne varie que de quelques unités entre le premier et le cycle 160. Ces résultats confirment l'existence d'un mécanisme de friction qui se déploie à chaque phase de charge-décharge. Cette friction est généralisée à l'ensemble de la bouteille avec une suractivité au niveau du dôme.

Dans les conditions d'essais choisies, le comportement de la structure est linéaire et réversible (petites déformations) ce qui confirme que l'EA est liée au frottement interne certainement via les interfaces des différents éléments de la bouteille. La capacité de cette métrologie pertinente aux petites déformations laisse envisager qu'à des pressions plus élevées, il sera possible d'appréhender le comportement mécanique du réservoir et de capter précisément l'amorçage et la propagation de l'endommagement du composite et des interfaces. Enfin, la corrélation essai/simulation montre qu'avec cet essai et la métrologie optique associée, il est tout à fait possible d'identifier un modèle de comportement sans faire appel à des essais sur échantillons. La confrontation du champ tridimensionnel mesuré et simulé sur toute la bouteille est porteuse de suffisamment d'informations pour une identification inverse. Cela sous-entend qu'un test de charge-décharge suivi d'un éclatement avec cette double métrologie doit suffire pour valider les modèles matériaux et numériques et

vérifier la santé de la matière au niveau des interfaces et du matériau.

Références

- [1] Barthelemy H, Weber M, Barbier F. Hydrogen storage: recent improvements and industrial perspectives. *Int J Hydrogen Energy*. 2017; 42:7254-62.
- [2] Berro Ramirez JP, Halm D, Grandidier J-C, Villalonga S, Nony F. 700 bar type IV high pressure hydrogen storage vessel burst – Simulation and experimental validation. *Int J Hydrogen Energy* 2015;40:13183-92.
- [3] Gentilleau B, Bertin M, Touchard F, Grandidier J-C. Stress analysis in specimens made of multi-layer polymer/composite used for hydrogen storage application: comparison with experimental results. *Composite structures* 2011;93(11): 2760-2767.
- [4] Gentilleau B, Touchard F, Grandidier J-C. Numerical study of influence of temperature and matrix cracking on type IV hydrogen high pressure storage vessel behavior. *Composite Structures* 2014;11:98-110.
- [5] Gentilleau B, Touchard F, Grandidier J-C, Mellier D. Numerical Determination and Experimental Validation of a Technological Specimen Representative of High-Pressure Hydrogen Storage Vessels. *Mechanics of Composite Materials* 2015;51:465-478.
- [6] Berro Ramirez JP, Halm D, Grandidier J-C, Villalonga S, Nony F. Experimental study of the thermomechanical behavior of wound notched structures. *Int J Hydrogen Energy* 2015;40:13148-159.
- [7] Bertin M, Touchard F, Lafarie-Frenot M-C. Experimental study of the stacking sequence effect on polymer/composite multi-layers submitted to thermomechanical cyclic loadings. *Int J Hydrogen Energy* 2010;35:11397-404.
- [8] Berro Ramirez JP, Halm D, Grandidier J-C, Villalonga S. A fixed directions damage model for composite materials dedicated to hyperbaric type IV hydrogen storage vessel – Part I: Model formulation and identification. *Int J Hydrogen Energy* 2015;40:13165-173.
- [9] Berro Ramirez JP, Halm D, Grandidier J-C, Villalonga S. A fixed directions damage model for composite materials dedicated to hyperbaric type IV hydrogen storage vessel – Part II: Validation on notched structures. *Int J Hydrogen Energy* 2015;40:13174-82.
- [10] Berro Ramirez JP, Halm D, Grandidier J-C. Assessment of a damage model for wound composite structures by

acoustic emission. *Composite Structures* 2019;214:414-421.

[11] Magneville B, Gentilleau B, Villalonga S, Nony F, Galiano H. Modeling, parameters identification and experimental validation of composite materials behavior law used in 700bar type IV hydrogen high pressure storage vessel. *Int J Hydrogen Energy* 2015;40:13193-205.

[12] Benelfellah A, Quach T, Halm D, Rogaume T, Bertheau D. Characterization and modelling of composite material behavior submitted previously to fire exposure. In: *Proc. 20th international conference on composite materials, Copenhagen, Denmark; 2015.*

[13] Pepin J, Lainé E, Grandidier J-C, Benoit G, Mellier D, Weber M, Langlois C. Replication of liner collapse phenomenon observed in hyperbaric type IV hydrogen storage vessel by explosive decompression experiments. *Int J Hydrogen Energy* 2018;43:4671-80.

[14] Pepin J, Lainé E, Grandidier J-C, Benoit G, Blanc-Vannet P, Weber M. Determination of key parameters responsible for polymeric liner collapse in hyperbaric type IV hydrogen storage vessel. *Int J Hydrogen Energy* 2018;43:16386-99.

[15] Bie H, Li X, Liu P, Liu Y, Xu P. Fatigue life evaluation of high pressure hydrogen storage vessel. *Int J Hydrogen Energy* 2008;35:2633-36.

[16] Halm D, Fouillen F, Lainé E, Gueguen M, Bertheau D, vanEekelen T. Composite pressure vessels for hydrogen storage in fire conditions: fire tests and burst simulation. *Int J Hydrogen Energy* 2017;42:20056-70.

[17] Blanc-Vannet P, Papin P, Weber M, Renault P, Pepin J, Lainé E, Tanchou G, Castagnet S, Grandidier J C. Sample scale testing method to prevent collapse of plastic liners in composite pressure vessels. *Int J Hydrogen Energy (Special Issue ICHS 2017)* 2019;44:8682-91.

[18] Knapp RH, Robertson IN. Fiber optic sensor system for filament-wound pressure vessels, *Proceedings of the International Offshore and Polar Engineering Conference (2000)*77–82.

[19] Degriek J, Waele WD. Embedded optical Bragg-sensors for monitoring of filament wound pressure vessels. *European J of Mechanical and Environmental Engineering* 1999;44:205-214.

[20] Walker JL, Russell SS, Workman GL, Hills EK. Neural

network/acoustic emission burst pressure prediction for impact damaged composite pressure vessels. *Materials Evaluation* 1997;55:903-907.

[21] Yao XF, Meng LB, Jin JC, Yeh HY. Full-field deformation measurement of fiber composite pressure vessel using digital speckle correlation method. *Polymer testing* 2005;24:245-251.

[22] Meng LB, Jin JC, Yao XF, Yeh HY. 3D Full-field deformation monitoring of fiber composite pressure vessel using 3D digital speckle correlation method. *Polymer testing* 2006;25:42-48.

[23] Gaşior P, Malesab M, Kaletaa J, Kujawińskab M, Malowanyb K, Rybczyńskia R. Application of complementary optical methods for strain investigation in composite high pressure vessel. *Composites Structures* 2018;203:718-734.

[24] Kwon JR, Lyu GJ, Lee TH, Kim JY. Acoustic emission testing of repaired storage tank. *Int J Pressure Vessels and Pipping* 2001;78:373-378.

[25] Lin S, Jia X, Sun H, Sun H, Hui D, Yang X. Thermo-mechanical properties of filament wound CFRP vessel under hydraulic and atmospheric fatigue cycling. *Compos Part B* 2013;46:227-33.

[26] Chou HY, Mouritz AP, Bannister MK, Bunsell AR. Acoustic emission analysis of composite pressure vessels under constant and cyclic pressure. *Composites: Part A* 2015;70:111-120.

[27] Dahmene F, Yaacoubi S, Mountassir ME, Langlois C, Barboux O. Towards efficient acoustic emission testing of COPV, without Felicity ratio criterion, during hydrogen-filling. *Int J Hydrogen Energy* 2016;41:1359-68.

[28] Liao BB, Wang DL, Hamdi M., Zheng JY, Jiang P, Gu CH, Hong WR. Acoustic emission-based damage characterization of 70MPa type IV hydrogen composite pressure vessels during hydraulic tests. *Int J Hydrogen Energy* 2019;44:22494-506.

[29] Lainé E, Dupré JC, Grandidier JC, Cruz M. Instrumented tests on composite pressure vessels (type IV) under internal water pressure, *Int J Hydrogen Energy*, 2021;46:1334-1346.

Caractérisation et modélisation multi-échelles des structures composites dédiées au stockage de gaz haute pression ou de liquides cryogéniques

Par Christophe Bois¹, Jean-Christophe Wahl¹

1: Université de Bordeaux, Arts et Metiers Institute of Technology, CNRS, Bordeaux INP, Hesam Université, Institut de Mécanique et d'ingénierie de Bordeaux (I2M)

La transition vers de nouvelles sources d'énergie implique le développement de nouveaux dispositifs de stockage tel que les réservoirs de gaz hautes pressions ou les réservoirs de liquides cryogéniques, en particulier pour l'hydrogène. Par ailleurs, la réduction de la consommation d'énergie dans les transports repose sur des structures légères et compactes. Grâce à leurs résistances spécifiques élevées, les matériaux composites constituent des solutions incontournables pour relever ces nouveaux défis.

Cependant, les exigences techniques peuvent

être très différentes selon les applications. En effet, à titre d'exemple la densité volumétrique d'énergie de l'hydrogène dépend fortement des conditions de stockage (pression / température) : 42 kg/m³ à la pression de 700bar et à la température ambiante, 71 kg/m³ à l'état liquide (température 20K, pression atmosphérique) et seulement 0,09 kg/m³ à pression atmosphérique et température ambiante. Ainsi, tandis que les réservoirs hyperbar semblent la meilleure solution pour le marché des véhicules particuliers de taille moyenne, les réservoirs cryogéniques semblent la seule solution viable pour les véhicules lourds, les trains et les avions. Notons que ces deux technologies conduisent à des verrous technologiques radicalement différents.

Réservoirs haute pression

Les réservoirs haute pression sont généralement constitués de parois épaisses en composites stratifiés renforcés de fibres de carbone réalisées par enroulement filamentaire (Figure 1). Par exemple, pour un réservoir de 50L, l'épaisseur de la structure dépasse 30mm,

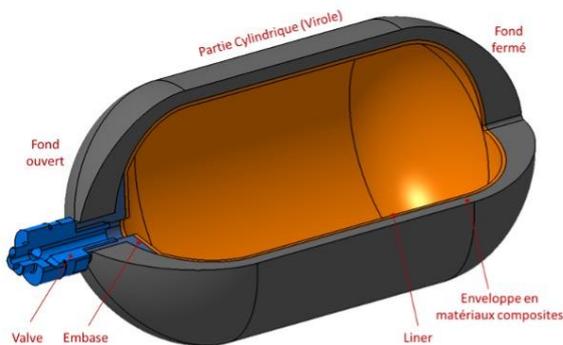


FIGURE 1 : CONSTITUTION SCHÉMATIQUE D'UN RÉSERVOIR DE TYPE IV

conduisant à des variabilités significatives des propriétés du matériau à travers l'épaisseur. Ainsi, la durée importante de fabrication engendre des variations de la viscosité de la résine au cours du procédé par voie humide. Combiné aux variations de tension de mèche dû aux différents angles d'enroulement, on obtient un compactage hétérogène du renfort fibreux. Les fractions volumiques de fibre et de porosité évoluent donc de manière complexe à travers l'épaisseur. Par ailleurs, les fonds des réservoirs

sont sujets à des glissements de mèches au cours de la dépose provoquant des variations et des incertitudes sur l'orientation du renfort et l'épaisseur des couches. Toutes ces variabilités engendrent des gradients de rigidité et de résistance, ainsi que des écarts sur les directions principales d'anisotropie par rapport aux valeurs nominales. La qualité de la prédiction de la pression d'éclatement repose sur la précision des champs de contraintes et de déformations ainsi que de la résistance locale sens fibre. Ceci nécessite d'introduire les propriétés locales effectives dans le calcul de structure comme illustré sur le synoptique de la Figure 2. Les travaux mentionnés ci-après sont issus de différentes collaborations, notamment dans le cadre du projet H2E (porteur AirLiquide, partenaire Stelia Composite, financement ADEME), mais également avec TOYOTA et plus récemment avec ARKEMA et TENSYL.

Pour répondre à cette problématique, nous avons tout d'abord développé une démarche expérimentale afin d'évaluer l'évolution à travers l'épaisseur de la fraction volumique de fibre, de la porosité et des épaisseurs de couche, à la fois dans la partie virole et dans les fonds, à partir d'échantillons extraits de réservoirs industriels [1,2]. On a ainsi mis en évidence la présence de porosités mésoscopiques longeant les mèches de fibres et des évolutions marquées du taux fibres en fonction de la

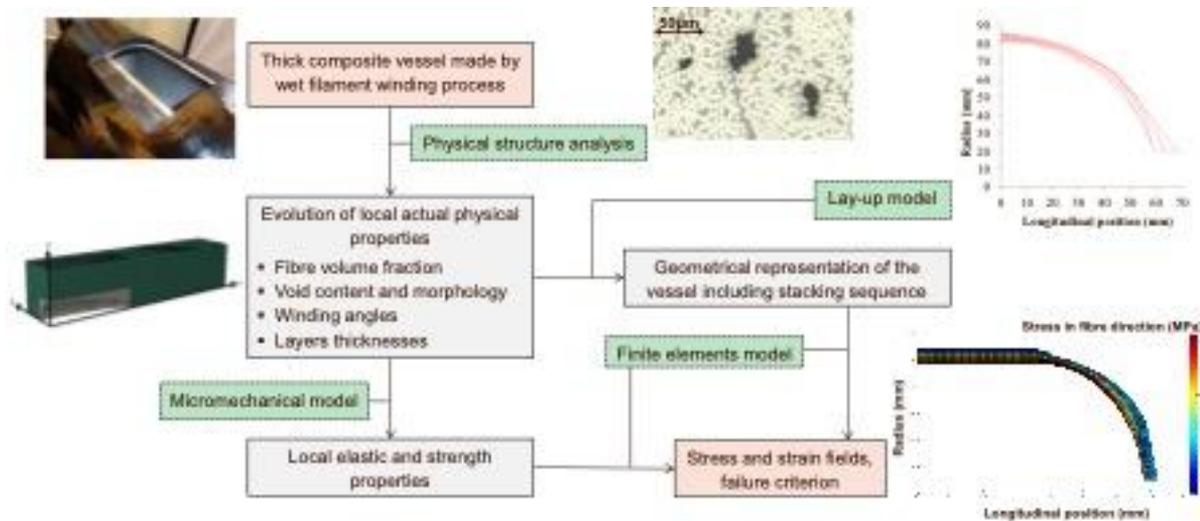


FIGURE 2 : SYNOPTIQUE DE L'ANALYSE STRUCTURALE MULTI-ÉCHELLE.

position des couches dans l'épaisseur et de leurs orientations (Figure 3). Des essais spécifiques utilisant des éprouvettes représentatives du procédé ou extrait directement de réservoirs ont été développés ou adaptés pour identifier les propriétés élastiques et la résistance du matériau [1,3,4]. Une procédure d'homogénéisation en deux étapes est mise en œuvre pour prendre en compte la fraction volumique de fibre, le taux de porosité, ainsi que le rapport d'aspect de ces porosités, et ce selon les distributions locales identifiées expérimentalement [2]. La première étape à l'échelle micro permet de prendre en compte le taux de fibre réel en s'appuyant sur le modèle

analytique d'Halpin Tsai, tandis que la seconde à l'échelle méso permet d'intégrer l'effet des porosités et s'effectue numériquement par homogénéisation périodique. Les constantes élastiques sont alors introduites dans un modèle éléments finis de la structure construit en reproduisant les épaisseurs et orientations des couches réelles, en particulier dans les fonds [2]. La pression d'éclatement est alors déterminée en appliquant un critère de résistance sens fibre incluant les résistances locales corrigées en fonction du taux de fibres et de porosités. Une étude de cas sur un réservoir de 95L a montré qu'avec la démarche proposée la pression d'éclatement était réduite de 7% par

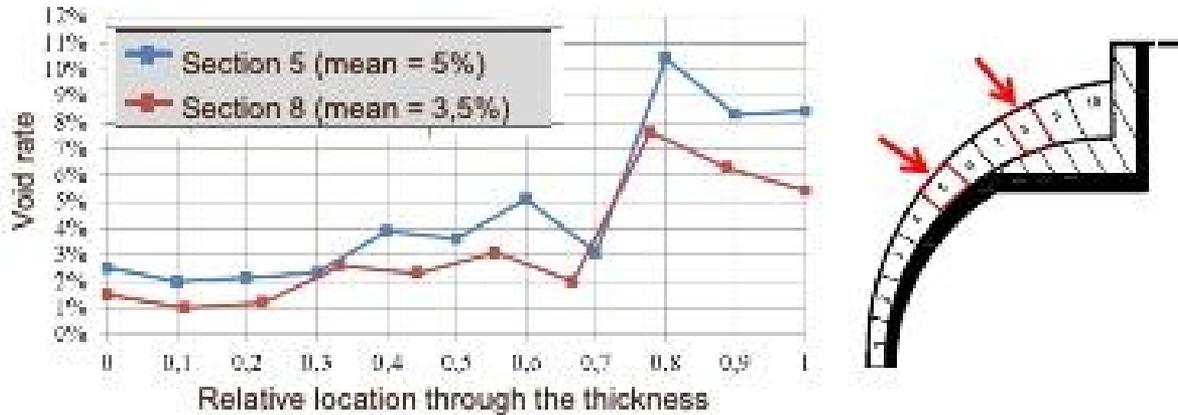


FIGURE 3: EVOLUTION DE LA POROSITÉ EN FONCTION DE LA POSITION DANS L'ÉPAISSEUR DANS DEUX ZONES D'UN FOND DE RÉSERVOIR.

rapport à une simulation considérant des propriétés homogènes appliquées sur la géométrie nominale.

Réservoirs cryogéniques

L'état liquide du combustible ne nécessite pas un stockage à haute pression, ce qui conduit à des structures d'épaisseur faible (quelques millimètres) et donc légères et moins coûteuses, même si l'isolation thermique requise pour ce type de stockage peut impacter significativement la masse et le coût. Dans ce cas, la suppression du liner est donc particulièrement intéressante car celui-ci représente une part significative de la masse et du coût. Toutefois, le

développement d'un réservoir tout composite fait de l'exigence d'étanchéité un défi difficile à relever. De nombreuses études ont mis en évidence le lien entre l'endommagement des composites et sa perméabilité, le mécanisme le plus critique étant la fissuration transverse qui génère des réseaux de fissures traversant. Ces fissures s'initient et coalescent significativement avant la rupture de la structure, tout particulièrement aux températures cryogéniques auxquelles les matrices polymères deviennent fragiles et pour lesquelles les contraintes d'origines thermiques se rapprochent de la résistance transverse.

Les premiers travaux sur ce sujet au sein de

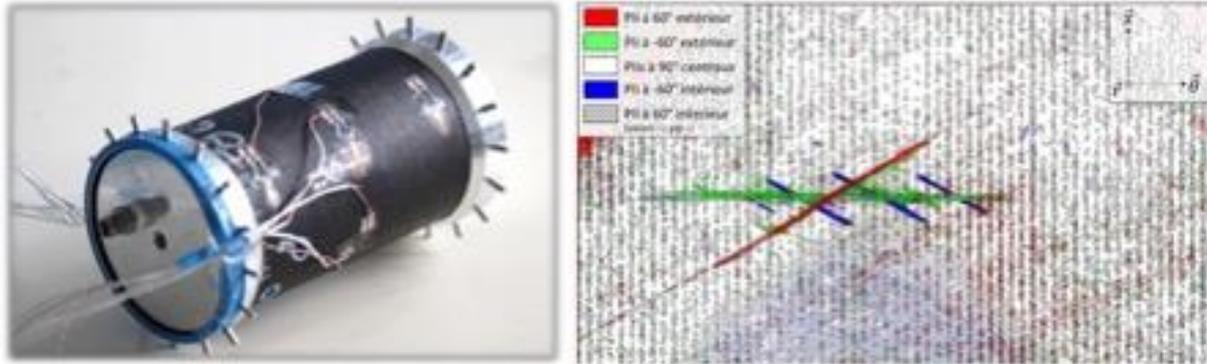


FIGURE 4: OBSERVATION PAR MICRO-TOMOGRAPHIE D'UN RÉSEAU DE FISSURES CONDUISANT À UN POINT DE FUITE DANS UN TUBE CHARGÉ BIAxiaLEMENT À -100°C .

l'I2M portaient sur le stockage de méthane ou d'oxygène pour les lanceurs spatiaux en collaboration avec le CNES et ArianeGroup. Plus récemment, nous travaillons avec AIRBUS, qui poussé par le besoin de décarbonation de l'industrie aéronautique, a lancé des projets ambitieux comme le concept ZEROe dans lequel l'hydrogène a une place importante.

Les activités visent à proposer un outil de prédiction des débits de fuite s'appuyant sur une compréhension fine du scénario d'accumulation des endommagements dans les différents plis d'un stratifié soumis à un chargement thermomécanique. La démarche d'analyse et de caractérisation repose sur des observations sous charge par microscopie et microtomographie des zones endommagées (Figure 4), parfois identifiées par de l'émission acoustique [5,6]. Des dispositifs expérimentaux

originaux permettent de créer un environnement cryogénique par pulvérisation ou immersion d'azote liquide autour d'éprouvettes droites sollicitées en traction ou de tubes soumis à un chargement biaxial [7–9]. Des essais virtuels basés sur des interfaces cohésives endommageables et la mécanique de la rupture incrémentale permettent de compléter les analyses expérimentales [10]. Ces deux approches complémentaires ont permis de construire un modèle mésoscopique par un changement d'échelle permettant de conserver le double critère énergie résistance pour simuler le développement du réseau de fissures [5,8]. Le modèle inclue ainsi à la fois l'effet de l'épaisseur des plis, les interactions entre les endommagements des plis adjacents et la variabilité des propriétés mécaniques (Figure 5). Il a été évalué sur des stratifications comportant

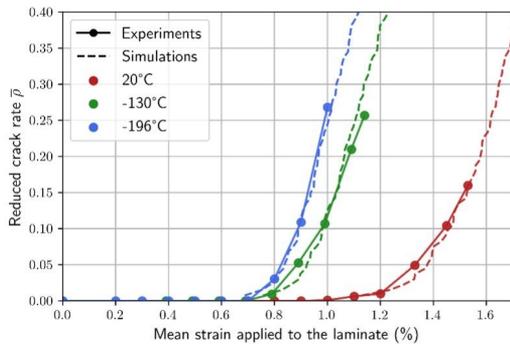


FIGURE 5: COMPARAISON DES CINÉTIQUES DE FISSURATION D'UN PLI DE 143 M OBTENUES EXPÉRIMENTALEMENT ET PAR MÉCANIQUE DE LA RUPTURE POUR DIFFÉRENTES TEMPÉRATURES.

jusqu'à 6 orientations différentes et soumises à un chargement biaxial. A ce jour il permet de prédire les taux de connexion entre plis et de quantifier ainsi l'apparition de chemin de fuite. Les travaux en cours visent à intégrer la prédiction du débit de fuite en prenant en compte l'ouverture du réseau de fissures sous chargement thermomécanique.

Références

- [1] Pilato A. Caractérisation des structures composites bobinées épaisses, application à l'étude du comportement de réservoirs de stockage d'hydrogène. Thèse de doctorat. Université Bordeaux I, 2011.
- [2] El Moussaid M. Analyse et intégration des spécificités liées au procédé de fabrication dans les modèles de calcul des structures composites application à la simulation du comportement mécanique des fonds des réservoirs bobinés. Thèse de doctorat. Université Bordeaux, 2016.
- [3] Perry N, Wahl JC, Bois C, Pilato A, Bernard A. Thick composite design for hydrogen vessels: A contribution to composite design method. CIRP Ann - Manuf Technol

2013;62:139–42.

[4] Bois C, Pilato A, Wahl J-C, Perry N. Proposal for a smart pressurised ring test to study thick composite produced by filament winding. *Compos Part B Eng* 2013;53:382–90.

[5] Laeuffer H. Caractérisation et modélisation des réseaux de fissures pour la prédiction de la perméabilité des réservoirs composites stratifiés sans liner. Thèse de doctorat. Arts et Metiers ParisTech, 2017.

[6] Bois C, Malenfant J-C, Wahl J-C, Danis M. A multiscale damage and crack opening model for the prediction of flow path in laminated composite. *Compos Sci Technol* 2014;97:81–9. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2014.04.002>.

[7] Accettura Y, Vereecke J, Briand T, Bois C, Wahl J-C. Experimental methods dedicated to the study of cracking process in laminated composites subjected to thermomechanical loadings. 16th Cryog., Dresden: 2023.

[8] Briand T. Caractérisation et modélisation de la relation entre l'endommagement et la perméabilité d'un composite stratifié en condition cryogénique. Thèse de doctorat. Université Bordeaux, 2021.

[9] Laeuffer H, Arbaoui J, Bois C, Lavelle F, Perry N, Wahl J-C. A new device to measure permeability evolution under pressure loading: Application to CFRP pipes. *Measurement* 2017;98:68–76. <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2016.11.023>.

[10] Vereecke J, Bois C, Wahl J-C. Study of intra- and inter-laminar damage interactions in laminated composites using finite fracture mechanics. 15th Int. Conf. Fract., Atlanta, USA: 2023.



RÉSERVOIR D'HYDROGÈNE TYPE IV HAUTE PRESSION (MAHYTEC)

Vie de l'association

JNC 2023

par Frédéric
THIEBAUD &
Vincent PLACET
(DMA/FEMTO-ST
Besançon)

frederic.thiebaud@univ-
fcomte.fr

La 23ème édition des Journées Nationales sur les Composites, JNC23, a été organisée par le département Mécanique Appliquée de l'Institut FEMTO-ST du 3 au 5 juillet 2023 dans les locaux de Supmicrotech-ENSMM à Besançon. Les JNC sont organisées bi-annuellement depuis 1978 sous l'égide de l'Association pour les MATériaux Composites (AMAC). Elles permettent périodiquement de faire le point sur les dernières avancées scientifiques et technologiques au sein de la communauté francophone. En



outre, elles constituent un lieu de rencontre et de débat privilégié pour les enseignants, chercheurs et industriels concernés par les composites. Cette édition, organisée pour la première fois à Besançon, sous la présidence de Frédéric Thiébaud et Vincent Placet, a été un grand succès avec près de 250 participants, une

"[...] conférences plénières traitant des sujets d'actualité tels que l'empreinte environnementale, la réparabilité et recyclabilité des composites [...]"

centaine de communication orales et une quarantaine de posters, qui ont permis d'apprécier les diverses avancées des champs scientifiques associés aux matériaux composites. Nous

avons également eu le plaisir d'accueillir des experts de renommée mondiale pour 4 conférences plénières traitant de sujets d'actualités tels que l'empreinte environnementale, la réparabilité et recyclabilité des composites, le développement de métasurfaces programmables biosourcées et biomimétiques, et portant également sur le rôle des composites dans la transition énergétique

avec l'exemple du stockage d'Hydrogène-Energie. Ces interventions ont été suivies de tables rondes accueillant des invités du monde socio-économique permettant de débattre des enjeux gravitant autour de ces thématiques. Nous vous donnons rendez-vous pour les JNC24 qui se dérouleront à Paris Saclay en 2025.



Vie des laboratoires ICube - Laboratoire des sciences de l'Ingénieur, de l'Informatique et de l'Imagerie - UMR7357

par Nadia Bahlouli

<https://icube.unistra.fr>

Créé en 2013 à partir de la fusion de plusieurs unités CNRS, le laboratoire des sciences de l'Ingénieur, de l'Informatique et de l'Imagerie (ICube) est une unité mixte de recherche qui a pour tutelle le CNRS, l'Université de Strasbourg, l'ENGEES, l'INSA de Strasbourg, et l'INRIA. Ce laboratoire, constitué de 17 équipes réparties dans quatre départements, rassemble aujourd'hui plus de 650 membres répartis sur 7 sites strasbourgeois avec le soutien de sept plateformes expérimentales et numériques indépendantes. Ce laboratoire a pour domaines d'applications privilégiés la santé et le développement durable. Les quatre départements sont :

- Département Informatique Recherche (D-IR) : il couvre de grands champs disciplinaires de la recherche en informatique et en sciences et technologies de l'information et de la communication.
- Département Imagerie, Robotique, Télédétection & Santé (D-IRTS) : ses activités de recherche concernent l'acquisition et le traitement du signal et des images, la vision, l'automatique, la robotique, la télédétection, les neurosciences et la biophysique.
- Département Électronique du Solide, Systèmes & Photonique (D-ESSP) : il couvre un large spectre, de la physique et technologie des composants élémentaires à la conception de systèmes instrumentaux électroniques et photoniques, en passant par le développement de procédés innovants.

- Département Mécanique (D-M) : ses activités de recherche et de valorisation concernent la mécanique des fluides dans ses composantes d'hydraulique, de rhéologie et de turbulence, les transferts réactifs avec des applications en traitement des effluents, la biomécanique et les relations entre imagerie médicale et propriétés mécaniques, la mécanique des matériaux multi échelles et l'évolutions de leurs microstructures, le génie civil et ses applications en géothermie et écoconception, la conception inventive et les systèmes de production et d'information.

Les activités en lien avec les matériaux composites étudiés à ICube relèvent

principalement de l'équipe MMB (Matériaux Multi Échelle et Biomécanique) et ponctuellement de l'équipe Génie Civil du département de Mécanique.

Dans l'équipe MMB, les activités de recherche se déclinent suivant trois thèmes :

- Thème 1 : Biomécanique des chocs, dynamique des matériaux
- Thème 2 : Tissus biologiques, biomatériaux et prothèses
- Thème 3 : Micro-Macro et procédés intelligents

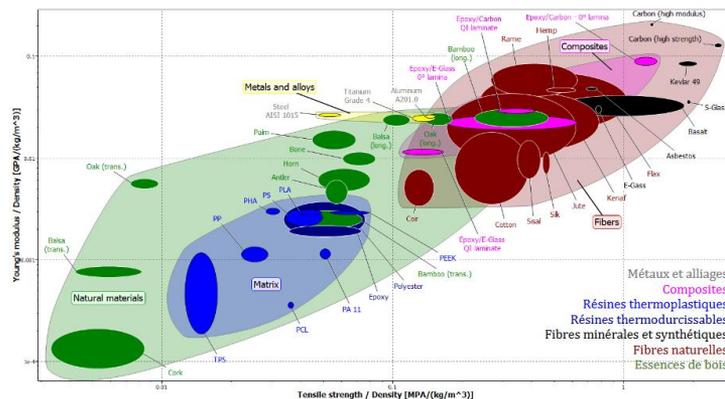


FIGURE 1 : LES DIFFÉRENTES ÉCHELLES CONSIDÉRÉES. A) DE L'ÉCHELLE DE LA FIBRE À L'ÉCHELLE DU DRONE. B) DIAGRAMME D'ASHBY : FIBRES NATURELLES – FIBRES SYNTHÉTIQUES – COMPOSITES – MÉTAUX ET ALLIAGES – POLYMÈRES (MATRICES) (OBTENU AVEC CES EDUPACK).

Thème 1

Les principaux enjeux scientifiques visés sont :

- Comprendre les mécanismes de la commotion cervicale sous chargement omnidirectionnel d'une part, cérébrale répétée d'autre part, pour l'aide aux sportifs et aux médecins. Pour cela, des méthodes expérimentales et numériques sont déployées. Ainsi, des enregistrements 6D d'événements sur athlètes (Auckland, Stanford, Jockeys, FFRM) sont réalisés, permettant ainsi de disposer d'un outil d'aide à la décision à destination du médecin du sport.
- Modéliser et simuler le blast et la balistique pour l'amélioration des protections. Pour cela, les phénomènes de blast expérimental et numérique sont mis en œuvre pour étudier les effets sur l'animal et l'humain dans le but de développer des protections.
- Améliorer des systèmes de protection, BBD, matériaux et leur optimisation en composites, polymères et mousses à travers des projets industriels innovants. Participation conséquente aux activités normatives.

L'expertise acquise sur le comportement dynamique des polymères et composites couplée à une expertise reconnue en approche multi échelle a permis de produire de nouvelles données sur des nouveaux matériaux

biosourcés permettant ainsi d'ouvrir le champ d'application de ces matériaux éco responsables (Projets ADEME : RECYPRO (comportement dynamique des polypropylènes chargés et non chargés), ECOTREVE (composites fibres de verres longues/polypropylènes recyclés), COCCY-Bio (composites fibres courtes polypropylène/déchets du bois)).

Dans le cadre d'un projet dédié au développement d'un drone éco-conçu, la fibre de lin (EcoTechnilin) a été proposée pour remplacer la fibre de verre (figure 1) et la matrice époxy a été remplacée par la matrice Elium (Arkema). Bien que les propriétés mécaniques spécifiques soient similaires à celles des fibres de verres, la grande variabilité des propriétés mécaniques représentée par la taille du nuage correspondant au lin est significativement plus importante que celle du verre (figure 2).

Les effets de vitesses sur la fibre de lin seule puis sur le composite lin/Elium ont été mesurés et modélisés dans le cadre de la thèse de M. Lefèbvre (2022), (Figure 2). La grande variabilité des propriétés, observée au niveau des fibres, diminue lorsque les fibres sont noyées dans une matrice.

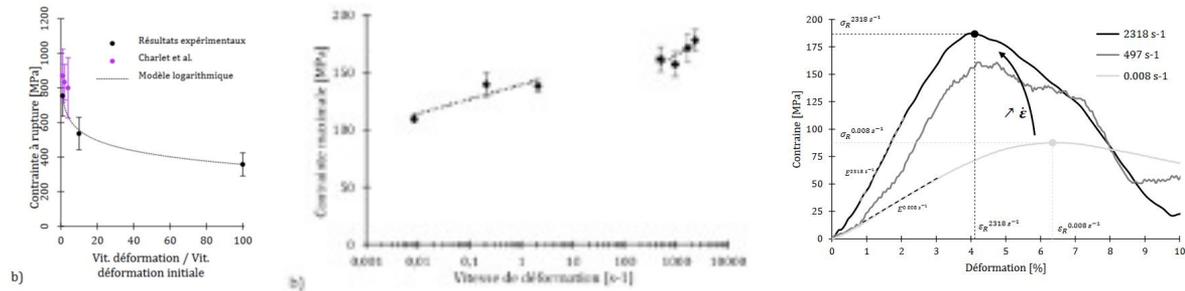


FIGURE 2 : EFFET DE LA VITESSE DE DÉFORMATION SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES : A) CONTRAINTE À RUPTURE DE LA FIBRE, B) CONTRAINTE MAX DU COMPOSITE LIN/ELIUM, C) EFFET DE LA VITESSE SUR EMPILEMENT $[0]_{40}$ À DIFFÉRENTES VITESSES DE DÉFORMATION AVEC MODÉLISATION PAR LOI DE COMPORTEMENT (THÈSE DE M. LEFÈVRE (2022)).

Thème 2

Ce thème est essentiellement orienté vers les systèmes médicaux, la planification opératoire et le développement de simulateurs pour l'enseignement de la micro chirurgie et de la chirurgie avec une approche patient-spécifique. Ce thème a la particularité d'être animé par une équipe composée de 50% de praticiens hospitaliers principalement les orthopédistes des HUS (Hôpitaux Universitaires de Strasbourg).

Les objectifs sont ainsi de :

- construire des modèles de substitution des tissus biologiques et des organes fondés sur des techniques d'homogénéisation permettant d'intégrer les microstructures complexes, de l'échelle cellulaire aux microconstituants, des vaisseaux au système squelettique, pour reconstruire des phénomènes macroscopiques.
- Évaluer mécaniquement et numériquement les implants d'ostéosynthèse et les os prothésés

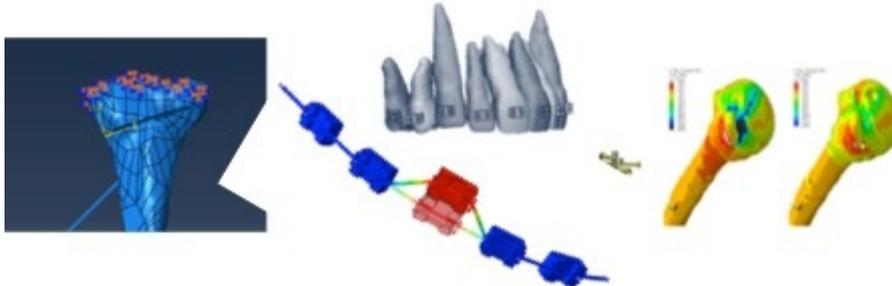


FIGURE 3 : SIMULATION DE L'OSTÉOTOMIE TIBIALE DE VALGUS (GAUCHE). MODÉLISATION DES ARCS ORTHODONTIQUES (MILIEU). INFLUENCE D'UN CLOU INTRAMÉDULAIRE SUR LE CHAMP DE DÉFORMATION D'UNE TÊTE HUMÉRALE FRACTURÉE (DROITE).

Thème 3

Les objectifs sont de prendre en compte le numérique et les techniques d'IA pour améliorer la prédiction du comportement des matériaux lors des procédés pour aller vers le temps réel. Dans ce thème, les outils de changement d'échelles pour les matériaux hétérogènes ont deux objectifs :

- Comprendre la physique des procédés de fabrication des milieux considérés à chacune des échelles qui sont sujets à des phénomènes particuliers ;
- Être capable de changer d'échelle, c'est-à-dire de comprendre et prévoir les influences d'un phénomène se produisant à une échelle

donnée, sur les comportements à une autre échelle. Cet objectif est enrichi par des métrologies multi-échelles et par des mesures par imagerie en s'appuyant sur les instruments optiques et le savoir-faire de la plateforme IRIS.

Comme illustration de ce thème, prenons la modélisation et la simulation multiéchelle de la perte osseuse humaine en situation de microgravité (figure 4). La modélisation développée prend en compte la mécanobiologie cellulaire des ostéocytes, ostéoclastes et ostéoblastes, et reconstruit la perte osseuse qui en découle en absence de gravité. (Financement PICS CNRS et CNES) (Continuum Mechanics and Thermodynamics, 2019).

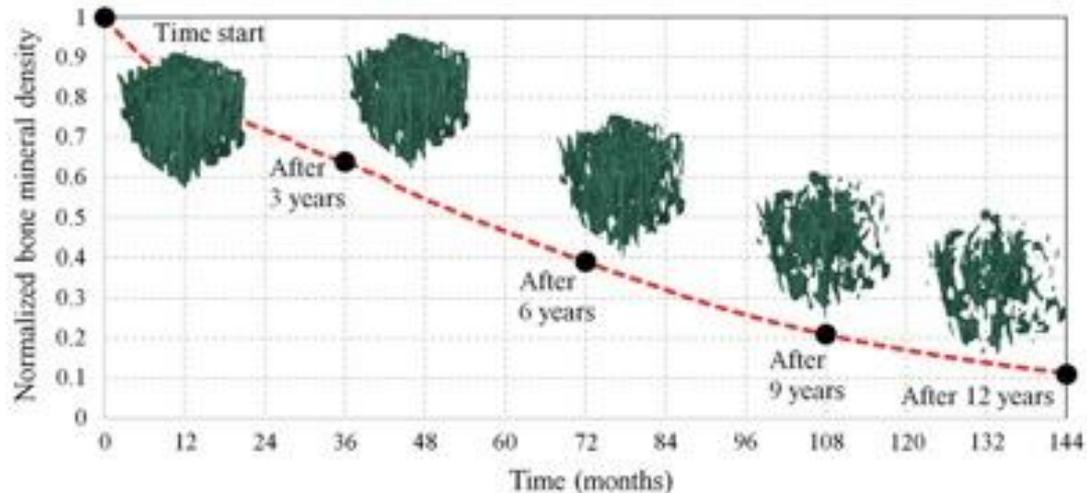


FIGURE 4 : MODÉLISATION ET SIMULATION MULTIÉCHELLE DE LA PERTE OSSEUSE HUMAINE EN SITUATION DE MICROGRAVITÉ.

Dans l'équipe Génie Civil, les travaux en relation avec les matériaux composites concernent plus particulièrement des dispositifs de renforcement ou d'anti-remontée de fissures des chaussées bitumineuses. Le but est le développement et le dimensionnement d'une solution durable du renforcement des infrastructures par des grilles en fibre de verre (figure 5), (ANR SolDuGri, 2020). Des essais de rupture et de fatigue sont ainsi réalisés sur des éprouvettes prélevées sur des grilles endommagées lors de la mise en œuvre.

Les verrous identifiés concernent :

- La détermination des propriétés résiduelles des composites,
- L'intégration de ces matériaux dans le critère de dimensionnement,
- L'Étude du collage entre couches de béton bitumineux et la remontée de fissure.

Les Principaux résultats sont :

- L'obtention d'essais discriminant pour les composites : résistance au compactage
- La réalisation d'essais de fatigue en flexion sur des poutres de béton bitumineux renforcées
- L'impact sur le dimensionnement des infrastructures de transport renforcées et
- La création d'un critère de dimensionnement

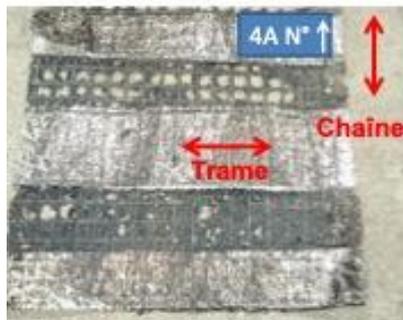


FIGURE 5 : A) CONSTRUCTION DES PLANCHES EXPÉRIMENTALES, B) GRILLE COMPOSITE, C) ESSAI DE FATIGUE AVEC SUIVI EXTENSOMÈTRE LASER.

Agend'AMAC

Conférences organisées ou parrainées par l'AMAC

JST AMAC

Vélizy-Villacoublay, France, 5 février 2024

Les approches multi-échelles dans la modélisation de matériaux et structures composites

Contact : A. Catapano, P.Y. Mechin - <https://jst-ameco-c.sciencesconf.org>

JST AMAC

Toulouse, France, 4 - 5 avril 2024

Mécanique de la rupture des composites

Contact : C. Bouvet - <https://jst-endo-rupture.sciencesconf.org>

JST AMAC

Albi, France, 28 - 30 mai 2024

Fin de vie et recyclage

Contact : M. Pucci, Q. Govignon - <https://jst-fvcomp.sciencesconf.org/>

Autres conférences

ECCOMAS

Lisbon, Portugal, 3 - 7 juin 2024

9th European COngress on Computational Methods in Applied Sciences & Engineering

Contact : <https://eccomas2024.org>

ECCM21

Nantes, France, 2 - 5 juillet 2024

21st European Conference on Composite Materials

Contact : <https://eccm21.org/>

Contacts

Adhésions

Formulaire téléchargeable sur le site de l'AMAC : www.amac-composites.org

Président de l'AMAC : Christian HOCHARD – hochard@lma.cnrs-mrs.fr

Secrétaire de l'AMAC : Federica DAGHIA – federica.daghia@ens-paris-saclay.fr

Trésorier de l'AMAC : Frédéric DAU – frederic.dau@ensam.eu

Liste de diffusion aux adhérents de l'AMAC

Pour les annonces de soutenances de thèses, propositions de sujets, conférences...

Envoyez un courrier électronique (sans pièce jointe) à : amac@enpc.fr

Rédaction AMAC Infos

Envoyez vos annonces à publier dans AMAC Infos à l'éditeur :

Pierre-Yves MECHIN – pierreyves.mechin@3ds.com

Dassault Systèmes, 10 rue Marcel Dassault – 78140 Vélizy-Villacoublay