

DESCRIPTION DES TRAVAUX DE THESE

Analyse et modélisation des contraintes d'origine thermique en régime permanent et transitoire pour la prédiction des seuils de fissuration dans les composites stratifiés dédiés au stockage cryogénique

1. CONTEXTE ET ETAT DE L'ART

Les travaux, qui s'inscrivent dans le cadre d'une collaboration initiée depuis plus de 5 ans entre l'Institut de Mécanique et d'Ingénierie de Bordeaux (I2M) et l'entreprise CMP Composites, concernent le développement de réservoirs pour le stockage de fluides cryogéniques (oxygène, hydrogène, méthane liquides) destinés aux secteurs spatial et aéronautique.

Au vu des fluides stockés, les structures et les matériaux constitutifs des réservoirs cryogéniques subissent des chargements thermomécaniques élevés qui pilotent leurs dimensionnements. Les alliages légers utilisés restent très compétitifs pour ce type de structure en raison à la fois de leur compatibilité physico-chimique avec certains fluides comme l'oxygène liquide, leur bonne propriété d'étanchéité et la maîtrise des procédés d'obtention. Toutefois, grâce à leurs propriétés spécifiques plus élevées, les matériaux composites renforcés par des fibres de carbone permettent d'envisager un gain de masse substantiel sous certaines conditions. Le choix d'un matériau composite pour le stockage de fluide implique généralement l'utilisation d'un liner pour assurer l'étanchéité. Or, pour les réservoirs basse pression dont l'épaisseur minimale pour la tenue mécanique est faible, ce liner pénalise fortement la masse. Ce liner, généralement en titane, pénalise également le coût de fabrication de la pièce.

L'enjeu est donc de développer des réservoirs cryogéniques performants, sans liner métallique et garantissant l'étanchéité sur toute leur durée de vie.

CMP Composites a mis au point une technologie brevetée basée sur un liner composite formé de deux demi-coques infusées, servant à la fois de support et de barrière étanche. Les couches structurales sont ensuite ajoutées par enroulement filamentaire, assurant la résistance mécanique. Cette méthode supprime le besoin de mandrin, simplifie la fabrication et offre plus de liberté de conception. La séparation des fonctions entre étanchéité (liner) et tenue mécanique (enveloppe) favorise des réservoirs plus légers et donc plus performants pour le stockage de fluides cryogéniques sous pression.

Les études montrent que les contraintes thermiques jouent un rôle majeur dans l'endommagement des composites, en raison des différences de dilatation entre fibres et matrice, particulièrement à basse température. La prédiction des contraintes résiduelles nécessite d'analyser la réticulation de la matrice et les gradients thermiques, ainsi qu'une approche multi-échelles pour modéliser l'apparition des fissures. Les modèles existants reposent souvent sur des simulations thermomécaniques non linéaires intégrant le comportement de la matrice selon la température et le type de matériau. Deux problématiques principales se dégagent de ces études : la mesure des champs thermiques et mécaniques lors de la fabrication et de l'utilisation, et la modélisation multi-échelles du comportement du composite jusqu'à l'apparition des fissures.

Les études précédemment menées à l'I2M ont permis de mettre au point des dispositifs expérimentaux pour étudier et caractériser la relation entre endommagement et perméabilité dans les composites stratifiés soumis à des sollicitations thermomécaniques [1–3]. Ces travaux ont permis de développer des modèles prédictifs exploitables en bureau d'étude [4–7]. Ces derniers et ceux disponibles dans la littérature montrent que les contraintes d'origine thermique jouent au premier ordre sur l'apparition des premiers endommagements en raison

des dilatations différentielles induites par la différence de coefficient de dilatation entre les fibres de carbone et la matrice polymère. Par ailleurs, lors des phases de remplissage des réservoirs, des gradients thermiques élevés peuvent se produire et générer des dilatations différentielles qui viennent s'ajouter à celles provoquées par l'incompatibilité des dilatations thermiques entre fibres et matrice. Ainsi, aux températures cryogéniques, l'état de contrainte dû aux seuls effets thermiques peut dépasser 50% de la résistance dans la direction transverse aux fibres. Pour analyser et prédire ces effets, un modèle thermique doit être couplé au modèle mécanique, car l'identification des comportements thermomécaniques nécessite un dialogue essais calculs sur des configurations représentatives en termes de géométrie de pièce (stratification, courbure) et de conditions limites (interactions mécanique et thermique avec l'outillage) tout au long du refroidissement. En raison du rôle majeur des contraintes résiduelles sur le seuil de fissuration, la modélisation du comportement du composite jusqu'aux températures cryogéniques et sous chargement mécanique jusqu'à l'apparition des premières fissures constitue un moyen de valider un modèle, voire d'identifier certains de ces paramètres. Cette stratégie amène ainsi deux principales problématiques :

- La mesure et l'analyse des champs mécaniques et thermiques lors du refroidissement pendant la phase de fabrication et lors de la phase d'utilisation
- La modélisation non-linéaire multi-échelles sur un volume représentatif incluant les déformations permanentes ou différées ainsi que les mécanismes de fissuration

2. OBJECTIFS ET DEMARCHE

Au vu des applications ciblées par CMP Composites, l'étude se focalisera sur le liner composite servant de support de bobinage car celui-ci constitue la première barrière d'étanchéité. En effet, étant constitué d'un renfort unidirectionnel de grammage intermédiaire, il présente généralement un seuil de fissuration plus élevé que celui du bobinage classiquement réalisé avec un grammage plus important. Par ailleurs, le liner étant réalisé par infusion, il présente moins de défaut (porosité, zone riche en résine, variation d'épaisseur ...). Le type de résine utilisé est généralement un époxyde, mais d'autres résines pourront être éventuellement étudiées.

Le premier objectif consistera à développer un banc d'essai représentatif multi-instrumenté permettant de suivre certains champs mécaniques et thermiques lors du refroidissement. Pour atteindre cet objectif, l'étude débutera par une première caractérisation statique thermique et mécanique, isotherme pour la température et quasi-statique pour le chargement mécanique, afin de découpler l'identification des propriétés élémentaires (chaleur spécifique, conductivité thermique apparente, diffusivité, coefficient de dilatation thermique, modules d'élasticité). Cette caractérisation sera suivie d'une caractérisation dynamique du comportement thermomécanique avec un régime thermique transitoire représentatif dans une gamme de température allant de la température de polymérisation jusqu'à 77 K (azote liquide). Des mesures jusqu'à 20K *via* un cryostat hélium liquide pourront être envisagées.

A partir de ces données et d'une modélisation thermomécanique, une ou quelques configurations d'échantillons représentatifs de l'application seront définies pour constituer le banc d'essai multi-instrumenté. On étudiera tout d'abord des géométries planes centimétriques, pour aller ensuite vers des configurations plus complexes, en introduisant une courbure. Avec le soutien du partenaire CMP Composites, un démonstrateur instrumenté de forme cylindrique (anneau ou tube) pourra être réalisé en fin de thèse.

Les champs de déplacement sur différentes faces (faces interne/externe, tranche) du composite seront obtenus par corrélation d'images, tandis que les champs de déplacement volumique pourront être obtenus par microtomographie *in situ*. Le champ de température en surface sera mesuré par micro-thermocouples type T

disposés à travers l'épaisseur et les surfaces (mesures primaires). Les mesures par caméra infrarouge seront réservées pour les pré-tests hors immersion et à l'étalonnage de surface (émissivité).

La représentativité du banc d'essai vis-à-vis de la phase d'utilisation (stockage cryogénique) consistera à reproduire sur l'échantillon composite les conditions thermiques vues par un réservoir complet, avec la superposition des différents éléments (paroi composite, isolant, paroi externe) et le tirage de vide éventuel entre les éléments. Des gradients thermiques seront introduits en contrôlant les températures sur les différentes faces des échantillons en chauffant ou refroidissant l'une ou les deux faces par conduction ou éventuellement par radiation ou convection.

Le second objectif consistera à développer un modèle micromécanique dans lequel le comportement non-linéaire de la matrice sera introduit [8,10]. La fibre sera considérée élastique orthotrope. L'évolution des propriétés de la matrice sur la plage de température allant de la température de réticulation jusqu'à la température de service cryogénique, sera modélisée en prenant en compte les transitions progressives de comportement et notamment les déformations permanentes ou différées, ainsi que les dilatations thermiques. Des expérimentations spécifiques qualitatives et semi-quantitatives, à l'échelle des constituants (microscopique), seront développées afin d'alimenter ce modèle. Cette modélisation se fera tout d'abord sur une cellule 2D représentative de stratifications simples unidirectionnelles et croisées. Pour les stratifications croisées, les plis orientés dans le plan de la cellule seront représentés de manière homogénéisée par un comportement orthotrope linéaire afin de réduire les temps de calcul. Les simulations permettront d'établir l'évolution des champs mécaniques et thermiques au sein de la microstructure au cours du refroidissement. L'amorçage de la fissuration transverse sera également représenté en vue d'obtenir un paramètre de comparaison avec l'expérience factuelle et cruciale vis-à-vis de l'application. Le champ de température sera tout d'abord imposé uniforme, puis des gradients pourront être introduits, notamment vis-à-vis des champs mesurés expérimentalement et d'une modélisation thermomécanique proche de celle mise en œuvre pour développer le banc d'essai.

Le dernier objectif consistera à valider le modèle micromécanique en le confrontant à des essais mettant en exergue l'effet des contraintes d'origine thermique. Deux types d'expérimentation seront mises en place. La première, classiquement utilisée dans la littérature en raison de sa facilité de mise en œuvre, consiste à fabriquer des stratifications non-symétriques et à mesurer l'évolution de leur courbure avec la température. A partir de la théorie des stratifiés et des coefficients de dilatation thermique, il est alors possible de remonter à la température libre de contrainte et ensuite au champ de contrainte résiduel pour chaque température. La seconde expérimentation vise à déterminer les seuils de fissuration sous sollicitation transverse à différentes températures et à les comparer avec ceux obtenus par simulations. Pour cela des essais de traction sur stratifiés unidirectionnels dans la direction transverse et des essais de traction sur stratifiés croisés avec observation sous charge seront réalisés. La confrontation essais calculs, qui débutera avant le milieu de la thèse, permettra tout d'abord de spécifier les besoins auxquels devront répondre les dispositifs expérimentaux et les outils de simulation, et ensuite d'identifier certains paramètres de modélisation difficilement accessibles par des caractérisations directes.

L'expérience du Laboratoire sur les méthodes expérimentales et numériques mises en œuvre dans cette thèse permettra de débiter les différentes activités dès la première année et ainsi de les faire dialoguer de manière itérative tout au long de la thèse.

REFERENCES

- [1] Klein T, Bois C, Wahl J-C, Petiot C. Effect of water absorption on transverse cracking in thermoplastic and thermoset matrix carbon fibre laminated composites at cryogenic temperatures. *Composite Structures* 2025;371:119445. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2025.119445>.

- [2] 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>.
- [3] 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. *The 16th CRYOGENICS*, Dresden: 2023.
- [4] Vereecke J, Bois C, Wahl J-C, Briand T, Ballère L, Lavelle F. Explicit modelling of meso-scale damage in laminated composites – Comparison between finite fracture mechanics and cohesive zone model. *Composites Science and Technology* 2024;253:110640. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2024.110640>.
- [5] Vereecke J, Bois C, Wahl J-C, Ballère L, Lavelle F. Analysis of Damage Interaction in Adjacent Plies of Laminated Composites Using Finite Fracture Mechanics 2024. <https://doi.org/10.2139/ssrn.5022773>.
- [6] 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.
- [7] Vereecke J. Vers une conception optimale des réservoirs composites pour le stockage cryogénique. Thèse de doctorat. Université Bordeaux, 2024.
- [8] Klein T, Bois C, Wahl J-C, Petiot C. Ply thickness effects on transverse cracking in cryogenic thermoplastic laminates. *International Journal of Mechanical Sciences* 2026:111351. <https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2026.111351>.
- [9] Mohamed Dkier. Etude rhéocinétique de polyamides HT / Application à la mise en forme de matériaux composites par des procédés réactifs. Université de Lyon, 2017.
- [10] Arteiro A, Catalanotti G, Melro AR, Linde P, Camanho PP. Micro-mechanical analysis of the effect of ply thickness on the transverse compressive strength of polymer composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 2015;79:127–37. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.09.015>.

Profil recherché

bac +5 (école d'ingénieur, master 2) spécialisé en mécanique/ingénierie des matériaux avec des connaissances en transfert thermique. Des connaissances ou expériences sur les matériaux composites stratifié ainsi qu'en modélisation multi-physique seraient un plus. Un attrait pour à la fois la mise en place de nouvelles expérimentations et le développement de simulation numérique est vivement souhaité.

Financement : convention CIFRE avec la société CMP Composites

Date de début visée : octobre-novembre 2026

Contact : Christophe Bois (christophe.bois@u-bordeaux.fr) et Fouzia Achchaq (fouzia.achchaq@u-bordeaux.fr)