

Analyse de la fatigue et de l'évolution du potentiel restant des composites unidirectionnels haute performance à base de fibres de carbone pour les applications de stockage d'hydrogène : Caractérisation à l'aide d'essais demi-disques sur anneau

Fatigue Analysis and Residual Strength Evolution of High-Performance Unidirectional Carbon-Fibre Composites for Hydrogen Storage Applications: Characterisation Using Split-Disk Ring Tests

**Wajih Akleh¹, Xavier Gabrion¹, Violaine Guicheret¹, Vincent Placet¹,
Guillaume Chabaud² et Frédéric Thiebaud¹**

1 : Université Marie et Louis Pasteur, SUPMICROTECH, CNRS, institut FEMTO-ST

F-25000 Besançon, France

e-mail : wajih.akleh@femto-st.fr

vincent.placet@univ-fcomte.fr

frederic.thiebaud@univ-fcomte.fr

xavier.gabrion@ens2m.fr

violaine.retel@univ-fcomte.fr

2 : MaHyTec SAS

6 Rue Léon Bel, 39100 Dôle Cedex

e-mail : guillaume.chabaud@mahytec.com

Résumé

Face au changement climatique, il est essentiel de disposer de sources d'énergie plus écologiques comme l'hydrogène en raison de sa nature propre et polyvalente. Le travail présenté dans cet article, réalisé dans le cadre du projet européen CAVENDISH (Clean Aviation), porte sur la caractérisation mécanique d'un matériau composite à fibres de carbone très haute performance de dernière génération pour son application dans le stockage de l'hydrogène pour l'industrie aéronautique. L'approche adoptée consiste en un chargement en fatigue du matériau sous forme d'anneau suivi d'un chargement quasi-statique jusqu'à la rupture afin d'évaluer son potentiel restant. Une campagne expérimentale multi instrumentée est menée à température ambiante où divers aspects des essais sont surveillés, tels que l'auto-échauffement du matériau et les scénarios de rupture à l'aide de différentes techniques de contrôle non destructif. Contrairement aux études existantes, le matériau présente une amélioration de 11 % de son potentiel restant après fatigue par rapport à la résistance quasi-statique du matériau vierge. Aucune différence statistiquement significative n'existe entre les anneaux testés jusqu'à différents nombres de cycles. Les données collectées indiquent une rigidification du matériau après quelques centaines de cycles. Davantage d'essais mécaniques et analyses de données sont en cours afin d'expliquer les origines du comportement de ce matériau.

Abstract

Facing climate change and pollution challenges, cleaner energy sources are essential, making hydrogen a key focus due to its clean, versatile nature. The work presented in this paper taking place in the frame of the CAVENDISH project focuses of the mechanical assessment of a latest-generation high-performance carbon-fiber composite material for its application in hydrogen storage in the aviation industry. The adopted study approach consists in fatigue loading the material in ring form using the split-disk method before loading it quasi-statically to failure to evaluate its residual strength after its fatigue life. An extensive experimental campaign is conducted at ambient temperature with various aspects of the tests being monitored such as the material self-heating, energetic fiber breaks, and acoustic emissions. Contrary to existing studies, the material showcases an 11% improvement of the residual quasi-static strength after its fatigue life compared to the quasi-static strength of the unsolicited material whereas no statistically significant difference exists between the rings tested up to different numbers of fatigue cycles. Collected data points towards a stiffening of the tested material occurring after a few hundred cycles. Further mechanical testing and data analysis is underway to form a full view of the material's behavior.

Mots Clés : Fibre de carbone ; fatigue ; potentiel restant ; caractérisation mécanique ; enroulement filamentaire.

Keywords: Carbon fibre; fatigue; residual strength; mechanical testing; filament winding.

1. Introduction

Dans le contexte du changement climatique et des problèmes de pollution, il est devenu impératif de passer à des sources d'énergie plus propres. Cette transition a stimulé une recherche scientifique importante dans divers domaines, l'hydrogène étant devenu l'un des principaux centres d'intérêt au cours des dernières décennies. L'hydrogène est une source d'énergie prometteuse en raison de sa nature propre et polyvalente [1]. Cette transition n'englobe pas seulement le changement de sources d'énergie, mais nécessite également le développement et l'essai de nouveaux matériaux et de nouvelles technologies afin de garantir leur viabilité et leur durabilité dans diverses applications liées à l'hydrogène.

Le stockage de l'hydrogène nécessite des réservoirs spéciaux adaptés à différentes plages de pression et de température. L'évolution de la technologie des réservoirs sous pression du type I au type IV souligne la recherche par l'industrie de solutions de stockage plus légères et plus durables. Les réservoirs de type IV renforcés par des matériaux composites à base de fibres de carbone sont devenus essentiels dans des applications telles que l'aviation, afin d'améliorer l'efficacité du stockage de l'hydrogène tout en préservant l'intégrité structurelle.

L'adoption croissante des technologies de l'hydrogène s'accompagne de la nécessité de disposer de matériaux fiables et robustes capables de supporter les conditions de service uniques de l'hydrogène. Les matériaux composites, légers et résistants, sont d'excellents candidats pour les infrastructures de stockage et de transport de l'hydrogène. Les composites à base de fibres de carbone, en particulier, sont couramment utilisés dans les réservoirs de stockage d'hydrogène à haute pression en raison de leurs propriétés mécaniques exceptionnelles. Toutefois, il est essentiel de veiller aux aspects sécuritaires de l'utilisation de ces matériaux à hautes performances.

Les essais mécaniques jouent un rôle essentiel dans l'évaluation de la durabilité et de la sécurité des composites à base de fibres de carbone utilisés dans les applications de l'hydrogène, et dans l'assurance de leur capacité à résister aux défis spécifiques des pressions (jusqu'à 1 000 bars) et températures extrêmes (de -40 °C à 80 °C) posées par le stockage de l'hydrogène. Diverses méthodes d'essai couplées aux techniques de contrôle non destructif sont essentielles pour évaluer les performances de ces composites dans différentes conditions de service potentielles.

Cet article présente le travail effectué dans le cadre du projet CAVENDISH (Clean Aviation) dans le but de prédire la durabilité du matériau composite étudié lorsqu'il est soumis à une charge de fatigue suivie d'un essai quasi-statique pour l'évaluation de la résistance résiduelle. Une approche statistique sert ensuite de base à l'évaluation des risques liés à la résistance à la fatigue du matériau, en mettant l'accent sur l'évolution de la résistance résiduelle en fonction du nombre de cycles subis.

2. Matériels et méthodes

Un matériau composite haute performance renforcé de fibres de carbone de dernière génération, qui ne peut être cité pour des raisons de confidentialité, constitue l'objet d'étude de ce travail. Les éprouvettes testées sont fabriquées par enroulement filamentaire sous forme de tube avec une orientation des fibres dans le sens circonférentiel. Ce dernier est ensuite découpé avec une scie diamant afin d'en prélever des anneaux. La résistance quasi-statique du matériau est déterminée sur la base d'essais de traction demi-disques sur anneau selon la norme ASTM D 2290 [2] sur une machine de traction hydraulique INSTRON 8501 munie d'un capteur de force de 100 kN. La Figure 1 montre le dispositif à demi-disques avec ses différentes parties ainsi que le principe d'un essai de traction ASTM D 2290 et l'état des contraintes générées dans l'anneau lors de l'essai. En plus de la contrainte circonférentielle, un moment fléchissant apparaît dans la zone utile du matériau à cause du

type de chargement. Malgré l'état de contraintes complexe du matériau, ce type d'essai, et contrairement à l'essai de traction classique sur des éprouvettes plates, permet de se rapprocher au mieux de la structure d'un réservoir de stockage de l'hydrogène d'un point de vue de la représentativité de l'éprouvette et de son mode de fabrication.

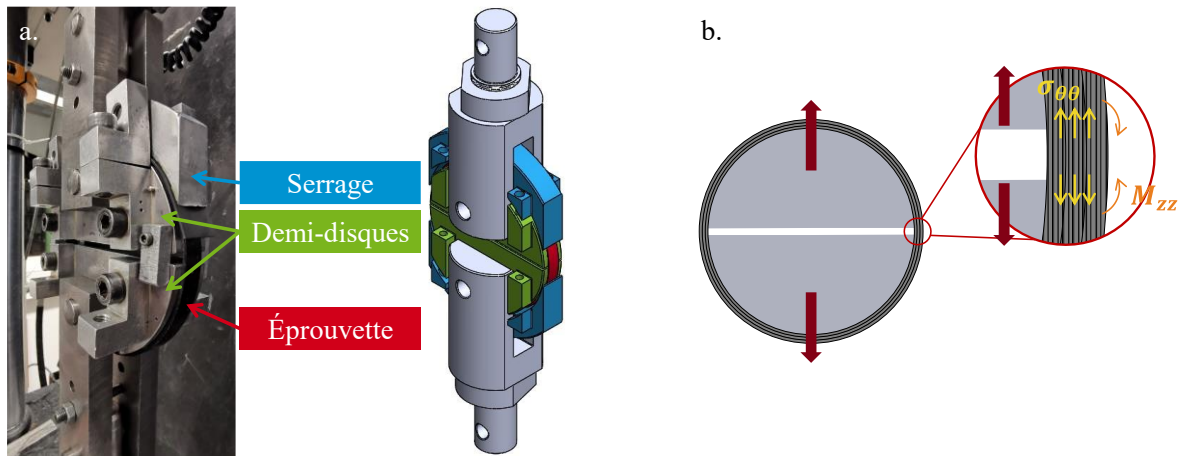


Figure 1. Dispositif d'essai à demi-disques (a) et principe d'un essai de traction ASTM D 2290 montrant l'orientation des fibres et l'état de contraintes généré par le chargement (b).

Une campagne de fatigue menée à température ambiante sur des anneaux simule la durée de vie d'un réservoir de stockage d'hydrogène. Les essais pilotés en force testent des anneaux sous une charge de traction consistant en un cycle initial à 70 % de la valeur moyenne de la résistance quasi-statique du matériau, suivi d'un certain nombre de cycles à une fréquence de 3 Hz et un ratio R de 0,1, allant de 1 000 à 50 000 cycles pour différents spécimens, à 55 % de cette valeur moyenne comme le montre la Figure 2.a. La valeur de force imposée est calculée préalablement aux essais en prenant en compte la section nominale des anneaux à tester dans les zones utiles.

Différents aspects des essais de fatigue sont surveillés à l'aide de divers types de capteurs : l'auto-échauffement du matériau est mesuré à l'aide d'un thermocouple en contact avec l'échantillon testé, une caméra infrarouge CEDIP JADE est utilisée pour détecter les ruptures de fibres énergétiques avec une fréquence d'acquisition de 5 Hz, une caméra optique Basler munie d'un objectif télécentrique capture la section de jauge de l'anneau avec une fréquence d'acquisition de 5 Hz, et des capteurs d'émission acoustique Micro80 de Mistras sont installés sur le montage pour enregistrer la réponse de l'échantillon à la charge et sa dégradation au fil des cycles à une fréquence de 1 MHz.

Après l'essai de fatigue, l'anneau est chargé jusqu'à la rupture selon la norme ASTM D 2290 (Figure 2.b) afin d'évaluer l'évolution de son potentiel restant en fonction du nombre de cycles subis.

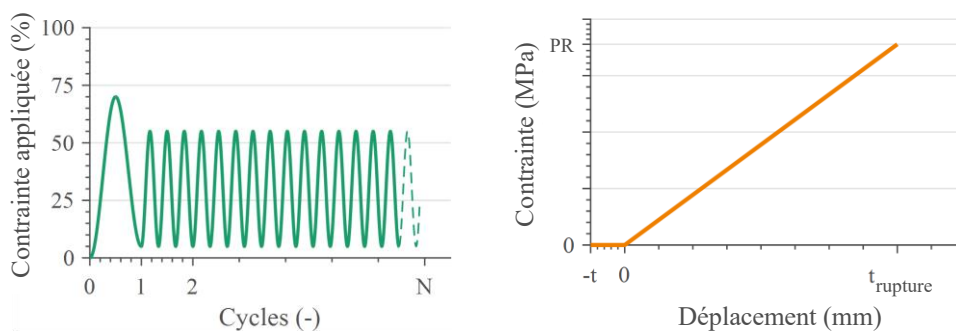


Figure 2. Protocole des essais de fatigue (a) suivis des essais quasi-statiques de potentiel restant (b).

3. Résultats et perspectives

Contrairement aux résultats de la littérature obtenus sur des éprouvettes stratifiées en composite à fibres de carbone [3-4], les premiers résultats concernant la résistance à la fatigue du matériau (Figure 3) montrent qu'en moyenne, la résistance quasi-statique résiduelle du matériau après fatigue augmente de plus de 11 % par rapport à la résistance du matériau vierge, quel que soit le nombre de cycles jusqu'à 50 000 cycles. La signification statistique de cette différence observée est évaluée sur 35 points de fatigue et 4 points quasi-statiques ; l'augmentation des propriétés mécaniques du matériau après une charge de fatigue est statistiquement significative dans un niveau de confiance de 95 %. Cependant, aucune différence statistique n'est constatée entre les échantillons qui ont subi différents nombres de cycles de fatigue.

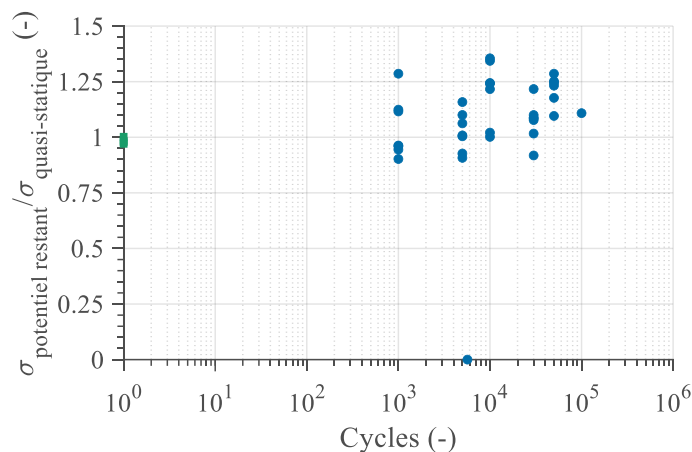


Figure 3. Résistance quasi-statique du matériau vierge et potentiel restant après fatigue normalisés en fonction du nombre de cycles de fatigue subis.

Une analyse des données de la machine d'essai révèle un comportement de rigidification du matériau observé par la diminution de l'amplitude du déplacement de la machine (Figure 4) systématiquement pour chaque spécimen testé après quelques centaines de cycles de fatigue. L'auto-échauffement des échantillons est enregistré à un niveau d'environ +20°C pour les essais les plus longs de 50 000 cycles (Figure 5). Les images de la caméra infrarouge (Figure 6.a, b, c) donnent un aperçu de la propagation des fissures dans l'anneau pendant le cyclage et de sa rupture progressive lors de l'essai de mesure de la résistance résiduelle. Les images de la caméra optique montrent l'état d'endommagement du matériau sous la forme de fissures de délaminage apparaissant dans son épaisseur après la fatigue (Figure 6.d, e, f).

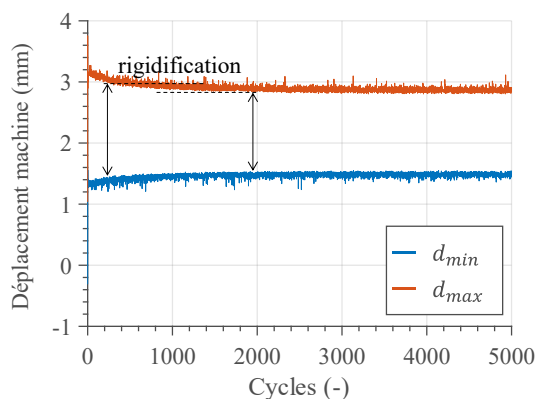


Figure 4. Évolution des déplacements minimaux et maximaux de la machine en cours de la fatigue du matériau pilotée en force.

Le traitement des données collectées, actuellement en cours, devrait permettre de mieux comprendre les phénomènes sous-jacents, tels que le réalignement des fibres [5] et la relaxation des contraintes résiduelles, qui se produisent dans le matériau au cours de sa durée de vie en fatigue et qui conduisent à la rigidification de l'échantillon testé [6] et à l'augmentation considérable de sa résistance à la traction après la fatigue. Les données d'émission acoustique seront examinées et mises en corrélation avec les vidéos prises par les caméras infrarouge et optique, ainsi qu'avec les données de sortie de la machine de traction, afin de créer une image plus complète du comportement du matériau, en se concentrant principalement sur sa dégradation et l'évolution de son endommagement. Des tests supplémentaires seront effectués pour obtenir un nombre satisfaisant de points sur lesquels une approche statistique avec un niveau de certitude fiable serait adoptée concernant l'évolution de la résistance résiduelle du matériau en fonction du nombre de cycles.

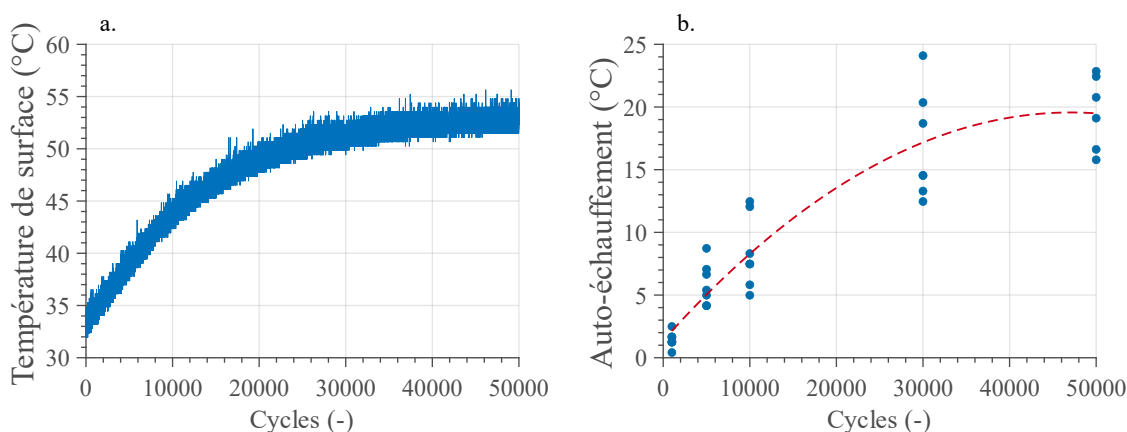


Figure 5. Evolution de la température de surface de l'échantillon (a) et de l'auto-échauffement du matériau (b) en fonction du nombre de cycles.

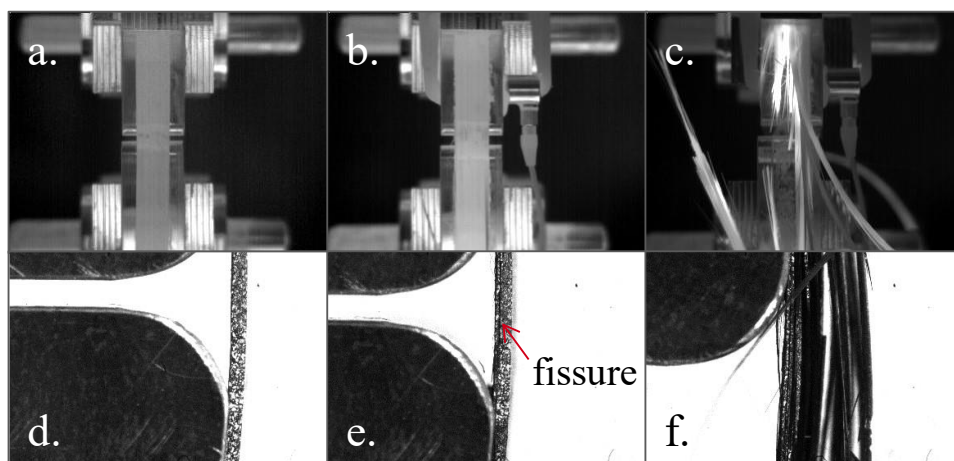


Figure 6. Images de caméra infrarouge (a, b, c) et optique (d, e, f) de l'anneau testé avant le chargement de fatigue (a, d), après la fatigue (b, e) et au moment de la rupture (c, f) pendant l'essai quasi-statique de potentiel restant.

Remerciements

Ce projet est financé par le programme de recherche et d'innovation Horizon de l'Union européenne dans le cadre de la convention de subvention n° 101102000. Le projet CAVENDISH est réalisé dans le cadre du programme Clean Aviation Joint Undertaking, le principal programme de recherche et

d'innovation de l'Union européenne visant à transformer l'aviation en un avenir durable et neutre sur le plan climatique.

Références

- [1] Hassan IA, Ramadan HS, Saleh MA, Hissel D. Hydrogen storage technologies for stationary and mobile applications: Review, analysis and perspectives. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 2021 Oct 1;149:111311.
- [2] « ASTM D 2290 - 00 - Standard Test Method for Apparent Hoop Tensile Strength of Plastic or Reinforced Plastic Pipe by Split Disk Method ». ASTM International, 2003.
- [3] Tserpes KI, Papanikos P, Labeas G, Pantelakis S. Fatigue damage accumulation and residual strength assessment of CFRP laminates. *Composite structures*. 2004 Feb 1;63(2):219-30.
- [4] Ganesan C, Joanna PS. Modeling the residual strength and fatigue life of carbon fiber composites under constant amplitude loading. *Mechanics of Advanced Materials and Structures*. 2020 Nov 2;27(21):1840-8.
- [5] Zhao Y, Vandepitte D, Lomov SV. Fibre misalignments in the split-disk test represented by random fields. *Composites Part B: Engineering*. 2024 Nov 1;286:111768.
- [6] Wang M, He M, Liang Z, Wu D, Wang Y, Qing X, Wang Y. Fatigue damage monitoring of composite laminates based on acoustic emission and digital image correlation techniques. *Composite Structures*. 2023 Oct 1;321:117239.