

Caractérisation de la perméabilité et du nombre de points de fuite

Sommaire

3.1	Objectif, cahier des charges et démarche	76
3.1.1	Objectif	76
3.1.2	Cahier des charges des dispositifs d'essai	78
3.1.3	Démarche générale de conception	80
3.2	Description et conception des dispositifs de mise sous charge et de mesure de perméabilité sur tube	80
3.2.1	Réalisation des fonctions FP1 et FP2	80
3.2.2	Réalisation des fonctions FP3 et FP4 pour le dispositif sans effet de fond	81
3.2.3	Réalisation des fonctions FP3 et FP4 pour le dispositif avec effet de fond et chargement axial	86
3.3	Méthode de mesure de la perméabilité, protocole et traitement des mesures	91
3.3.1	Méthode de mesure	91
3.3.2	Acquisition et traitement des données	95
3.3.3	Perméabilité du dispositif lui même et validation de la conception	98
3.3.4	Évaluation des incertitudes	99
3.4	Utilisation du dispositif sans effet de fond pour deux tubes composites	101
3.4.1	Paramètres expérimentaux	101
3.4.2	Résultats et analyse	102
3.5	Conclusion sur la caractérisation de la perméabilité et du nombre de points de fuite	108

3.1 Objectif, cahier des charges et démarche

3.1.1 Objectif

Le Chapitre 2 a permis d'établir qu'en raison de la complexité des connexions entre fissures transverses de différents plis, la description des réseaux de fissures par des densités d'endommagement ne pouvait suffire à identifier un modèle d'écoulement capable de prédire la perméabilité. De plus, le modèle de prévision des densités de croisements, de la percolation, ou les modèles d'écoulement nécessitent une validation expérimentale sur des échantillons et des chargements représentatifs de la complexité présente dans les structures industrielles. On cherche notamment à caractériser les liens entre le chargement, le nombre de chemins de fuite et la perméabilité que ceux-ci génèrent. Afin d'évaluer les fuites induites par l'endommagement (création de fissures formant des chemins de fuite) et le chargement (ouverture des fissures) en contournant les difficultés exposées en Section 1.3.6, on propose de concevoir des dispositifs expérimentaux qui permettent simultanément de charger mécaniquement des éprouvettes tubulaires, de mesurer leur perméabilité, et d'observer les points de fuite (sorties des chemins de fuite).

Pour mesurer la perméabilité, il est nécessaire de soumettre le tube à un gradient de pression. La pression pourra être mise à profit pour servir de chargement mécanique. On s'intéresse à trois cas¹ de chargement dans un tube sous pression, selon que les fonds du réservoir sont solidaires ou non avec celui-ci, et dans le cas de fonds solidaires, selon que les fonds sont ou non sollicités en traction en plus de la pression interne. Ces trois cas de chargement sont représentés en Figure 3.1 et détaillés ci-dessous. Dans un tube de faible épaisseur e devant son rayon R , ce qui sera toujours le cas pour les réservoirs de lanceurs, et sans effet de fond, la pression p génère un état de contrainte homogénéisé mono-axial tel que :

$$\sigma_{\theta\theta} = \frac{pR}{e} \quad (3.1)$$

où $\sigma_{\theta\theta}$ représente les contraintes circonférentielles. Avec effet de fond, l'état de contrainte est bi-axial proportionnel avec un rapport entre les contraintes circonférentielles $\sigma_{\theta\theta}$ et les contraintes axiales σ_{xx} tel que :

$$\frac{\sigma_{\theta\theta}}{\sigma_{xx}} = 2 \quad (3.2)$$

Si, en plus de la pression interne avec effet de fond, on ajoute un effort axial F , on

1. Le chargement en torsion, bien que non traité ici, est également envisageable en recourant à une machine de traction-torsion-pression comme dans [Mertiny and Gold, 2007].

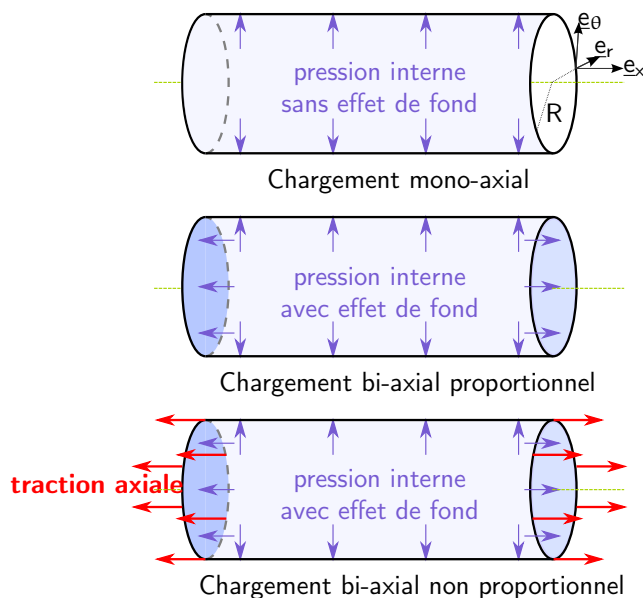


FIGURE 3.1 – Trois cas de chargement possibles dans un tube sous pression.

obtient des cas de chargements bi-axiaux et non proportionnels avec :

$$\sigma_{\theta\theta} = \frac{pR}{e} \text{ et } \sigma_{xx} = \frac{pR}{2e} + \frac{F}{2\pi eR} \quad (3.3)$$

Pour tous les cas de chargements, mono-axiaux ou bi-axiaux, mettre le tube sous pression implique de fermer le tube de manière étanche. Cela peut-être réalisé avec des bouchons qui viennent s'insérer à l'intérieur ou autour des deux extrémités du tube, en prévoyant un moyen pour les maintenir en place lors de la pressurisation. En revanche, le chargement avec ou sans effet de fond pose la question de la transmission ou non des actions axiales entre le tube et le système de fermeture. La solution retenue pour le dispositif de mesure devra donc être différente en fonction des besoins de multi-axialité. Le chargement mono-axial est le plus simple à mettre en œuvre puisqu'il minimise les interactions entre le tube et le montage. Cela permet de maximiser la longueur de la zone utile (non perturbée par le dispositif) du tube éprouvette par rapport à sa longueur totale. Cette solution est bien adaptée pour identifier des modèles de création de chemins de fuite ou de prédiction de la perméabilité. Les chargements bi-axiaux sont quant à eux plus complexes à générer en respectant le cahier des charges : les fonds et la traction axiale vont engendrer une zone de perturbation plus grande dans le tube. Malgré leur complexité, les chargements bi-axiaux sont intéressants car ils sont plus proches des efforts auxquels est soumis un réservoir de lanceur (*i.e.* pression interne et efforts structuraux). Ils peuvent donc être utiles pour valider les modèles identifiés, ou encore pour qualifier une stratification.

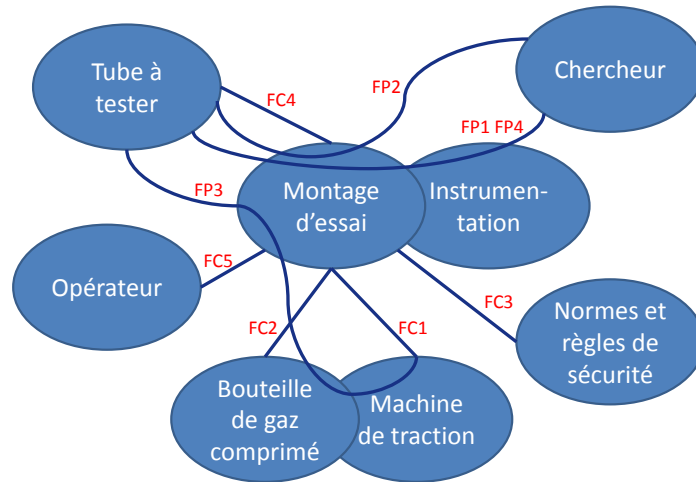


FIGURE 3.2 – Graphe des interacteurs d’un dispositif de mesure de perméabilité in-situ.

Cahier des charges des dispositifs d’essai

Les fonctions que doivent remplir les dispositifs expérimentaux peuvent être déduites du graphe des interacteurs présenté Figure 3.2. Ces fonctions sont listées dans la Table 3.1. La fonction principale FP1 consiste à mesurer la perméabilité, la déformation et la température au cours du temps. La fonction principale FP2 est de permettre au chercheur d’observer les points de fuites. Les deux autres fonctions principales garantissent la validité des mesures : le dispositif doit générer un état de contrainte uniforme dans le tube (FP3), et le dispositif doit être étanche (FP4). Il faut s’assurer que la zone d’influence dans laquelle le système d’étanchéité affecte les champs de contraintes ou de déformations reste d’une longueur petite comparée à la longueur du tube, et que la sollicitation maximale est située dans la zone utile pour éviter de générer de l’endommagement et des fuites en dehors de celle-ci, en particulier dans la partie du tube en contact avec le système d’étanchéité.

Le dispositif doit être conçu de manière à être raccordé à une bouteille de gaz comprimé pour régler la pression interne, puis fermé (fonction contrainte FC1) de manière étanche pour effectuer la mesure de perméabilité via la mesure de l’évolution de la pression en fonction du temps. La mesure de la température est utile en raison de son influence directe sur la pression interne (loi des gaz parfaits). La mesure de la déformation permet de contrôler l’homogénéité du chargement dans le tube, et de corrélérer les mesures sur tube aux observations d’endommagement effectuées sur les éprouvettes planes. Le dispositif doit aussi être adaptable à une machine

TABLE 3.1 – Cahier des charges fonctionnel d'un dispositif de mesure de perméabilité sur tube.

Fonctions	Critères	Valeur
FP1 Mesurer la perméabilité, la déformation et la température en fonction du temps	Précision de la mesure de pression δ/p_0	$2 \cdot 10^{-2}$ MPa
	Durée de la mesure	À définir en fonction de la perméabilité
	Sollicitation homogène dans la zone utile	
FP2 Permettre au chercheur d'observer les points de fuite	Accessibilité de la surface extérieure du tube	
FP3 Générer un état de contrainte uniforme, bi-axial ou non dans le tube	Longueur d'influence du dispositif de fermeture du tube par rapport à la longueur totale du tube	10 %
FP4 Assurer l'étanchéité	Perméabilité du montage	Inférieure à la perméabilité à mesurer
	Sollicitation maximale localisée dans la zone utile (pas de concentration de contrainte induite par le montage)	
FC1 Pouvoir être alimenté par une bouteille de gaz comprimé puis fermé	Raccord rapide 1/4"	
FC2 S'adapter à la machine de traction	Effort maximal	100 kN
	Longueur maximale	600 mm
	Diamètre maximal des mandrins pour l'insertion dans les mors	16 mm
FC3 Respecter les normes et règles de sécurité	Énergie maximale stockée dans le gaz comprimé	$5 \cdot 10^6$ Pa/L
FC4 S'adapter aux dimensions et raideurs des tubes	Diamètre intérieur	100 mm
	Épaisseur Stratifications	0.8 à 2 mm [+45/-45] ₂ et [90/-45/+45/90]
FC5 Être manipulable et ergonomique pour l'opérateur	Masse maximale du dispositif	10 kg

de traction (FC2) pour pouvoir appliquer au tube un effort axial et ainsi générer un chargement bi-axial non proportionnel. La fonction contrainte FC3 consiste à limiter l'énergie stockée dans le gaz comprimé pour respecter la norme de sécurité NF2 E29 761, ce qui revient à ne pas dépasser l'énergie maximale $E_{max} = p \times V = 50 \text{ bar.L}$, V étant le volume de gaz. Respecter cette norme évite d'avoir à confiner l'éprouvette pendant l'essai. Enfin, quand un tube est soumis à une pression interne, les déformations radiales entraînent une augmentation significative du diamètre du tube, qui dépendra de la raideur de celui-ci. Afin de pouvoir étudier différentes stratifications, le dispositif doit fonctionner pour une gamme suffisamment large de raideurs et d'épaisseurs de tubes. Les solutions seront donc évaluées pour deux tubes composites, l'un de stratification $[+45/-45]_2$ souple radialement (déplacement radial de 0.2 mm/MPa), et un tube de stratification $[90/-45/+45/90]$, plus rigide (déplacement radial de 0.047 mm/MPa).

3.1.3 Démarche générale de conception

Les exigences FP3 et FP4 peuvent sembler contradictoires dans la mesure où FP3 conduit à réduire les interactions entre le tube et le dispositif, tandis que FP4 nécessite de maintenir en contact le tube et le système d'étanchéité du dispositif. Une solution consiste à ajuster la raideur du système d'étanchéité afin de trouver le meilleur compromis pour les deux spécifications. Pour ce faire, les paramètres de dimensionnement sont le matériau, en particulier son module, et la géométrie du système d'étanchéité (épaisseurs, élancements, ajout de gorges). Les solutions sont évaluées en les modélisant par la méthode des éléments finis, et le compromis est recherché en réalisant une étude paramétrique. Dans la suite de ce chapitre sont présentés les deux dispositifs, l'un sans effet de fond, l'autre avec, conçus pour répondre à ces exigences.

3.2 Description et conception des dispositifs de mise sous charge et de mesure de perméabilité sur tube

3.2.1 Réalisation des fonctions FP1 et FP2

Les composants du système de fermeture du tube sont équipés l'un d'une arrivée de gaz et l'autre d'un capteur de pression. Le tube peut être pressurisé et la perte de pression mesurée au cours du temps, à partir de laquelle on pourra calculer la

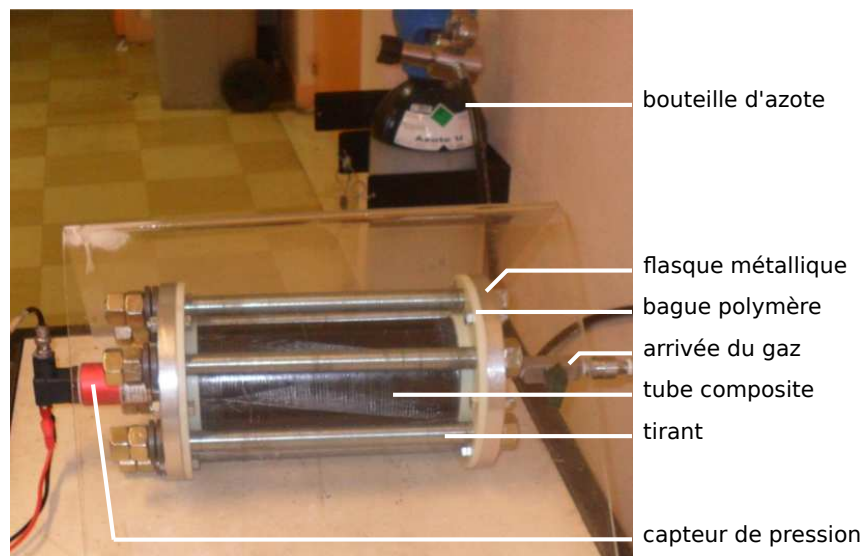


FIGURE 3.3 – Dispositif de mesure de la perméabilité sous chargement de pression sans effet de fond.

perméabilité. Avec les dispositifs proposés, les éprouvettes sont à l'air libre, ce qui permet de quantifier et localiser les points de fuite. Un cylindre plein en PVC est placé à l'intérieur du tube pour réduire le volume comprimé, ce qui permet à la fois de limiter l'énergie stockée dans le gaz comprimé et d'augmenter la perte de pression pour un débit de fuite donné.

La pression interne est réglée à l'aide d'une bouteille de gaz sous pression. Le gaz utilisé ici est l'azote mais peut être remplacé par l'hélium. Comme introduit dans l'état de l'art à la Section 1.3.2, la pression amont, qui est ici la pression interne, est désignée par p_0 , et la pression aval, ici la pression atmosphérique, par p_1 . Le capteur de pression est relatif et donne directement la différence de pression $p_0 - p_1$. En plus du capteur de pression, le tube peut être instrumenté avec des jauges de déformation et un capteur de température.

3.2.2 Réalisation des fonctions FP3 et FP4 pour le dispositif sans effet de fond

Description du dispositif

Le dispositif sans effet de fond, présenté en Figure 3.3, est constitué d'un tube fermé avec deux flasques. Les flasques sont équipés l'un du capteur de pression, et l'autre d'un raccord et d'une vanne pour l'arrivée du gaz. Entre le tube et les flasques, des bagues en polymère équipées de joints toriques assurent l'étanchéité du système.

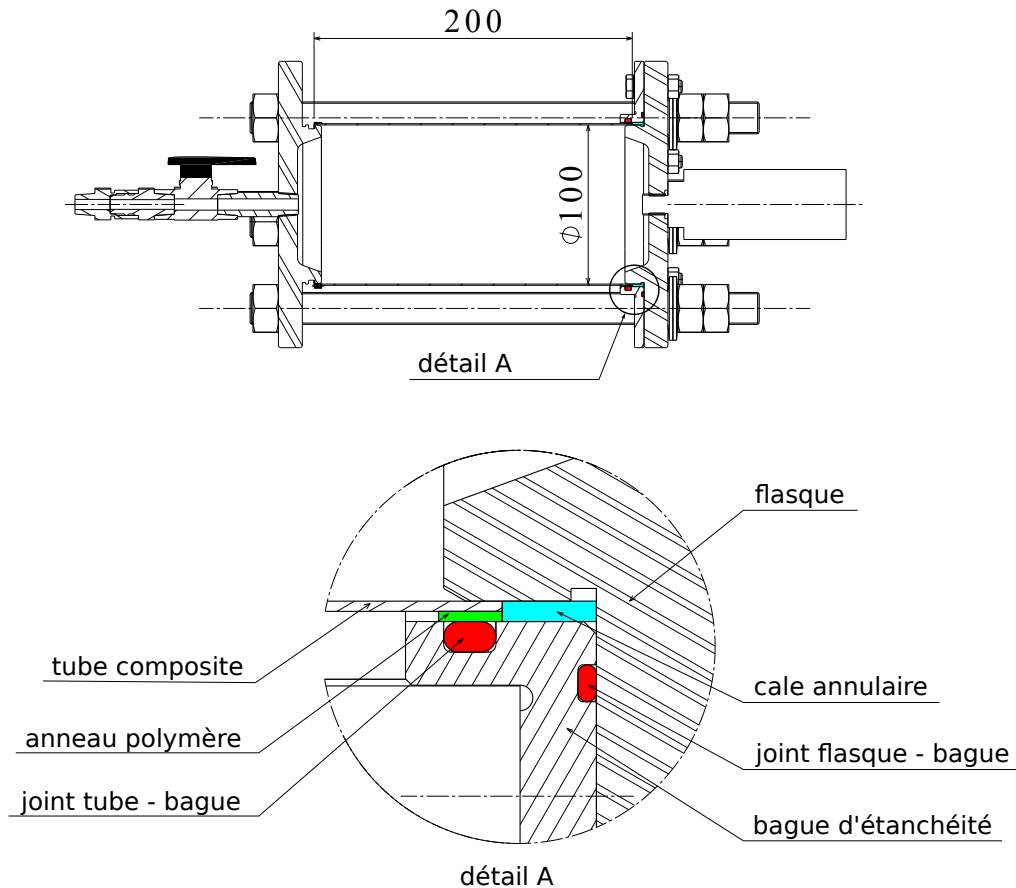


FIGURE 3.4 – Système d'étanchéité sans effet de fond.

Comme le diamètre d'un tube pressurisé augmente avec la pression interne, la manière la plus simple de garder les joints d'étanchéité en contact avec le tube à chaque instant est de les placer à l'extérieur du tube et de les maintenir avec une bague comme le montre la vue en coupe de la Figure 3.4. Le premier rôle de la bague d'étanchéité est de garder le joint torique dans sa gorge. Il faut pour cela s'assurer que l'intervalle entre la bague d'étanchéité et la surface de contact du joint est suffisamment petit pour éviter l'extrusion du joint. L'intervalle maximal acceptable en fonction du diamètre du tore et de la pression est fourni par le fabricant de joints. La bague d'étanchéité doit également avoir une certaine souplesse pour limiter la perturbation du chargement dans le tube. Cette souplesse est obtenue grâce à un module faible du matériau mais aussi grâce à l'élanement de la partie qui reçoit le joint. Une cale annulaire contrôle la position du tube par rapport au joint. Pour ajuster le diamètre externe de différents tubes, un anneau en polymère est collé à l'extrémité du tube. Cet anneau garantit aussi un bon état de surface pour l'étanchéité. L'étanchéité entre la bague d'étanchéité et le flasque est assurée par un deuxième joint torique.

TABLE 3.2 – Paramètres matériau utilisés pour la modélisation par la méthode des éléments finis.

Composant	Matériau	Paramètre matériau									
Cale annulaire	PVC	E 2.45	ν 0.3								
Bague d'étanchéité et bouchon	PA66	E 1.83	ν 0.3								
Bague d'étanchéité, bouchon et tube de référence	Alliage d'aluminium	E 70	ν 0.3								
Tube CFRP homogénéisé par la théorie des stratifiés	[+45/-45] ₂	$E_{\theta\theta}$ 16.58	E_{xx} 16.58	E_{rr} 8.5	ν_{xr} 0.1	$\nu_{r\theta}$ 0.1	$\nu_{x\theta}$ 0.763	G_{xr} 2.47	$G_{r\theta}$ 2.47	$G_{x\theta}$ 32.21	
	[90/-45/+45/90]	$E_{\theta\theta}$ 70.84	E_{xx} 17.46	E_{rr} 8.5	ν_{xr} 0.3	$\nu_{r\theta}$ 0.1	$\nu_{x\theta}$ 0.149	G_{xr} 2.43	$G_{r\theta}$ 3.16	$G_{x\theta}$ 15.13	
	unité	GPa	GPa	GPa	-	-	-	GPa	GPa	GPa	

La section suivante décrit comment la bague d'étanchéité qui maintient ces deux joints a été conçue en s'appuyant sur une analyse par la méthode des éléments finis.

Conception de la bague d'étanchéité par analyse par la méthode des éléments finis

Les paramètres matériau utilisés pour la modélisation par éléments finis des deux montages proposés sont résumés dans la Table 3.2. Les propriétés des deux tubes définissant la gamme de raideur ciblée y sont également précisées.

Un matériau souple, le polymère PA66, a été sélectionné pour la bague d'étanchéité. La bague est constituée d'une collerette permettant de la fixer au flasque, et d'une partie cylindrique qui s'ajuste sur le tube et dans laquelle la gorge du joint est usinée. Une autre gorge est ajoutée dans la partie plane de la collerette pour accueillir le deuxième joint et réaliser l'étanchéité entre le flasque et la bague. La raideur de la bague peut alors être ajustée en adaptant la longueur de la partie cylindrique. Cependant, allonger cette partie augmente aussi la surface de la bague soumise à la pression interne, ce qui a pour effet de la déformer, et ce quelle que soit la raideur du tube testé. Une gorge axiale est donc ajoutée afin de réduire la raideur de la bague sans augmenter la surface soumise à la pression interne.

Les contraintes et déplacements ont été analysés en utilisant une modélisation par éléments finis avec une symétrie de révolution. Le flasque en alliage d'aluminium est supposé infiniment rigide. Les joints, supposés infiniment souples, ne sont pas modélisés. La pression est appliquée sur les surfaces internes délimitées par les joints, comme illustré en Figure 3.5(a). Étant donnée le faible espacement entre les boulons de fixation de la bague d'étanchéité sur le flasque, la liaison boulonnée est modélisée

par une liaison encastrement. Une condition de contact sans frottement avec un jeu initial de 0.05 mm est définie entre la bague d'étanchéité et l'anneau en polymère collé au tube.

Les Figures 3.5(b) et 3.5(c) montrent les champs de déplacements dans la direction radiale pour le tube souple $[+45/-45]_2$ et le tube rigide $[90/-45/+45/90]$ pour une pression interne de 2 MPa. Sans surprise, pour le tube souple le jeu entre la bague d'étanchéité et l'anneau polymère reste nul, tandis que ce jeu atteint 0.085 mm pour le tube rigide. Cela est proche du jeu maximal admissible en matière de risque d'extrusion du joint, qui est de 0.09 mm pour un joint dont le diamètre de tore est de 3 mm. Le jeu au niveau du deuxième joint placé entre la bague et le flasque doit aussi être vérifié, en particulier pour le tube souple. Ce jeu est proche de 0.05 mm, ce qui est légèrement moins que le jeu maximum admissible (0.08 mm pour un diamètre de tore de 2 mm).

En ce qui concerne l'effet du chargement induit par la bague sur le tube, la Figure 3.6 représente les composantes de déformation du tube selon l'axe du tube en s'éloignant de l'extrémité du tube, dans le cas du tube souple et pour une pression interne de 2 MPa. L'indice 1 désigne la direction des fibres, et l'indice 2 la direction transverse dans le plan. Afin de souligner l'influence de la rigidité de la bague d'étanchéité, les courbes obtenues avec une bague en alliage d'aluminium sont aussi tracées. Augmenter la rigidité de la bague fait augmenter la longueur sur laquelle le champ de déformations est affecté par le système d'étanchéité, ainsi que la valeur des déformations sur cette longueur, et les déformations de cisaillement hors plan ε_{rx} . Ainsi, une bague en aluminium générerait du délaminage et entraînerait prématurément la rupture ou l'apparition de fuites.

On peut montrer que pour une bague en PA66, les déformations dans le plan du stratifié décroissent vers l'extrémité du tube, ce qui permet d'éviter la fissuration transverse à l'interface entre le tube et le système d'étanchéité, ainsi que les erreurs qui en résulteraient lors de la mesure de la perméabilité. La longueur L_s sur laquelle le champ de déformations est affecté par le système d'étanchéité est délimitée à partir de la déformation en cisaillement plan ε_{12} qui est susceptible de générer de la fissuration transverse dans un empilement $[+45/-45]_2$. On définit un seuil à 95% de la valeur de ε_{12} dans la zone utile du tube, comme tracé en Figure 3.6(a). La longueur d'influence L_s augmente de 11 mm à 15 mm lorsque le matériau de la bague est l'aluminium au lieu du PA66. Cette analyse est une indication intéressante pour choisir la longueur du tube. Une longueur de 200 mm a été choisie pour les éprouvettes, ce qui limite l'influence du dispositif à une petite zone par rapport à la surface utile du tube.

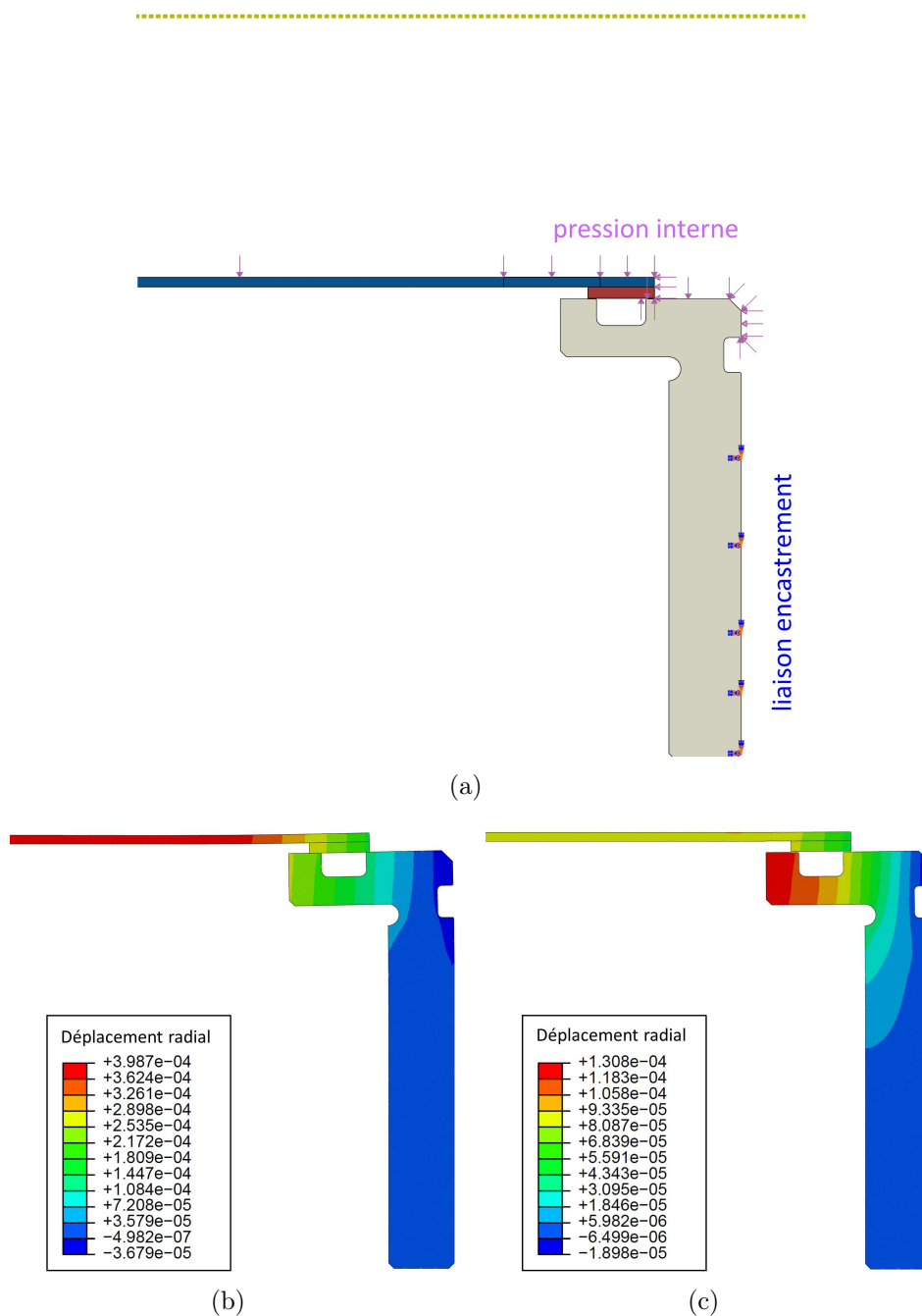


FIGURE 3.5 – Analyse par la méthode des éléments finis du système d’étanchéité sans effet de fond, (a) conditions aux limites, (b) déplacement radial pour le tube souple, (c) déplacement radial pour le tube rigide, déplacements en mètres.

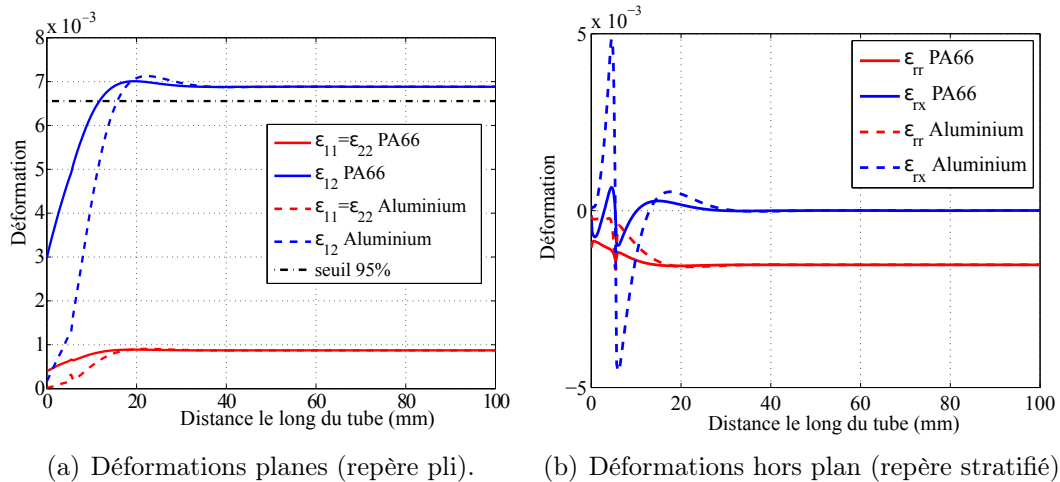


FIGURE 3.6 – Composantes de la déformation le long d’une ligne à mi-épaisseur du tube stratifié pour des bagues d’étanchéité en PA66 et en Aluminium, pour le tube souple et une pression interne de 2 MPa.

On peut conclure que le dispositif sans effet de fond est adapté à des tubes dont les déplacements radiaux sont compris entre 0.04 mm/MPa et 0.2 mm/MPa jusqu’à une pression interne relative de 2 MPa. Si l’on souhaite étendre les performances de ce montage, il devient nécessaire de concevoir une bague d’étanchéité spécifique pour chaque tube à tester. Néanmoins, une pression plus élevée peut être appliquée avec de l’eau en tolérant une fuite pour augmenter le niveau d’endommagement (à condition de ne pas déformer plastiquement la bague d’étanchéité), la perméabilité étant évaluée au gaz dans un deuxième temps, à des pressions plus faibles.

3.2.3 Réalisation des fonctions FP3 et FP4 pour le dispositif avec effet de fond et chargement axial

Description du dispositif

Le dispositif avec effet de fond, présenté en Figure 3.7, est constitué d’un tube éprouvette fermé par deux fonds faisant office de bouchons. Ces fonds sont équipés l’un du capteur de pression, l’autre d’un raccord et d’une vanne pour l’arrivée du gaz, et tous deux d’un mandrin. Les mandrins sont des tiges filetées dont une extrémité est vissée dans les fonds, et l’autre a été usinée pour s’adapter aux mors de la machine de traction. Les fonds sont fixés à l’intérieur du tube avec un adhésif époxy (A2216). Le dispositif n’est pas démontable, et le corps mort cylindrique en PVC est placé à l’intérieur du tube avant le collage des fonds.

En plus d’assurer la transmission des efforts entre le tube et les fonds, le joint de colle a pour fonction de garantir l’étanchéité du dispositif. La conception et le dimen-

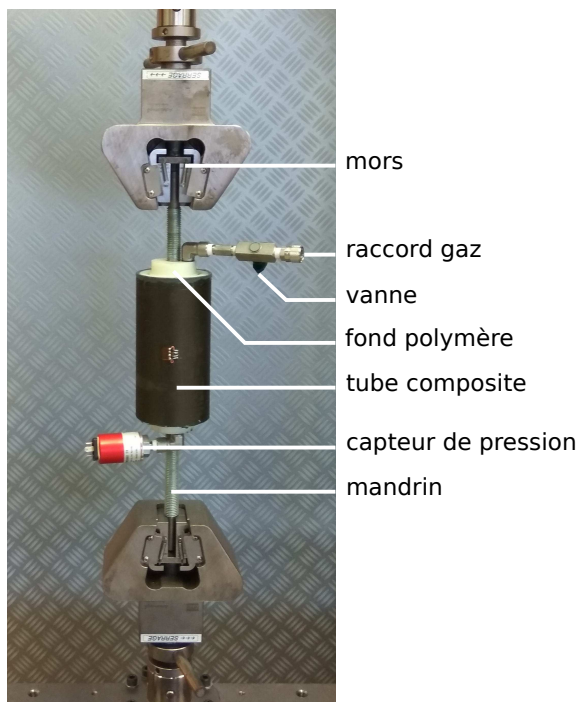


FIGURE 3.7 – Dispositif de mesure de la perméabilité sous chargement de traction axiale et pression avec effet de fond.

sionnement des fonds doivent donc permettre à la fois la maîtrise des perturbations des champs de contraintes ou de déformations induites par les fonds dans le tube, et la tenue du joint de colle. Comme la pression interne entraîne une augmentation du diamètre du tube, et que la traction axiale entraîne par effet Poisson une diminution du diamètre du tube, il est important que les déformations radiales des bouchons accompagnent celles du tube. Pour obtenir la souplesse adéquate, le bouchon est réalisé dans un matériau de faible rigidité et est pourvu de deux gorges qui forment un "S" comme le montre la Figure 3.8. Afin de choisir le matériau (module élastique

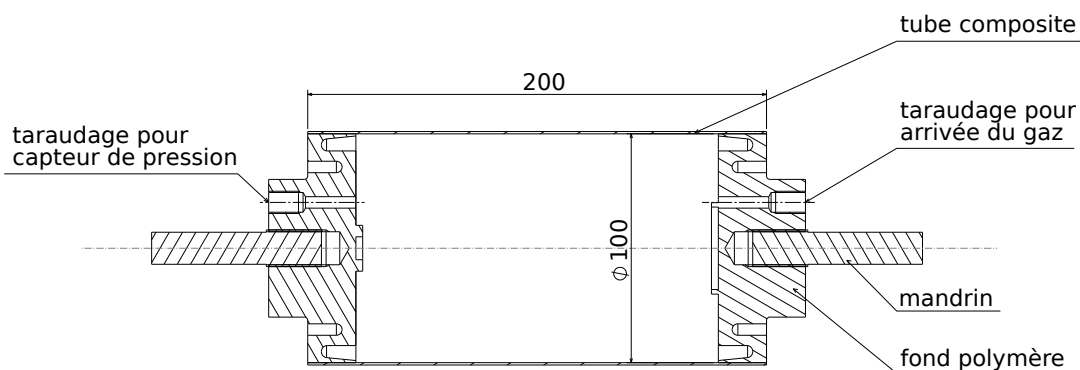


FIGURE 3.8 – Plan du dispositif de mesure de la perméabilité avec effet de fond et sollicitation axiale.

et limite élastique) le plus adapté, et d’optimiser les formes des fonds (élancement, profondeur des gorges, longueur du joint de colle), une analyse par la méthode des éléments finis a été réalisée.

Conception des fonds par analyse par la méthode des éléments finis

L’objectif du dispositif avec effet de fond est de générer un chargement bi-axial proportionnel ou non afin de tester des configurations représentatives des configurations industrielles constituées de stratifications comportant des plis d’angles différents susceptibles de s’endommager successivement. Dans cette section, à titre d’exemple on propose de charger un tube de stratification [+45/-45/+88/-88] en pression combinée à de la traction axiale, de manière à faire apparaître d’abord des fissures transverses dans les plis à $\pm 88^\circ$ puis des fissures dans les plis $\pm 45^\circ$. Cela permettrait par exemple d’observer si les interactions entre endommagements de plis adjacents favorisent la formation de chemins de fuite.

La cible fixée est donc d’obtenir une déformation transverse de 1% dans les plis à $\pm 88^\circ$. En considérant une pression interne de 5 bars adaptée à la mesure de perméabilité et compte tenu du diamètre et de la rigidité du tube, cela représente un effort axial de 40 kN.

La Figure 3.9(a) montre les conditions de chargement imposées au dispositif. La jonction filetée avec le mandrin n’est pas représentée explicitement dans la simulation. Le diamètre des tiges filetées est choisi le plus grand possible, mais l’encombrement dû au raccord de gaz et au capteur de pression le limite au diamètre M20. La tenue de cette jonction est donc pilotée par la sur-épaisseur centrale des fonds. Un critère d’arrachement des filets du taraudage a été utilisé [Guillot, 1997]. Les résistances à l’arrachement pour le capteur de pression et la vanne d’arrivée du gaz ont également été vérifiées. Dans la simulation, la jonction collée entre les fonds et le tube est représentée par une zone cohésive dont le comportement élastique est défini par le module élastique de l’adhésif et l’épaisseur visée d’adhésif. La dégradation du joint de colle n’est pas représentée.

Les paramètres matériau utilisés pour la simulation du dispositif avec effet de fond sont ceux définis précédemment dans la Table 3.2. Les simulations sont réalisées pour un tube de stratification [+45/-45/+88/-88]. La géométrie présentée sur la Figure 3.8 est le résultat de plusieurs itérations réalisées dans le but de minimiser à la fois les perturbations sur les champs de déformations du tube et l’état de sollicitation du joint de colle, mais également d’assurer la tenue des fonds. Comme pour la bague d’étanchéité, en raison de son module d’élasticité faible et de sa déformation à la limite élastique élevée, pour le matériau nous avons opté pour du PA66. La forme

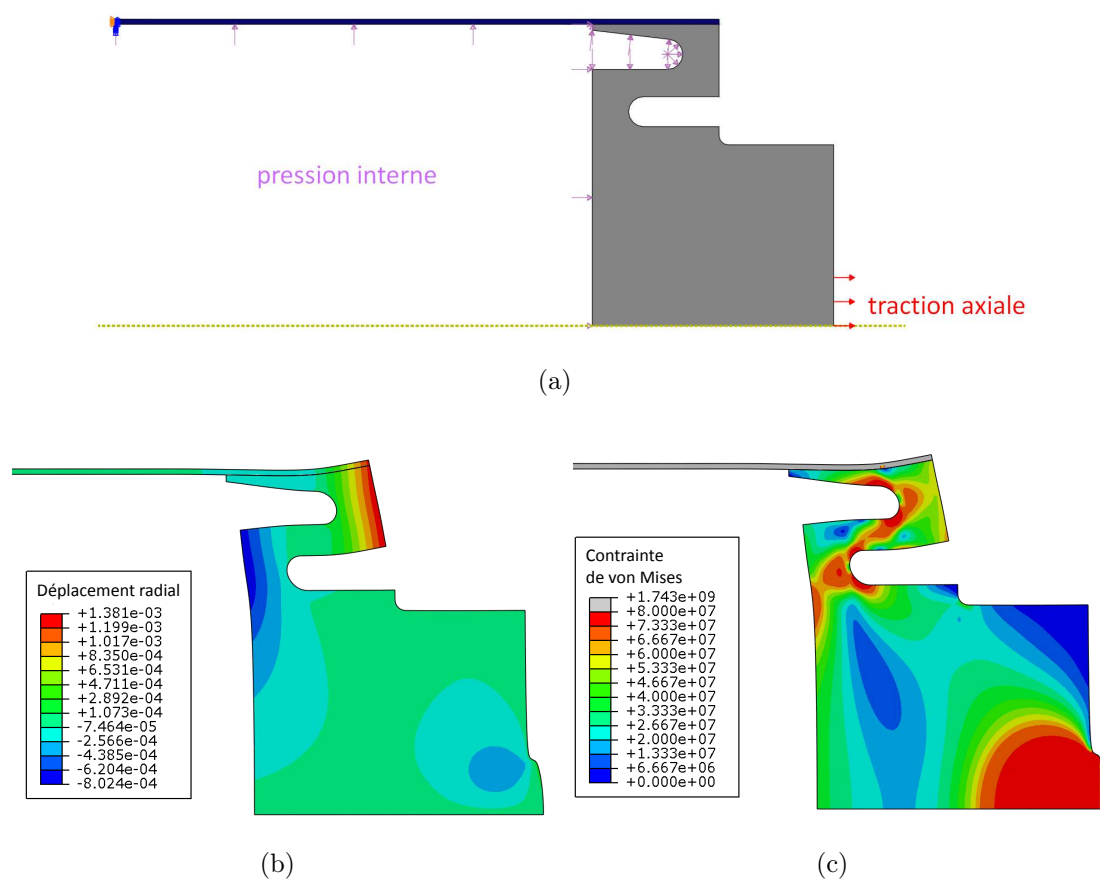


FIGURE 3.9 – Analyse par la méthode des éléments finis des fonds pour le tube [+45/-45/+88/-88], (a) conditions aux limites, (b) déplacement radial (m), (c) contrainte de von Mises (Pa).

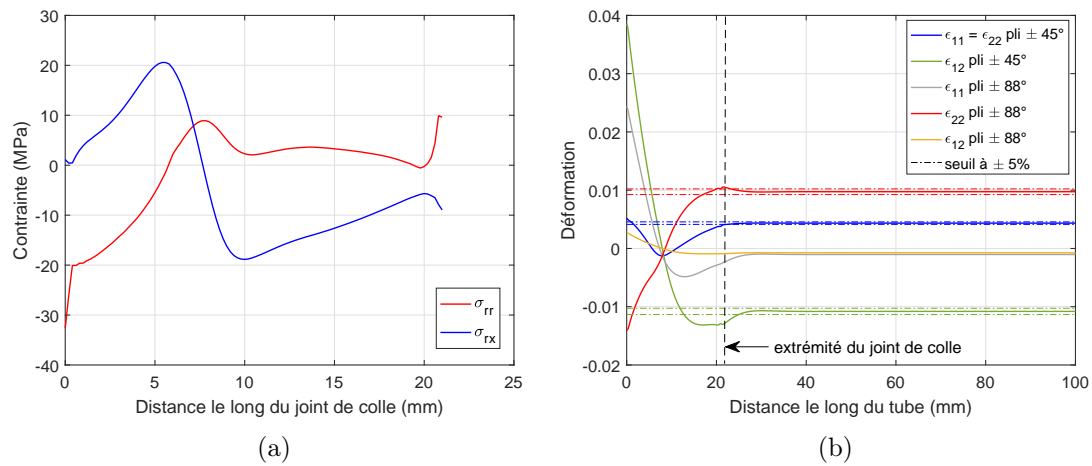


FIGURE 3.10 – Résultats de l'analyse des fonds, (a) contrainte de von Mises dans le joint de colle, (b) déformations le long du tube dans les plis d'orientation $\pm 45^\circ$ et $\pm 88^\circ$.

du fond donne de la souplesse radiale qui limite les effets sur le tube comme le montrent les Figures 3.9(b) et 3.9(c). La Figure 3.9(c) montre que le bouchon, de limite élastique 70 MPa, plastifie localement dans les rayons de raccordement sans affecter le comportement du bouchon.

Les déformations dans le plan du stratifié dans les plis à $\pm 45^\circ$ et à $\pm 88^\circ$ sont tracées sur la Figure 3.10(b). L'apparition des endommagements et en particulier des fissures transverses est liée aux déformations transverses et de cisaillement dans le plan, qui doivent donc être analysées pour chacune des deux orientations. Pour les plis à $\pm 88^\circ$, on observe un léger dépassement de la déformation transverse ϵ_{22} en amont de l'extrémité du joint de colle. La déformation de cisaillement est très faible dans la zone courante et le reste dans la zone de jonction. Concernant les plis à $\pm 45^\circ$, la déformation transverse diminue progressivement tandis que la déformation de cisaillement présente un dépassement assez important en amont de l'extrémité du joint de colle. Ce dépassement pouvant engendrer une densité d'endommagement plus importante près des bouchons, il conviendra d'observer si les points de fuite sont plus nombreux dans cette zone et éventuellement d'en tenir compte lors de l'analyse des résultats. Comme pour le montage sans effet de fond, la longueur des perturbations générées par le montage sur les déformations dans le plan doit être évaluée. Le choix de la stratification fait que dans la zone courante, trois déformations impactent l'endommagement : ϵ_{22} dans les plis à $\pm 88^\circ$, et ϵ_{22} et ϵ_{12} dans les plis à $\pm 45^\circ$. On a donc tracé un seuil à $\pm 5\%$ pour ces trois déformations. On peut dire que les champs sont perturbés jusqu'à 4 mm après la fin de la jonction collée, ce qui représente seulement 5% de la longueur libre du tube.

La Figure 3.10(a) représente les contraintes normales (σ_{rr}) et de cisaillement (σ_{rx}) dans le joint de colle. On peut identifier deux zones critiques. La première se situe à l'extrémité côté intérieur et la seconde se situe à un tiers de la longueur du joint. Dans les deux zones la contrainte normale est positive et voisine de 10 MPa et elle est accompagnée d'une contrainte de cisaillement d'environ 10 MPa. Ces valeurs peuvent être, en théorie, supportées par l'adhésif, mais le PA66 étant difficile à coller, la tenue du joint nécessite une préparation de surface adaptée. Un échange avec la société RESCOLL a permis de définir un protocole de collage constitué d'un traitement plasma de la surface à coller des fonds et un cycle de polymérisation qui tient compte du fort coefficient de dilatation thermique du PA66. En effet, même si l'augmentation de la température de polymérisation permet d'accroître les performances de l'adhésif, dans notre application elle engendre un état de contrainte résiduelle de traction dans l'adhésif. Le cycle de polymérisation comporte donc un premier palier à 20°C de 3 jours, puis un second palier à 35°C de 2 jours. Les essais de mise au point de ce dispositif sont en cours, aucun résultat ne sera donc présenté pour ce dispositif dans ce chapitre.

3.3 Méthode de mesure de la perméabilité, protocole et traitement des mesures

3.3.1 Méthode de mesure

La méthode de mesure utilisée ici est similaire à la méthode quasi-stationnaire de Jannot et Lasseux [Jannot and Lasseux, 2012] mentionnée en Section 1.3, à la différence que les variations de pression sont mesurées sur la pression amont p_0 au lieu de la pression aval p_1 , et la paroi aval, c'est à dire l'extérieur du tube, est exposée à la pression atmosphérique donc $p_1 = p_{atm}$. Les conditions aux limites en résultant sont exprimées ci-après. D'après la conservation de la masse, la loi de Darcy avec l'effet Klinkenberg (Équations 1.5 et 1.8), la loi des gaz parfaits, et en considérant que les pores du matériau sont déjà remplis de gaz, l'équation de quasi-diffusion s'écrit :

$$\frac{\partial^2(p(x, t) + b)^2}{\partial x^2} = 0 \quad (3.4)$$

avec une condition aux limites constante à l'aval :

$$p(x = e, t) = p_1 \quad (3.5)$$

où e désigne l'épaisseur de la paroi (m),

et une autre condition aux limites quasi-stationnaire à l'amont :

$$p(x = 0, t) = p_0(t) \quad (3.6)$$

ce qui donne :

$$\frac{dp_0(t)}{dt} = \frac{1}{2} \frac{S}{\mu V_0} k_{int} \frac{\partial}{\partial x} (p(x, t) + b)^2 \text{ en } x = 0 \quad (3.7)$$

où V_0 désigne le volume utile de gaz du contenant amont (m³).

Ce problème a pour solution analytique l'équation suivante :

$$(p(x, t) + b)^2 = \frac{2\mu e V_0}{S k_{int}} \frac{dp_0(t)}{dt} x + (p_1 + b)^2 \quad 0 \leq x \leq e \quad (3.8)$$

On obtient ainsi une expression de la diminution de pression dans le contenant amont qui s'écrit :

$$\frac{dp_0(t)}{dt} = \frac{S}{\mu V_0} k_{int} ((p_1 + b)^2 - (p_0(t) + b)^2) \quad (3.9)$$

À condition que la variation de $p_0(t)$ sur l'intervalle de temps $t \in [t_A; t_B]$ reste petite comparée à la pression initiale $p_0(t_A)$, $dp_0(t)/dt$ peut être considéré constant et égal à la pente α de la régression linéaire de $p_0(t)$ sur l'intervalle $[t_A; t_B]$. Les pressions internes linéarisées sont notées $\tilde{p}(t)$, en omettant l'indice "0" pour alléger la notation. Après intégration, la résolution de l'Équation 3.4 amène à l'expression suivante pour la perméabilité intrinsèque du matériau k_{int} :

$$k_{int} = \frac{2\mu e V_0}{S} \frac{\alpha}{(p_0(t_A) + b)^2 - (p_1 + b)^2} \quad (3.10)$$

$$\text{avec } \alpha = \frac{\Delta p_0}{\Delta t} = \frac{\tilde{p}(t_B) - \tilde{p}(t_A)}{t_B - t_A} \quad (3.11)$$

où A et B désignent le début et la fin de la mesure, Δp_0 est la perte de pression obtenue par régression linéaire sur l'intervalle de temps $\Delta t = t_B - t_A$, et $\tilde{p}(t)$ sont les pressions issues de la régression linéaire.

Si l'on considère que l'effet Klinkenberg est négligeable, ce qui se traduit par

un coefficient de Klinkenberg b négligeable devant la pression appliquée, on mesure alors la perméabilité effective, et celle-ci est donnée par :

$$k = \frac{2\mu e V_0}{S} \frac{\alpha}{p_0(t_A)^2 - p_1^2} \quad (3.12)$$

Pour faire apparaître la pression relative qui sera la grandeur mesurée, on peut également exprimer k sous la forme suivante :

$$k = \frac{2\mu e V_0}{S} \frac{\alpha}{(p_0(t_A) - p_1)^2 + 2p_1(p_0(t_A) - p_1)} \quad (3.13)$$

Si l'effet Klinkenberg est effectivement négligeable, c'est à dire si le libre parcours moyen des molécules de gaz est petit devant la taille des pores ou l'ouverture des fissures, la perméabilité apparente k est alors approximativement égale à la perméabilité intrinsèque k_{int} . En pratique, k_{int} est déterminée pour une valeur de pression amont p_0 élevée par rapport à la valeur attendue pour le coefficient b à l'aide de l'Équation 3.13, et b est ensuite déterminé en utilisant des mesures pour des pressions p_0 plus faibles. Il est aussi possible de déterminer directement les paramètres k_{int} et b en les ajustant par rapport aux résultats expérimentaux, à condition que k_{int} et b restent constants en fonction des sollicitations sur le tube.

À partir de l'Équation 3.12, et en fixant tous les autres paramètres, on peut tracer le temps de mesure Δt nécessaire pour obtenir un Δp_0 donné en fonction de la valeur initiale de la pression interne absolue $p_0(t_A)$. Cette évolution est représentée en Figure 3.11 pour quatre valeurs différentes de la perméabilité k , en imposant une perte de pression $\Delta p_0 = 2 \cdot 10^4 \text{ Pa} = 0.2 \text{ bar}$ cohérente vis-à-vis de la précision des capteurs de pression, et avec des paramètres semblables à ceux des essais réalisés sur les tubes : la viscosité dynamique de l'azote à 25°C $\mu_{N_2}(298\text{K}) = 1.78 \cdot 10^{-5} \text{ Pa.s}$, un volume de gaz $V_0 = 5 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3$, une épaisseur de tube $e = 0.8 \text{ mm}$, une surface extérieure $S = 0.13 \text{ m}^2$ (pour un tube de diamètre 100 mm et de longueur 200 mm), et une pression extérieure $p_1 = 1.013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$. La Figure 3.11 met en évidence le fait que plus la perméabilité est faible, plus la pression interne initiale ou le temps de mesure doivent être élevés pour obtenir une perte de pression mesurable. À titre indicatif, la perméabilité d'un matériau composite sain est de l'ordre de 10^{-23} m^2 . Soulignons de plus que, comme la pression interne est susceptible de générer de l'endommagement dans les tubes et donc de changer la perméabilité du tube, il n'est pas pertinent d'appliquer une pression de 20 bars pour mesurer la perméabilité initiale du tube. Il est donc nécessaire, pour les perméabilités très faibles, d'imposer une pression interne modérée, par exemple 5 bars en pression absolue, et de mesurer l'évolution de la pression sur une durée d'au moins 10 jours. Il est également possible

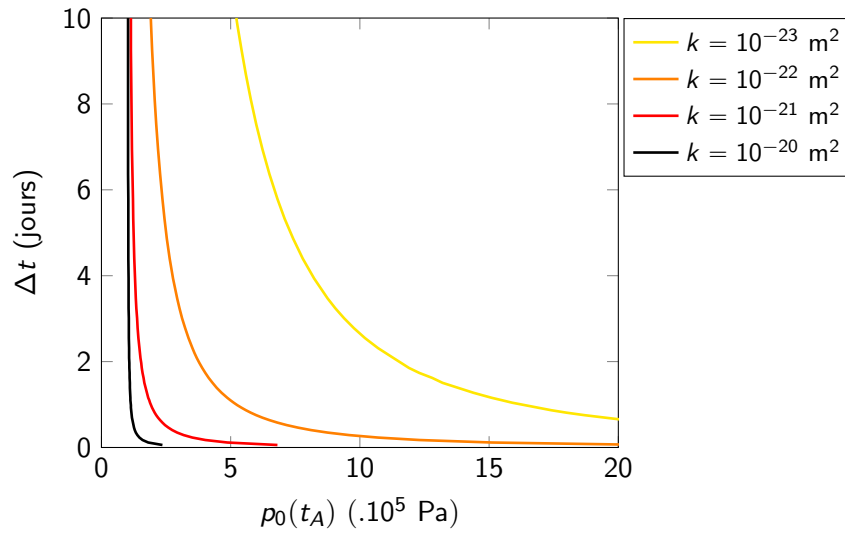


FIGURE 3.11 – Durée de mesure Δt nécessaire pour obtenir une perte de pression $\Delta p_0 = 0.2 \cdot 10^5$ Pa en fonction de la valeur initiale de la pression interne $p_0(t_A)$, pour quatre valeurs de la perméabilité k .

d’agir sur le choix du capteur, et notamment sur sa gamme de mesure, pour réduire l’incertitude de mesure et ainsi pouvoir mesurer des pertes de pressions plus faibles. Il est aussi envisageable de calculer une perméabilité maximale à partir de l’absence de perte de pression et de la durée de la mesure. L’incertitude sur cette perméabilité sera alors d’autant plus petite que la durée de la mesure aura été grande.

3.3.2 Acquisition et traitement des données

Protocole de mesure

Pour réaliser les mesures de perméabilité, le dispositif est d'abord connecté à la bouteille de gaz comprimé. Cette dernière est équipée d'un limiteur de pression, ce qui permet de régler la pression interne du tube (pression amont p_0) facilement. La vanne du dispositif est ensuite fermée et la bouteille déconnectée. La mesure de la pression est alors lancée. Celle-ci doit être suffisamment longue pour détecter une baisse de pression dans le tube. Pendant que l'on mesure les variations de la pression, les points de fuite peuvent être comptés et localisés sur la surface extérieure du tube à l'aide d'un spray de détection de fuite moussant. À la fin de l'étape de mesure, les données sont traitées afin d'en extraire la perte de pression au cours du temps ainsi que la pression initiale $p_0(t_A)$.

Après chaque étape de mesure, le dispositif peut être réglé à une pression inférieure pour examiner l'effet de la fermeture des fissures sur la perméabilité, ou bien à une pression supérieure pour permettre le développement d'endommagement et la création de nouveaux chemins de fuite.

Traitement des données

Les données expérimentales sont la pression relative $p_0 - p_1$ au cours du temps, et la température. La pression est segmentée en morceaux sur lesquels son évolution est linéaire. Ces segments sont définis par une perte de pression au maximum égale à 5% de la pression initiale du segment considéré $p_0(t_A)$. La perte de pression $\Delta p_0 = \tilde{p}_0(t_B) - \tilde{p}_0(t_A)$ de chaque segment est mesurée par régression linéaire entre t_A et t_B . Ceci permet de rester dans le cadre d'un écoulement quasi-stationnaire.

Comme le montre la Figure 3.12, quelques points (moins de 0.1%) sont très loin de la valeur moyenne de la pression à ± 0.2 MPa. Cependant, l'écart type du signal est similaire à l'incertitude nominale du capteur. Dans la mesure où la distribution des mesures tracée en Figure 3.12(b) semble symétrique, un filtre Gaussien est appliqué pour réduire ce bruit. La fréquence d'acquisition des données et la largeur du filtre Gaussien sont ajustés en fonction du niveau de perméabilité.

La pression filtrée est utile pour mettre en valeur d'éventuels phénomènes inattendus et améliorer la définition des segments. Le filtrage n'a pas d'incidence sur les régressions linéaires. La Figure 3.13 illustre la définition des segments et des régressions linéaires à partir de la pression filtrée. Lorsque la pente de la pression varie, la linéarisation sur chaque segment a pour conséquence que les différents segments ne sont pas forcément jointifs.

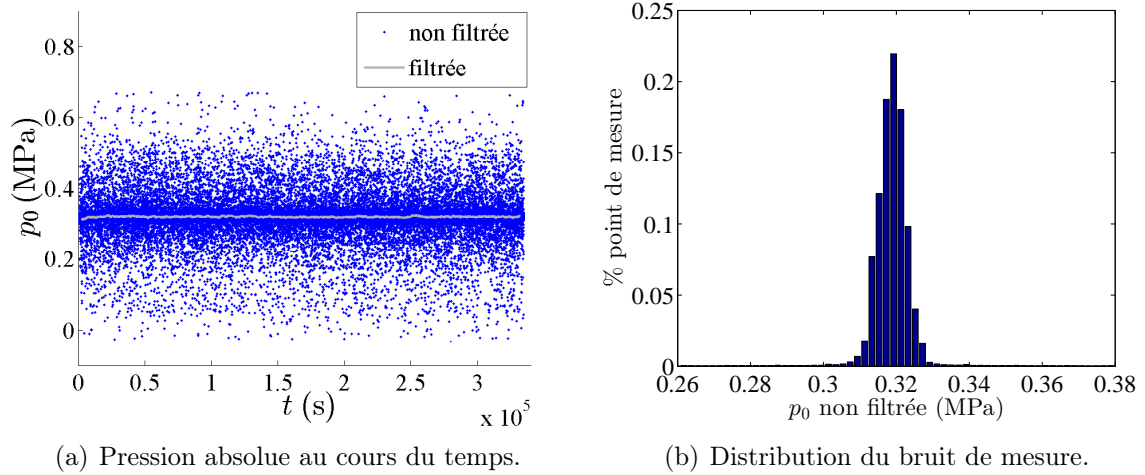


FIGURE 3.12 – Mesure de pression non filtrée.

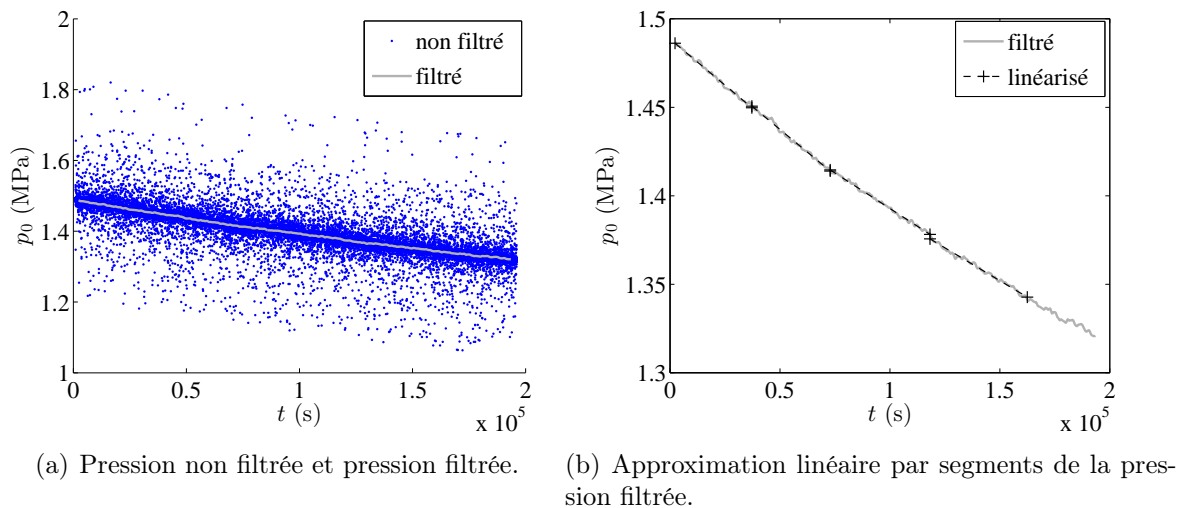


FIGURE 3.13 – Définition des segments pour la linéarisation de la pression.

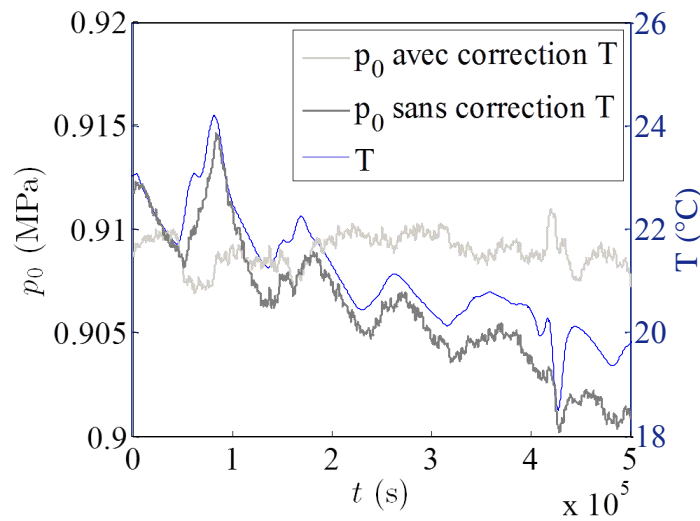


FIGURE 3.14 – Pressions filtrées et température au cours du temps, durée de la mesure : 6 jours.

Dans le cas où les variations de température durant une mesure sont importantes, l'évolution de la pression filtrée est directement impactée. Elle doit alors être corrigée en appliquant la loi des gaz parfaits à chaque instant : la température réelle est utilisée pour calculer la pression équivalente pour une température constante. La Figure 3.14 montre les courbes de température et de pression filtrée mesurées, ainsi que celle de la pression après correction à l'aide de la température mesurée. On constate que l'allure de la température et de la pression non corrigée sont similaires, et que la correction de la pression aplatit les pics qui correspondaient aux variations de température jour/nuit, et compense aussi la baisse de pression causée par la baisse de température moyenne qui s'est produite au cours des six jours de mesure. Les segments sont définis sur la pression filtrée après correction des variations de température.

Ensuite, l'Équation 3.12 est appliquée à chaque segment pour obtenir la perméabilité apparente k du matériau présentée dans la Table 3.3. Il est intéressant de noter qu'avec cette méthode il est possible d'obtenir plusieurs valeurs de perméabilité pour différentes pressions en ne réglant la pression interne du tube qu'une seule fois.

TABLE 3.3 – Valeurs de perméabilité obtenues à partir de la Figure 3.13.

$p_0(t_a)$ (MPa)	1.488	1.415	1.345
k (m^2)	$11.1 \cdot 10^{-23}$	$9.9 \cdot 10^{-23}$	$9.7 \cdot 10^{-23}$

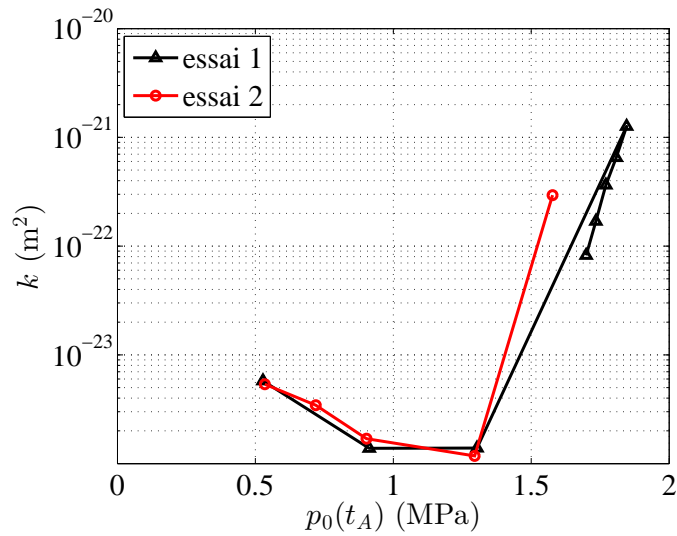


FIGURE 3.15 – Mesure de la perméabilité pour le tube en aluminium.

3.3.3 Perméabilité du dispositif lui même et validation de la conception

Afin d'évaluer la perméabilité intrinsèque au dispositif de mesure et valider les mesures de perméabilité, des essais ont été réalisés sur un tube d'aluminium de 1.8 mm d'épaisseur, et 200 mm de long. Ce tube est considéré comme imperméable. Les résultats obtenus pour deux essais sont tracés en Figure 3.15. La première fuite localisée et significative apparaît soudainement entre 1.4 et 1.6 MPa. Cette valeur relativement faible (< 2 MPa) peut s'expliquer par la raideur du tube en aluminium qui est plus importante que celle du tube rigide utilisé dans la Section 3.2.2. Il n'a en effet pas été possible d'usiner un tube en aluminium plus fin tout en respectant les spécifications géométriques. Le spray de détection de fuite de gaz montre que la fuite est localisée entre la bague d'étanchéité et le tube. La simulation par la méthodes des éléments finis réalisée avec les propriétés du tube en aluminium testé est en accord avec la pression et le lieu auxquels la fuite s'est déclarée. Les résultats obtenus avec le tube en aluminium sont donc cohérents et valident la conception du dispositif. Avant l'apparition de la première fuite localisée, la perméabilité est comprise entre 10^{-24} m² et 10^{-23} m², ce qui est suffisamment adapté pour identifier l'effet sur la perméabilité des premières fuites induites par l'endommagement du tube composite.

3.3.4 Évaluation des incertitudes

Le système d'étanchéité est considéré comme étanche au niveau des joints toriques pour la gamme de 0 à 20 bars en pression relative, pour des tubes dont la raideur est comprise entre celles des tubes de stratifications [90/-45/+45/90] et [+45/-45]₂. La démarche de conception assure aussi qu'aucun endommagement prématuré ne se produit aux extrémités du tube testé. Ces deux points peuvent être vérifiés en appliquant le détecteur de fuites sur le tube et le dispositif. La procédure de détection de fuites est décrite dans la Section 3.4.2.

L'incertitude de la mesure de perméabilité provient des variations du volume de gaz utile et de l'estimation de la surface effectivement traversée par le gaz, ainsi que de la mesure de pression. L'évaluation de ces variations et de leur effet sur l'incertitude de la mesure est détaillée ci-dessous.

L'incertitude relative de k associée à chaque source d'incertitude X_i s'écrit :

$$\frac{\delta k}{k} = \sum_i \frac{\partial k(X_i)}{\partial X_i} \frac{\delta X_i}{k} \quad (3.14)$$

où les variables X_i sont la viscosité dynamique μ , l'épaisseur du tube e , le volume effectif de gaz V_0 , la surface effective de perméation S , la pente α liée à la perte de pression, la pression atmosphérique p_1 , et la pression relative $(p_0(t) - p_1)$. δX_i désigne l'incertitude associée à la grandeur X_i . Les dérivées partielles de k , exprimées à l'aide des Équations 3.11 et 3.12 ou 3.13 sont :

$$\frac{\partial k}{\partial \mu} = \frac{2eV_0}{S} \frac{\alpha}{p_0(t_A)^2 - p_1^2} \quad (3.15)$$

$$\frac{\partial k}{\partial e} = \frac{2\mu V_0}{S} \frac{\alpha}{p_0(t_A)^2 - p_1^2} \quad (3.16)$$

$$\frac{\partial k}{\partial V_0} = \frac{2e\mu}{S} \frac{\alpha}{p_0(t_A)^2 - p_1^2} \quad (3.17)$$

$$\frac{\partial k}{\partial S} = -\frac{2e\mu V_0}{S^2} \frac{\alpha}{p_0(t_A)^2 - p_1^2} \quad (3.18)$$

$$\frac{\partial k}{\partial (p_0(t_A) - p_1)} = -\frac{2e\mu V_0}{S} \frac{2\alpha p_0(t_A)}{[(p_0(t_A) - p_1)^2 + 2p_1(p_0(t_A) - p_1)]^2} \quad (3.19)$$

$$\frac{\partial k}{\partial p_1} = \frac{2e\mu V_0}{S} \frac{2\alpha p_1}{[p_0(t_A)^2 - p_1^2]^2} \quad (3.20)$$

$$\frac{\partial k}{\partial \alpha} = \frac{2e\mu V_0}{S} \frac{1}{p_0(t_A)^2 - p_1^2} \quad (3.21)$$

L'incertitude $\delta\mu$ est calculée à partir de l'effet des variations de la température sur μ . L'incertitude sur l'épaisseur vient du procédé de fabrication du tube et est : $\delta e/e = \pm 5\%$ pour l'enroulement filamentaire, $\delta e/e = \pm 10\%$ pour le placement de fibre si les *gaps* sont mal maîtrisés. L'incertitude δV_0 est obtenue en évaluant les déformations induites par la pression sur le tube et le cylindre plein en PVC. L'incertitude δS dépend de la longueur de tube impactée par la bague d'étanchéité, qui est comprise entre 0 et 11 mm, comme déterminé à la Section 3.2.2, et des déformations radiales du tube. La variation maximale pour la pression atmosphérique est de $\delta p_1 = \pm 1500 Pa$ (en cas de brusque changement des conditions météorologiques). La pression interne $p_0 - p_1$ est sujette à l'effet de la température, et à la dérive du capteur. L'incertitude $\delta\alpha$ sur la pente de la régression linéaire dépend de l'incertitude $\delta(\tilde{p}(t_B) - \tilde{p}(t_A))$ de la variation de pression due aux variations de la température T , et de $\delta(t_B - t_A)$. Elle est obtenue par un calcul différentiel de la même manière que pour δp dans l'Équation 3.14 :

$$\delta\alpha = \frac{\delta(\tilde{p}(t_B) - \tilde{p}(t_A))}{t_B - t_A} - \frac{\tilde{p}(t_B) - \tilde{p}(t_A)}{(t_B - t_A)^2} \delta(t_B - t_A) \quad (3.22)$$

Comme $\delta(t_B - t_A)$ est négligeable comparée à la durée de la mesure $(t_B - t_A)$,

$$\frac{\delta\alpha}{\alpha} = \frac{\delta(\tilde{p}(t_B) - \tilde{p}(t_A))}{\tilde{p}(t_B) - \tilde{p}(t_A)} \quad (3.23)$$

L'incertitude de la mesure de pression liée aux variations de température est obtenue en appliquant la loi des gaz parfaits, avec n la quantité de matière (en mol), considérée constante au même titre que le volume V_0 , et R la constante universelle des gaz parfaits :

$$p_0(t, T) = \frac{nRT}{V_0} \quad (3.24)$$

$$\frac{\delta p_0(t, T)}{p_0(t, T)} = \frac{\delta T}{T} \quad (3.25)$$

En l'absence de mesure de température, l'amplitude maximale de variation de la température à l'intérieur d'un bâtiment non climatisé et sur une durée d'une semaine

a été prise égale à $\delta T = \pm 4K$. Lorsque la température est suivie au cours de l'essai, cette incertitude se réduit à $\delta T = \pm 1K$, bien que la mesure de température soit plus précise que cela, car il s'agit seulement de la température à la surface du tube, et pas de la température du gaz à l'intérieur du tube. Les deux pressions $\tilde{p}(t_A)$ et $\tilde{p}(t_B)$ peuvent être sujettes à cette variation de température, ce qui mène à l'expression suivante pour l'incertitude sur la perte de pression :

$$\delta(\tilde{p}(t_B) - \tilde{p}(t_A)) = \frac{\delta T}{T} \tilde{p}(t_A) + \frac{\delta T}{T} \tilde{p}(t_B) \sim 2 \frac{\delta T}{T} \tilde{p}(t_A) \quad (3.26)$$

Ce calcul montre que l'incertitude sur la perméabilité mesurée est essentiellement pilotée par l'incertitude sur l'estimation de la pente α . En effet le paramètre α dépend directement de la perte de pression, qui pour les perméabilités faibles est très petite (respecter le critère de 5% demanderait des temps de mesure supérieurs à la semaine pour mesurer une perméabilité $k = 10^{-23} \text{ m}^2$). Les variations de la température ambiante engendrent alors des variations de pression du même ordre de grandeur que cette perte de pression. L'incertitude introduite par les variations de température peut être réduite en relevant la température tout au long de l'essai et en corrigeant la valeur de la pression mesurée à l'aide de la loi des gaz parfaits.

Pour finir, rappelons que cette incertitude n'inclut pas l'évaluation des fuites dues aux défaut d'étanchéité du montage. Il est donc indispensable de contrôler la validité de cette hypothèse pour chaque point de mesure. Dans le cas où cette hypothèse ne serait pas vérifiée, le débit de fuite lié aux points de fuite du tube est alors surévalué. Les mesures sont donc conservatives et exploitables. La borne supérieure de la mesure de perméabilité reste valable, seule la borne inférieure de la mesure est invalidée par la présence de défauts d'étanchéité. Déterminer sa valeur nécessiterait d'isoler et de quantifier le débit de fuite associé aux défauts, ce qui est techniquement délicat voire impossible. C'est pourquoi on préférera signaler les points de mesure pour lesquels des fuites du système d'étanchéité ont été observées.

3.4 Utilisation du dispositif sans effet de fond pour deux tubes composites

3.4.1 Paramètres expérimentaux

Deux tubes composites ont été testés, tous deux de 100 mm de diamètre intérieur, 200 mm de long, et contenant un volume utile de gaz $V = 5.6 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3$. Le gaz utilisé est l'azote. Les deux tubes sont de stratification [+45/-45/+45/-45], mais

les matrices et le procédé de fabrication utilisés diffèrent pour chaque tube. Le premier est constitué de fibre de carbone T700GC pré-imprégnée d'une matrice époxy UF3325 et fabriqué par enroulement filamentaire. Son épaisseur est de $e = 0.8 \cdot 10^{-3}$ m. La cuisson a été réalisée à 120°C. Le second tube a été fabriqué par placement de fibre automatisé avec des mèches de pré-imprégné à fibre de carbone T700 et matrice M21, comme décrit à la Section 2.1. Son épaisseur est de $e = 1.05 \cdot 10^{-3}$ m. La cuisson a été réalisée en autoclave, ce qui réduit la taille et le nombre des porosités, à une température de 180°C. Pour cette séquence d'empilement, le chargement de pression génère des contraintes de cisaillement plan dans la direction des plis, ce qui est susceptible d'entraîner de la fissuration transverse en mode II.

Afin de distinguer l'effet du nombre de chemins de fuite de celui de leur ouverture, il est nécessaire d'effectuer des cycles de pressurisation. Chaque pression maximale appliquée p_0^{max} détermine l'état d'endommagement, et donc le nombre de chemins de fuite. Cela signifie qu'aucun chemin de fuite ne peut apparaître pour les pressions inférieures à p_0^{max} . Ainsi, la pression est réglée successivement à différentes pressions maximales p_0^{max} , permettant le développement d'endommagement et l'apparition progressive de chemins de fuite dans le tube. À ce moment là, les points de fuite sont localisés et comptés sur la surface extérieure du tube. Après cela, entre chaque application d'une pression maximale, la pression est réduite et plusieurs mesures de perméabilité sont réalisées, ne générant pas d'endommagement et permettant donc d'évaluer l'effet du niveau d'ouverture des fissures sur la perméabilité.

Pour le tube fabriqué par enroulement filamentaire, les valeurs maximales appliquées pour la pression absolue sont les suivantes : 1.3, 1.5, 1.6, 1.7, 1.9, 2.1 MPa. Pour le tube fabriqué par placement de fibre, la pression a été augmentée progressivement jusqu'à 2.74 MPa.

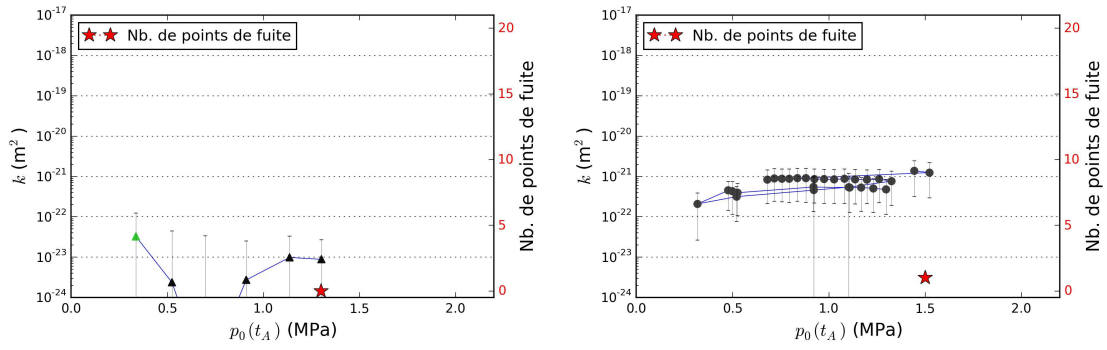
3.4.2 Résultats et analyse

Mesures sur le tube fabriqué par enroulement filamentaire

Les mesures de perméabilité et le nombre de points de fuite relevés durant l'essai sur le tube bobiné sont tracés en Figure 3.16. Les Figures 3.16(a), 3.16(b), 3.16(c) et 3.16(d) représentent les mesures effectuées pour différents niveaux de pression maximale, c'est à dire pour un état d'endommagement donné. La Figure 3.16(e) rassemble tous les chargements appliqués. Le trait reliant les points indique l'ordre chronologique des différentes mesures. Les mesures exploitées pour obtenir cette courbe représentent une durée d'essai d'un mois et demi.

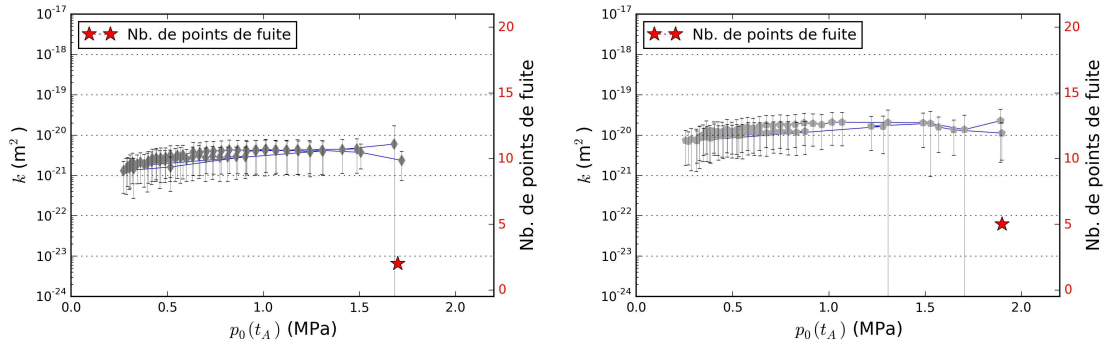
Les valeurs de perméabilité ont été obtenues en appliquant l'Équation 3.12 qui

3.4. UTILISATION DU DISPOSITIF SANS EFFET DE FOND POUR DEUX TUBES COMPOSITES



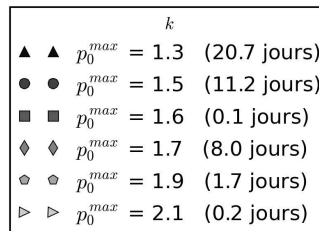
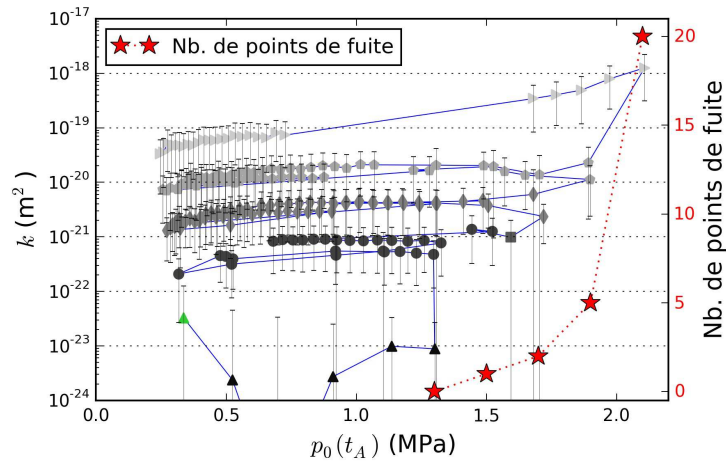
(a) Mesures pour $p_0^{max} = 1.3$ MPa.

(b) Mesures pour $p_0^{max} = 1.5$ MPa.



(c) Mesures pour $p_0^{max} = 1.7$ MPa.

(d) Mesures pour $p_0^{max} = 1.9$ MPa.



(e) Ensemble des mesures pour toutes les pressions maximales p_0^{max} appliquées.

FIGURE 3.16 – Mesure de la perméabilité k et du nombre de points de fuite en fonction de la pression absolue $p_0(t_A)$ dans un tube de diamètre 100 mm, de longueur 200 mm et de séquence d'empilement $[+45/-45/+45/-45]$, fabriqué par enroulement filamentaire.

ne tient pas compte de l'effet Klinkenberg. La Figure 3.16 représente donc l'évolution de la perméabilité apparente. La pression ayant un effet à la fois sur l'ouverture des fissures et sur le libre parcours moyen des molécules de gaz, le coefficient de Klinkenberg b n'est pas constant et il n'est pas possible d'isoler l'effet Klinkenberg. Cependant, en s'appuyant sur le nombre de Knudsen (Équation 1.4) calculé à partir du libre parcours moyen de l'azote et de l'ouverture des fissures, on a montré dans la Section 1.3.1 que l'effet Klinkenberg devient négligeable pour des pressions supérieures à 10^5 Pa dès que l'ouverture des fissures dépasse $5 \mu\text{m}$, ce qui sera en pratique toujours le cas dans une structure endommagée et chargée mécaniquement. Dans ce cas, la perméabilité apparente correspond à la perméabilité intrinsèque du matériau endommagé. Si le cahier des charges requiert une perméabilité telle qu'aucun point de fuite ne peut être toléré, le coefficient de Klinkenberg et la perméabilité intrinsèque du matériau vierge d'endommagement peuvent être évalués grâce aux premiers points de mesure.

La perméabilité initiale, à l'exception du premier point, est inférieure à 10^{-23} m^2 . Cette valeur est cohérente avec l'amplitude des fuites inhérentes au dispositif évaluées avec le tube en aluminium (Figure 3.15), ainsi qu'avec la littérature : sur des plaques minces ($e \approx 1 \text{ mm}$) de stratifiés peu poreux, Jannot et Lasseux ont mesuré $k = 10^{-23} \text{ m}^2$ pour un composite verre-époxy [Jannot and Lasseux, 2012], et Malenfant a mesuré $10^{-24} < k < 10^{-23} \text{ m}^2$ pour un composite carbone-époxy (M21-T700) [Malenfant, 2012]. La diminution de la perméabilité au début de l'essai peut être attribuée à une réduction des fuites du dispositif résultant de la pression poussant les extrémités du tube sur les joints. Les résultats de l'analyse aux éléments finis corroborent cette hypothèse. Pour le premier point de la courbe, marqué par un triangle vert, la perméabilité est donc susceptible d'être sur-évaluée, car les fuites du dispositif participent à la perte de pression mesurée.

L'augmentation de la perméabilité avant l'apparition du premier chemin de fuite peut être liée à de l'endommagement à l'échelle microscopique, à savoir des décohésions fibre-matrice et de la microfissuration matricielle. De si petites variations de perméabilité sont délicates à mesurer et ne sont pas significatives vis à vis de notre objectif. L'incertitude de mesure pour les très faibles perméabilités est comprise entre 100% et 800% de la valeur de la perméabilité. En fait, les valeurs de perméabilité extrêmement faibles ($\leq 10^{-24}$) sont associées à des bornes supérieures de 10^{-24} ou 10^{-23} . Pour ces points là, seule la partie supérieure de la barre d'incertitude est tracée. Pour les valeurs de perméabilité plus importantes, l'incertitude chute à 60%. Ces incertitudes peuvent sembler élevées, mais elles sont acceptables au regard de l'augmentation de la perméabilité de plusieurs ordres de grandeur qui se produit à

l'apparition des fuites.

L'identification de la localisation des points de fuite est illustrée en Figure 3.17. Plusieurs photographies sont prises avec un court intervalle de temps pendant quelques minutes, ce qui permet par comparaison des images d'exclure les nuages de mousse parfois présents initialement pour identifier avec certitude toute fuite dans le tube ou dans la surface d'étanchéité. Aucune fuite n'a été constatée au niveau des joints ou aux extrémités du tube. Les points de fuite se forment préférentiellement aux croisements de mèches d'orientations différentes.

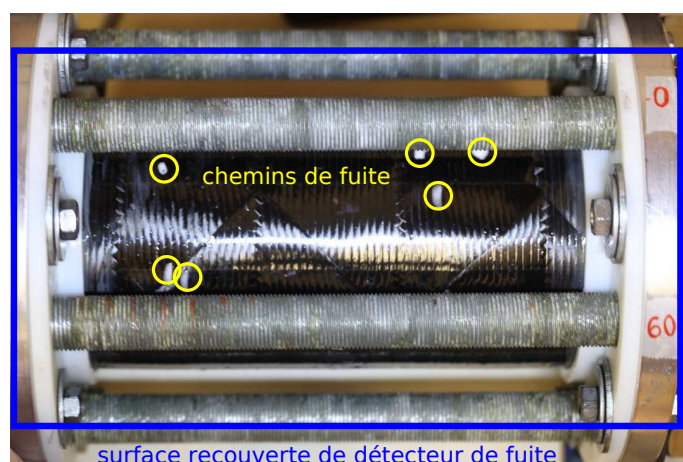


FIGURE 3.17 – Détection des fuites sur le tube et le système d'étanchéité.

Pour chaque nouvelle étape de chargement, c'est à dire quand la pression est réglée à une nouvelle valeur maximale, la perméabilité augmente de presque un ordre de grandeur, tandis que le nombre de points de fuite augmente lentement, de 1 à 20 pour des valeurs de perméabilité allant de $4 \cdot 10^{-22} \text{ m}^2$ à $1 \cdot 10^{-18} \text{ m}^2$. Quand la pression est réduite après endommagement du tube, la perméabilité augmente tout d'abord légèrement (NB : l'échelle logarithmique aplatit les courbes), en dépit de la fermeture des fissures à laquelle on s'attend en diminuant le chargement. Cela peut être dû au comportement visqueux de la stratification $[+45/-45]_2$ qui retarde l'ouverture et la fermeture des fissures. Après ce délai, les fissures commencent à se fermer et la perméabilité diminue. De plus, si le tube est maintenu un certain temps à la pression de mesure (en l'alimentant en azote), les phénomènes visqueux vont entraîner une légère augmentation de l'ouverture des fissures, ce qui aura pour conséquence d'augmenter la perméabilité du tube. Ce phénomène explique que deux valeurs différentes de perméabilité puissent être obtenues pour un cas de chargement (pression interne et pression maximale identiques), comme on l'observe sur les Figures 3.16(c) et 3.16(d). À faible pression, le tube ne retrouve pas sa perméabilité initiale. Cela concorde avec une fermeture partielle des fissures due aux

contraintes résiduelles d'origine thermo-mécanique causées par le refroidissement après la polymérisation à 120°C [Lubineau, 2008, Bois et al., 2014], et aux déformations de cisaillement irréversibles spécifiques aux stratifications de type [+45/-45] [Ladeveze and Lubineau, 2002].

Mesures sur le tube fabriqué par placement de fibres automatisé

Les résultats obtenus pour le tube fabriqué par placement de fibre sont tracés en Figure 3.18. Les perméabilités mesurées avant l'apparition de points de fuite sont toutes inférieures à 10^{-23} m², mis à part les mesures pour lesquelles des fuites ont été détectées au niveau des joints d'étanchéité. Ces dernières sont signalées par un marqueur vert. Comme pour le tube précédent, les très faibles valeurs de perméabilité ($< 10^{-25}$) ne sont représentées que par la partie supérieure de leur barre d'incertitude. Le premier chemin de fuite a été détecté pour une pression de 2.70 MPa, et un deuxième à 2.75 MPa. À partir de 2.5 MPa en pression absolue (2.4 MPa en pression relative), la bague d'étanchéité subit des déformations irréversibles très importantes, et l'étanchéité n'a pas pu être rétablie, même à des pressions plus faibles. La borne supérieure des points de mesure avec fuite du montage donne donc la borne supérieure de la perméabilité du tube pour ces mesures. On relève que pour le premier point de fuite, à $p_{max} = 27.0$ MPa, la perméabilité est de $1.7 \cdot 10^{-22} \pm 0.6 \cdot 10^{-22}$ m².

Les deux clichés de la Figure 3.19, pris à 10 secondes d'intervalle, montrent la croissance des nuages de mousse sur les points de fuite. On remarque que les deux points de fuite sont situés à des croisements de *gaps* interbande comme celui observé dans l'épaisseur du stratifié sur la Figure 2.3 au Chapitre 2.

Commentaires sur les deux tubes testés

Les résultats des mesures sur les deux tubes ne sont pas comparables quantitativement car les matrices, les épaisseurs de pli, et le procédé de fabrication sont différents. Rappelons que de plus, le tube fabriqué par placement de fibres a été polymérisé en autoclave, ce qui n'est pas le cas du tube bobiné. L'observation des microstructures des tubes montre que le tube AFP a un taux de porosité quasiment nul ($< 0.5\%$ en fraction volumique) tandis que le tube bobiné présente un taux de porosité plus important ($> 3\%$).

Le tube fabriqué par placement de fibre qui présente moins de défauts que le tube bobiné (porosités et croisements de mèches), et dont la matrice a un comportement moins fragile, fuit beaucoup plus tardivement. La localisation des chemins de fuite suggère que les défauts de la structure, induits par les procédés de fabrication, pilotent à la fois la localisation et le seuil d'apparition des chemins de fuite. Comme

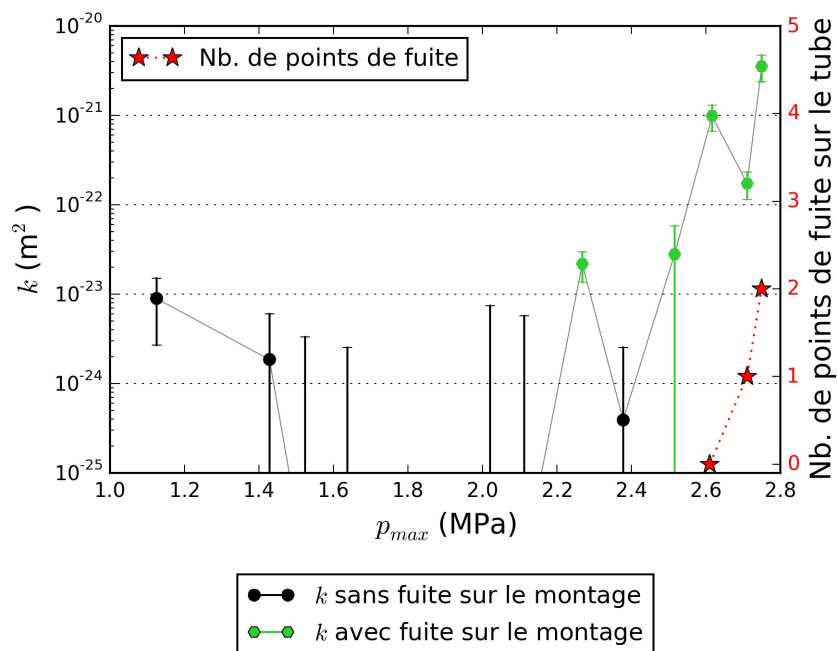
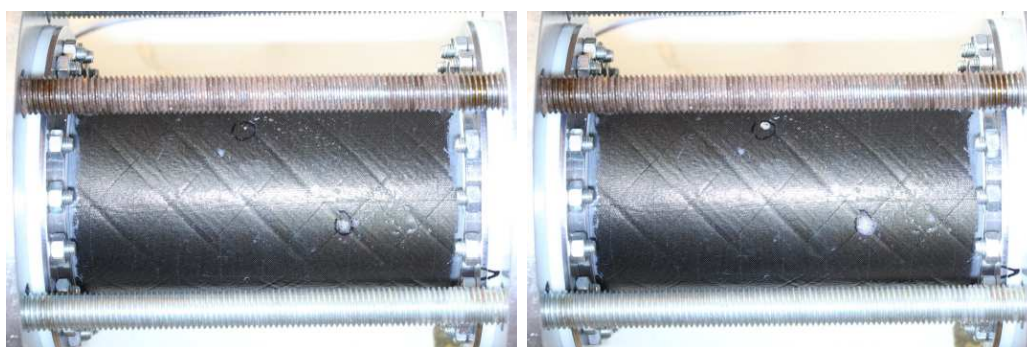


FIGURE 3.18 – Mesure de la perméabilité k et du nombre de points de fuite en fonctions de la pression interne maximale p_{max} appliquée, tube de diamètre 100 mm, de longueur 200 mm et de séquence d'empilement [+45/-45/+45/-45], fabriqué par placement de fibre automatisé. Les points de mesures ont tous été obtenus pour une pression interne absolue de 1.1 MPa (11 bars).



(a) Photo à l'instant t .

(b) Photo à l'instant $t + 10$ s.

FIGURE 3.19 – Évolution des nuages de bulles sur les deux points de fuite ($p_{max} = 2.75$ MPa).

on l'a vu au Chapitre 2, la stratification testée avec les deux tubes, [+45/-45/+45/-45], est peu sensible à la fissuration transverse. Les défauts favoriseraient donc la percolation en déclenchant l'apparition dans tous les plis de fissures regroupées et bien connectées à travers l'épaisseur du stratifié.

3.5 Conclusion sur la caractérisation de la perméabilité et du nombre de points de fuite

Dans ce chapitre, deux dispositifs expérimentaux et une méthode de mesure ont été proposés pour évaluer la perméabilité sous charge d'un matériau en utilisant des éprouvettes tubulaires. Le premier dispositif est dédié à la caractérisation de la perméabilité sous chargement mono-axial, et le deuxième permet de caractériser la perméabilité sous chargement bi-axial proportionnel ou non. La conception des systèmes d'étanchéité s'appuie sur des analyses par la méthode des éléments finis et vise à ajuster les déformations radiales des systèmes d'étanchéité à celles des tubes testés, ce qui permet de maîtriser les déformations et l'état de contrainte dans les éprouvettes, et de garantir l'étanchéité des dispositifs jusqu'aux chargements visés. Comme la surface extérieure du tube testé est accessible, les dispositifs proposés rendent possible la quantification et la localisation des points de fuite. Les deux dispositifs sont prévus pour des raideurs de tube prédéfinies, mais peuvent être adaptés à d'autres gammes de raideur en ré-itérant la démarche présentée pour le dimensionnement.

Les performances du dispositif sans effet de fond ont permis d'évaluer de manière satisfaisante la perméabilité des matériaux sains pour les deux tubes composites testés. Au vu des résultats obtenus le dispositif sans effet de fond permet de mettre en évidence et de quantifier le lien entre le nombre de chemins de fuite et l'augmentation de la perméabilité du stratifié. Les résultats mettent en évidence la participation des défauts à la formation de réseaux de fissures traversant toute l'épaisseur du stratifié, et l'augmentation importante de la perméabilité liée à l'apparition des premiers chemins de fuite.

Le dispositif avec effet de fond et traction axiale n'a pas encore pu être validé expérimentalement, mais malgré les difficultés de mise en œuvre, il est prometteur pour valider des stratifications de réservoirs sous chargement bi-axial non proportionnel.

Ce chapitre montre également toutes les précautions qu'il est nécessaire de mettre en œuvre pour obtenir une mesure fiable de perméabilité basée sur la mesure d'une chute de pression. Par rapport au comptage de molécules d'hélium par spectro-métrie, qui est la méthode utilisée dans la majorité des travaux de la littérature

3.5. CONCLUSION SUR LA CARACTÉRISATION DE LA PERMÉABILITÉ ET DU NOMBRE DE POINTS DE FUITE

appliqués aux stratifiés, la méthode de mesure proposée ici présente le double avantage d'être applicable avec n'importe quel gaz et de ne pas nécessiter de confinement de l'éprouvette.

