



**HAL**  
open science

# Comportement et durabilité des composites à renforts fibres et matrices organiques

Sébastien Joannès

► **To cite this version:**

Sébastien Joannès. Comportement et durabilité des composites à renforts fibres et matrices organiques. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Poitiers, 2022. tel-03726556

**HAL Id: tel-03726556**

**<https://minesparis-psl.hal.science/tel-03726556v1>**

Submitted on 18 Jul 2022

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Mémoire d'Habilitation à Diriger des Recherches

Comportement et durabilité  
des composites à renforts fibreux  
et matrices organiques  
*mieux comprendre pour mieux prédire*

Présenté par

Sébastien Joannès<sup>1</sup>

À l'Institut P' – Département Physique et Mécanique des Matériaux  
En section CNU 60 : Mécanique, génie mécanique, génie civil.

Soutenue le 24 juin 2022, devant un jury composé par :

Laurent GUILLAUMAT	Professeur	ENSAM Angers	Rapporteur
Patrick IENNY	Professeur	IMT Mines Alès	Rapporteur
Vincent PLACET	Ing. de Recherche	Institut FEMTO-ST	Rapporteur
Peter DAVIES	Ing. de Recherche	IFREMER	Examineur
Véronique MICHAUD	Professeur	EPFL	Examineur
Fabienne TOUCHARD	Professeur	ISAE-ENSMA Poitiers	Examineur
Damien HALM	Professeur (Garant)	ISAE-ENSMA Poitiers	Examineur

<sup>1</sup>. Centre des Matériaux (CNRS UMR 7633) de l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris, Université Paris Sciences & Lettres





*Je comprends mieux la raison qui nous pousse  
vers les grandes voies et les ultimes premières :  
ne pas se contenter de mettre les pieds dans  
les traces creusées par l'effort des pionniers.  
Être digne de l'héritage. <sup>a</sup>*

---

a. G. RÉBUFFAT. *Etoiles et tempêtes*. Arthaud, 1954

Gaston RÉBUFFAT (1921 – 1985) : explorateur, guide, formateur, écrivain, réalisateur, conférencier... Découvrir, conduire, transmettre, raconter, publier, partager ; n'est-ce-pas là le dessein de tout chercheur ?



*À Clémence, mon épouse  
et nos enfants, Émile, Augustine et Lise,  
pour leur amour, source d'énergie et d'inspiration.*

*Ce mémoire s'est notamment enrichi des contributions  
doctorales et post-doctorales de Laurent MAZÉ, Heng-  
Yi CHOU, Ekkarin PHONGPHINITTANA, Henri-Alexandre  
CAYZAC, Judith WOLLBRETT-BLITZ, Adrien LEBRUN, Pierre-  
Alexis POULET, Fabien COUSSA, François RASSELET, Sté-  
phane GILLET, Jennifer BLONDEL, Jan ROJEK, Faisal ISLAM,  
Ashok RAJPUROHIT, Martinus Putra WIDJAJA, et Clotilde  
RICHARD. Qu'ils en soient sincèrement remerciés.*



**P**AR ces quelques lignes, je souhaite ici remercier les membres du jury qui ont accepté d'évaluer mon parcours et mes travaux dans le cadre du passage de l'HDR. Je remercie tout particulièrement Laurent GUILLAUMAT, Patrick IENNY et Vincent PLACET qui ont rapporté ce mémoire. Je remercie sincèrement Peter DAVIES, Véronique MICHAUD, Fabienne TOUCHARD et Damien HALM qui ont également examiné mon travail. J'ai grandement apprécié les échanges riches et variés que nous avons pu avoir lors de la soutenance. Je tiens à exprimer ma vive reconnaissance à Fabienne TOUCHARD qui a accepté de présider le jury et à Damien HALM qui, par son écoute, sa disponibilité et son efficacité a rendu possible le franchissement de cette étape.

Mes activités d'enseignant-chercheur ne pourraient être menées sans l'implication d'un grand nombre de collègues, partenaires industriels et étudiants. Un grand **merci**, plein de gratitude, à tous ceux qui ont contribué de près, ou de plus loin, à ce résultat... et ils sont nombreux! Je ne puis tous les citer nommément, mais je les prie de trouver, ici, l'expression de ma plus profonde sympathie.

Enfin, pour leur soutien sans faille, leur grande patience et leur amour, ma dernière ligne est destinée à ma famille qui me permet d'explorer ma créativité avec audace et espoir.

*S. Joannès*





# Sommaire

---

<b>Avant-propos</b>	<b>iii</b>
<b>Préambule</b>	<b>v</b>
<b>Acronymes &amp; Symboles</b>	<b>x</b>
<b>I Notice individuelle &amp; Synthèse des activités de recherche</b>	<b>1</b>
<b>II Mémoire</b>	<b>73</b>
1 Introduction générale	77
2 Dimensionnement des structures composites	89
3 Fluctuations morphologiques transverses	117
4 Comportement des renforts fibreux	143
5 Projet de recherche	163
Table des matières	177
Table bibliographique	179



# Avant-propos

---

Ce document vous est présenté en vue de l'obtention de l'Habilitation à Diriger des Recherches. Il retrace mon parcours professionnel, décrit les principales activités scientifiques post-doctorales que j'ai pu mener au cours de ces quinze dernières années et expose les orientations thématiques que je souhaite poursuivre à l'avenir. Mon activité de chercheur s'est construite de manière pragmatique dans une dynamique rythmée par des actions de recherches contractuelles qu'elles soient à financements privés, parapublics ou publics. Au fil des années, s'est dessinée une perspective unificatrice qui fait l'objet de ce travail réflexif, tant sur le plan thématique que sur le plan conceptuel. Conformément aux usages, le mémoire est structuré en deux tomes indépendants :

1. Le premier, correspond à une *notice individuelle* étendue dont la présentation, assez formelle, répond aux recommandations du dossier de candidature. Notice étendue, car au-delà de mon itinéraire scientifique il s'agit d'un résumé des points forts de mes activités de recherche, faisant apparaître la cohérence au sein des thématiques abordées et leur valorisation. Ce premier tome résume également les activités liées à l'animation scientifique, qu'il s'agisse de projets, de programmes ou de groupes de recherche ; sans oublier les dimensions internationales associées. Il permet de mettre en valeur les nombreuses collaborations que j'ai pu avoir et qui se poursuivent avec des partenaires privés, institutionnels ou académiques. Le premier tome replace enfin les diverses activités d'encadrement et de formation dans leur contexte.
2. Le second tome est plus libre dans sa forme. Il positionne mes activités de recherche dans une thématique unifiée : *le comportement et la durabilité en conditions d'usage des matériaux composites à renforts fibreux et matrice organique*. Il explique les enjeux et débats que traverse cette thématique puis expose la démarche scientifique que j'ai pu construire au cours de ces dernières années. Ce second tome, mémoire de synthèse, propose ainsi de revenir sur un éventail de travaux illustrant la démarche sur une sélection d'activités phares. Le mémoire s'achève sur une mise en perspective de mes activités de recherche.



# Préambule

---

La rédaction d'un mémoire d'Habilitation à Diriger des Recherches (HDR) est l'occasion de dresser un bilan personnel sur ses aptitudes à piloter des activités de recherche et de les projeter dans les temps futurs. Mais au delà du travail introspectif, à caractère épistémologique, qui sera discuté tout au long de ce mémoire, cheminer vers l'HDR est aussi l'opportunité de s'interroger sur la pratique de notre métier ; comme se questionner sur notre rapport à la science, ses enjeux et ses applications.

A l'heure de rédiger ce mémoire, je souhaite apporter dans ce préambule un regard empreint de mon vécu, de mes espoirs et attentes, sur ce que représente pour moi cette étape importante dans la vie d'un chercheur. Il y a en effet plein de bonnes raisons de passer l'HDR. Les trois paragraphes qui suivent exposent avec honnêteté et transparence mes motivations et ambitions, témoignant de mon identité de chercheur selon trois facettes : 1) l'HDR est un engagement personnel, 2) appelant une cohérence entre un parcours et une université d'accueil, 3) conférant le droit de « Diriger » des thèses<sup>2</sup> sans oublier les responsabilités associées.

## **Tout âge porte ses fruits, il faut savoir les cueillir**<sup>3</sup>

L'Habilitation à Diriger des Recherches est avant tout le fruit d'un engagement personnel, dont les mécanismes de mûrissement, parfois longs et complexes, conditionnés par de multiples facteurs, sont propres à chaque individu. Avant tout, en avoir envie ! Sentir que c'est le moment est certainement le meilleur gage de réussite. Plus qu'une étape, je ressens le passage de l'HDR comme un jalon, un repère qui s'inscrit dans une dynamique personnelle.

Plus haute qualification universitaire française, l'HDR est un diplôme national de l'enseignement supérieur, délivré par une université. L'établissement dans lequel j'exerce mon métier aujourd'hui, l'*Université Paris Sciences & Lettres* (PSL), est une jeune institution<sup>4</sup> créée en 2010 qui ne délivre pas (encore) cette qualification. L'inscription indispensable à une université d'accueil est pour moi l'occasion de faire se rencontrer une histoire, un parcours et des projets.

---

2. Ou plutôt des « projets de recherche doctoraux ».

3. R. RADIGUET. *Le Bal du comte d'Orgel*. Grasset, 1924

4. Néanmoins constituée par de grandes écoles parisiennes et de centres de recherche eux-mêmes ancrés dans une longue histoire.

Le diplôme est régi par l'Arrêté ministériel du 23 novembre 1988<sup>5</sup>. Dans son article premier, ce document précise les conditions de délivrance de l'habilitation :

« qui sanctionne la reconnaissance du haut niveau scientifique du candidat,  
du caractère original de sa démarche dans un domaine de la science,  
de son aptitude à maîtriser une stratégie de recherche  
dans un domaine scientifique ou technologique suffisamment large  
et de sa capacité à encadrer de jeunes chercheurs. »

Le dernier point est, me semble-t-il, fondamental. De manière manifeste, cette qualification marque un changement de statut pour son détenteur, passant d'un rôle d'encadrant-maître de thèse à celui de Directeur de thèse. Pour le chercheur habilité, c'est à la fois plus de droits mais également de devoirs envers ses « jeunes chercheurs » en doctorat. C'est un véritable engagement, positionnant l'humain au cœur du projet.

## **Ce n'est pas des racines, [...] qu'on cueille les fruits**<sup>6</sup>

Le choix de l'université d'accueil est une décision qui doit d'abord s'inscrire dans une logique de proximité thématique. Comme je le préciserai ultérieurement, mon parcours et mes recherches sont ancrés dans le monde socio-économique avec une finalité industrielle escomptée. Il s'agit d'une recherche, à thématique majoritairement mécanique, qui vise au développement de matériaux à usage technologique. Cette recherche s'appuie sur une compréhension des transformations de la matière en service, en lien étroit avec ses propriétés d'usage. Du fait d'une forte inclination pour les technologies relatives aux transports et nouvelles mobilités, j'ai privilégié dans mes recherches des applications liées à ces domaines en y associant l'énergie et en apportant une attention particulière aux aspects environnementaux. Je retrouve, parmi les axes transversaux et prépondérants de l'Université de Poitiers, ces mêmes thématiques et cette ouverture sur le monde socio-économique qui m'anime. Ainsi, parmi les nombreux instituts et laboratoires de l'Université, la forte activité partenariale de l'Institut P' et la contribution historique de l'ISAE-ENSMA sur ces thèmes est en parfaite cohérence avec mon parcours.

La proximité thématique est bien entendu importante mais doit pouvoir s'articuler autour d'ambitions partagées. Le choix de l'Université de Poitiers est également lié à sa politique scientifique affichée de croiser les cultures. La pluridisciplinarité défendue par l'Université et incarnée par René DESCARTES, est pour moi essentielle. « Ce n'est pas des racines, ni du tronc des arbres, qu'on cueille les fruits », les disciplines scientifiques ne sont pas isolées et les découvertes sont très généralement favorisées par les collaborations et les synergies entre différents domaines. Je retrouve dans cet idéal un levier de développement et d'épanouissement collectif que j'ai pu expérimenter et apprécier au fil des années. Il me

---

5. Modifié par l'arrêté du 13 février 1992, du 13 juillet 1995, du 25 avril 2002 et enfin du 27 octobre 2020 (<https://www.legifrance.gouv.fr/loda/id/LEGITEXT000028933129/>).

6. R. DESCARTES. *Les Principes de La Philosophie*. 1647, lettre-préface de l'auteur. René DESCARTES, diplômé de l'Université de Poitiers en 1616, est le symbole même de la pluridisciplinarité proposé par cet établissement séculaire.

semble que le croisement des cultures doit également se lire au sens large, aboutissant à une dimension internationale. « Bien accueillir [est] une ambition forte » de l'Université de Poitiers. Ces dernières années, j'ai eu la chance de pouvoir accompagner des doctorants de nationalités et cultures très diverses. Le fruit de ces échanges est pour moi un enrichissement social et humain garant d'une recherche résolument ouverte sur le monde.

Le partage de ces valeurs ne fait que conforter la motivation première du choix de Poitiers comme université d'accueil.

## Que serait le guide sans celui qu'il conduit ? <sup>7</sup>

Cette période de « mûrissement » conduisant à l'HDR, m'a notamment amené à m'interroger sur tout ce qui fait que mon métier est pour moi une si belle aventure. A de nombreuses reprises, j'ai pu m'assurer que la recherche, la découverte puis la communication d'un savoir sont pour moi des moteurs essentiels. Mon parcours de chercheur est fait de curiosité intellectuelle, de créativité mais surtout d'échanges et de rencontres. En particulier celles avec les « jeunes chercheurs » que nous accompagnons vers leur Everest. L'évocation de cette montagne mythique n'est pas anodine car ce sont deux collègues, exerçant en Sciences de l'Education, qui m'ont ouvert les yeux sur la manière dont les jeunes chercheurs en doctorat perçoivent leur thèse et le rôle de leur encadrant. Dans un article publié en 2013, BÉGIN et GÉRARD <sup>8</sup> utilisent une approche tout à fait originale pour investiguer cette question. Leur travail est basé sur les concepts de l'apprentissage cognitif ; ils ont réalisé une enquête auprès d'environ 500 doctorants <sup>9</sup>, leur demandant de décrire leur expérience doctorale via une métaphore.

Ce qui émerge clairement de cette étude, c'est que plus de la moitié des répondants utilisent des métaphores en décrivant leur expérience doctorale comme un défi ou une expédition vers des terres inconnues. Expédition souvent périlleuse et parfois jalonnée d'obstacles. Le doctorat est considéré comme un cheminement exigeant un niveau élevé d'engagement ; la majorité des répondants ne mentionnent nullement leur encadrement. Les jeunes chercheurs attendent de leur directeur une attention personnalisée, des qualités relationnelles et un environnement propice qui les amènera à progresser tout au long du doctorat.

Fort de cet éclairage et de l'expérience acquise ces dernières années, je me suis moi-même questionné sur la position à adopter envers les jeunes chercheurs. Dans son livre, *Le doctorat : un rite de passage* <sup>10</sup>, GÉRARD décrit les étapes clefs d'apprentissage conduisant le jeune chercheur vers le doctorat. Poursuivant l'exercice de la comparaison et la métaphore, il me semble que le rôle d'accompagnateur du directeur de thèse s'apparente à la vocation du guide de haute montagne.

7. G. RÉBUFFAT. *Etoiles et tempêtes*. Arthaud, 1954

8. C. BÉGIN et L. GÉRARD. « The Role of Supervisors in Light of the Experience of Doctoral Students ». Dans : *Policy Futures in Education* 11.3 (juin 2013), p. 267-276

9. Dont plus du tiers étaient inscrits en Sciences et Technologies.

10. L. GÉRARD. *Le doctorat : un rite de passage*. L'anthropologie au coin de la rue. Paris : Téraèdre, août 2014



1. Ce n'est pas au premier coup de crampon que l'on conquiert l'Everest ! Mousquetons, cordes, crampons, piolets... tels sont les outils du guide de haute montagne. Dans cette phase d'acquisition, le jeune chercheur est amené à découvrir et à s'initier aux techniques de progression. Glace, neige, rocher, en montagne les terrains sont variés et durant cette première phase, le guide apprécie, mesure les aptitudes et le penchant de son apprenant. L'encadrant est alors un formateur, sous-entendu de proximité, doué d'une aptitude pédagogique adaptative. Il faut apprendre à progresser efficacement, sans s'essouffler. La maîtrise technique et l'attitude du guide se doivent d'être rassurantes. A ce stade, le pratiquant découvre l'activité dont la première difficulté est d'ordre cognitif : Que faire ? Comment ? A quel moment ? Le guide doit alors faciliter l'identification du but à atteindre.
2. Les premières courses sont organisées et sélectionnées conjointement entre le pratiquant et le guide. Il doit en effet exister une certaine harmonie conceptuelle et une communauté d'intérêt entre le jeune chercheur et son directeur. Le rôle de l'encadrant durant cette deuxième phase est avant tout d'accompagner et de sécuriser. La corde est utilisée dans les passages délicats et permet d'assurer la progression. Les glissades sont possibles mais l'assurage, solide et efficace, prévient tout risque de chute funeste. Le guide doit responsabiliser. L'encadrant utilise sa connaissance approfondie du domaine de recherche pour définir un cadre et un environnement qui permette au jeune chercheur d'aborder sa propre thématique sur des bases suffisamment solides. Le doctorant doit être capable d'extraire les concepts et d'adopter les stratégies appropriées pour progresser.
3. Vient la phase de transfert et le gain en autonomie. « Le guide ne grimpe pas pour lui : il ouvre les portes de ses montagnes comme le jardinier les grilles de son parc.<sup>11</sup> » En jeune-alpiniste, le pratiquant désigne lui même les courses à entreprendre. Certaines peuvent être difficiles ; le guide a alors un rôle de facilitateur. Le guide, tantôt devant, tantôt aux côtés du pratiquant est là pour assurer ses pas et lui permettre de se surpasser techniquement mais également humainement. L'encadrant doit se montrer suffisamment disponible pour conseiller, examiner avec le jeune-chercheur les questions et les problèmes qui se posent. Il a pour mission d'indiquer les voies prometteuses qui peuvent être prises, évitant au jeune-chercheur d'emprunter des impasses. Par ailleurs son encadrement se doit d'être le moins monolithique possible, permettant au doctorant de bénéficier du regard d'autres chercheurs sur son travail.

L'aspirant-guide que je suis est aujourd'hui parfaitement conscient que la supervision doctorale constitue l'un des principaux facteurs de réussite pour le jeune-chercheur en doctorat. C'est pourquoi j'aspire à devenir le Directeur que je viens de décrire, gardant en tête cette citation de SAINT-EXUPÉRY :

« Le véritable enseignement n'est point de te parler mais de te conduire.<sup>12</sup> »

---

11. G. RÉBUFFAT. *Etoiles et tempêtes*. Arthaud, 1954

12. A. de SAINT-EXUPÉRY. *Citadelle*. Blanche. Gallimard, 1948

# Acronymes & Symboles

---

## Acronymes des institutions

- ARMINES Association pour la Recherche et le Développement des Méthodes et Processus Industriel. ARMINES est liée par conventions approuvées par l'État à ses écoles partenaires, au premier rang desquelles figurent l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris. Elle intervient dans le cadre de la loi du 18 avril 2006 qui permet à des établissements publics d'enseignement supérieur ou de recherche de confier leurs activités de recherche contractuelle à des structures de droit privé, [www.armines.net](http://www.armines.net)
- BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, institut fédéral de recherche et d'essai sur les matériaux tourné vers les questions liées à la sécurité et à l'environnement, [www.bam.de](http://www.bam.de)
- CACEMI Centre d'Actualisation des Connaissances et de l'Etude des Matériaux Industriels, [www.cnam-entreprises.fr](http://www.cnam-entreprises.fr)
- CMAT Centre des Matériaux de l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris, Unité Mixte de Recherche du CNRS (7633), [www.mat.minesparis.psl.eu](http://www.mat.minesparis.psl.eu)
- CEMCAT Centre d'Étude des Matériaux Composites Avancés pour les Transports, IPC-Laval depuis 2017
- CEMEF Centre de Mise en Forme des Matériaux de l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris, Unité Mixte de Recherche du CNRS (7635), [www.cemef.minesparis.psl.eu](http://www.cemef.minesparis.psl.eu)
- CERPEM Centre d'Étude et de Recherche en Protection Électro-Magnétique, en activité de 1997 à 2014.
- CNAM Conservatoire National des Arts et Métiers, [cnam.fr](http://cnam.fr)
- DAFPEN Délégation Académique à la Formation des Personnels de l'Éducation Nationale
- ENSAM Arts et Métiers (anciennement Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers), [artsetmetiers.fr](http://artsetmetiers.fr)
- ENSMA École Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, membre du Groupe ISAE depuis 2011 (nom d'usage ISAE-ENSMA), [www.ensma.fr](http://www.ensma.fr)

ENSMF	École Nationale Supérieure des Mines de Paris (Mines Paris), établissement-composante de PSL, <a href="http://www.minesparis.psl.eu">www.minesparis.psl.eu</a>
ESPCI	École Supérieure de Physique et de Chimie Industrielles de la ville de Paris établissement-composante de PSL, <a href="http://www.espci.psl.eu/fr/">www.espci.psl.eu/fr/</a>
ESTACA	École Supérieure des Techniques Aéronautiques et de Construction Automobile, membre du Groupe ISAE depuis 2012, <a href="http://www.estaca.fr">www.estaca.fr</a>
INSTN	Institut National des Sciences et Techniques Nucléaires, <a href="http://instn.cea.fr">instn.cea.fr</a>
IPC	Centre Technique Industriel de la Plasturgie et des Composites (depuis 2016), <a href="http://www.ct-ipc.com">www.ct-ipc.com</a>
ISAE	(Groupe ISAE) Pôle mondial de formation et de recherche en ingénierie aéronautique et spatiale, <a href="http://www.groupe-isea.fr">www.groupe-isea.fr</a>
PPRIME	Institut P', UPR CNRS conventionnée avec l'Université de Poitiers et l'École Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, <a href="http://pprime.fr">pprime.fr</a>
PSL	Université Paris Sciences & Lettres, l'Université Paris Sciences & Lettres est composée de onze établissements dont l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris, <a href="http://www.psl.eu">www.psl.eu</a>
UEVE	Université d'Evry-Val-d'Essonne, <a href="http://www.univ-evry.fr">www.univ-evry.fr</a>
UPMC	Université Pierre et Marie Curie, Sorbonne Université depuis 2018, <a href="http://www.sorbonne-universite.fr">www.sorbonne-universite.fr</a>
UVSQ	Université de Versailles-Saint-Quentin-en-Yvelines, <a href="http://www.uvsq.fr">www.uvsq.fr</a>

**Tome I**

**Notice individuelle  
& Synthèse des activités  
de recherche**



Les pages 3 à 72 ne font pas parties de la section consultable.

**Tome II**

**Mémoire**





---

**L**E mythe de la tour d'ivoire a vécu et en tant que chercheur, il est indispensable de s'interroger sur le « biotope » de ses thématiques de recherche ; c'est-à-dire le milieu le plus favorable à leur développement. Il s'agit également d'anticiper l'évolution de ce « biotope » et tout en maintenant le cap, il convient donc de rester à l'écoute des nouvelles tendances et transitions qui s'opèrent à plus grande échelle.

Les matériaux composites que je pratique ne sont pas de la sphère du vivant et bien que didactique, l'image du « biotope » doit être améliorée. Au-delà de l'environnement, c'est bien le positionnement et la stratégie scientifique qu'il convient de définir.

C'est au cours d'une formation relativement récente en « management et qualité de vie au travail » que j'ai véritablement pris conscience qu'une représentation systémique de type « business model » – bien que le terme soit parfois connoté<sup>a</sup> – pouvait être très efficacement appliquée à une activité de recherche. Pour une proposition de valeur donnée, il s'agit d'identifier les différentes parties prenantes : Quels sont les activités, ressources et partenaires clefs ? Quels canaux de communication et de valorisation ? A qui et sous quelle forme sont destinés les résultats produits ? Sans oublier le financement des travaux de recherche.

Aussi, si le cœur de ce mémoire s'attache à présenter et décrire mes activités de recherche sur un plan scientifique, les questions précédentes – d'environnement et de conjoncture – seront abordées dans l'introduction puis au fil de l'eau.

---

<sup>a</sup>. Le « business model » doit être est ici regardé sous l'angle d'un « modèle d'activité », qui vise davantage à représenter l'organisation et l'animation d'une thématique, tout en poursuivant l'objectif d'une valeur ajoutée technique, scientifique et bien entendu Humaine. La confusion est souvent fréquente entre le « business model » et sa projection financière et opérationnelle chiffrée, le « business plan » ou plan d'affaires.



# 1

## Introduction générale

---

**Concevoir des structures composites plus sûres, plus fiables  
et plus performantes pour soutenir une mobilité durable.**

### **Comportement en service et durabilité...**

Mon parcours et mes recherches sont ancrées dans le monde socio-économique avec une finalité industrielle escomptée. Il s'agit d'une recherche, à thématique majoritairement mécanique, expérimentale et numérique. Elle vise au développement de matériaux (composites) à usage technologique, s'appuyant sur une compréhension des transformations de la matière en service, en lien étroit avec ses propriétés d'usage.

### **...des composites**

L'objet de mes travaux de recherche porte sur les matériaux composites à renforts fibreux et matrices organiques, destinés au secteur des transports et dans une moindre mesure, à celui de l'énergie.

La présente introduction générale vise essentiellement à rappeler (i) le contexte et les enjeux pour lesquels je m'investis et je souhaite me concentrer, (ii) l'objet de mes recherches, conduisant naturellement aux activités clés et enfin (iii) la démarche scientifique que j'ai adoptée, structurant le présent mémoire.

## **1.1 Au cœur des transitions**

*Une proposition de valeur ancrée dans son temps.*

### **1.1.1 Un monde en pleine mutation**

En ce 21<sup>ème</sup> siècle, notre société vit de profonds bouleversements, à commencer par une prise de conscience collective que bien des ressources sur notre planète sont épuisables.

La médiatisation du controversé calcul du « jour du dépassement <sup>1</sup> », le jour de l'année où l'humanité aurait consommé toutes les ressources que la planète peut produire en un an, est hautement symbolique. Au delà de la controverse du calcul, c'est un (r)appel à adopter des comportements et un mode de vie plus en adéquation avec notre écosystème. La récente pandémie de coronavirus n'a fait qu'accentuer cette prise de conscience citoyenne de l'impact des activités humaines sur notre environnement. En stoppant en quelques semaines une très grande partie de l'activité industrielle, des transports et des échanges, un simple virus a réussi à réduire les émissions de gaz à effet de serre de manière inédite. Pour le secteur des transports, l'aéronautique en tête, ce « trou d'air » est un véritable catalyseur et nous impose d'accélérer une transformation qui tardait à véritablement décoller.

Si les questions d'enjeux climatiques sont débattues depuis la fin des années 70 – essentiellement par les scientifiques – ils ne sont pas véritablement au centre des préoccupations lorsque j'aborde ma formation d'ingénieur à la fin des années 90. Le rapport du GIEC <sup>2</sup> de 1995 suggère d'ailleurs tout juste « une influence détectable de l'activité humaine sur le climat planétaire ». Les enseignements que je reçois à cette époque sont davantage tournés vers la performance et l'efficacité des systèmes de transport que vers leur impact environnemental ; cela peut paraître impensable aujourd'hui. Les mentalités ont réellement changé en à peine deux décennies. Il faut en effet attendre l'année 2001 pour que soit déclaré officiellement par le GIEC qu'il « existe de nouvelles preuves plus solides que la majeure partie du réchauffement observé au cours des 50 dernières années est imputable aux activités humaines ». L'humanité entre donc dans le 21<sup>ème</sup> siècle lorsque les questions d'enjeux climatiques envahissent les débats publics. Près de 30 ans après son premier rapport, le GIEC conclut en août 2021 <sup>3</sup> que le changement climatique est « plus rapide et plus sévère que prévu ». Les exemples d'actions pour le climat se multiplient et la (bonne) volonté des industriels est palpable, souvent bousculée par la récente crise sanitaire et l'actuel choc énergétique, mais le chemin est encore long.

Au delà des enjeux de neutralité carbone, c'est paradoxalement le « numérique » qui bénéficie également d'un tremplin. Il a un rôle fondamentale à jouer dans ce que certains appellent alors le « monde d'après ». C'est bien dans ce monde en pleine mutation que mes activités de recherche s'inscrivent ; des matériaux composites qui se retrouvent au cœur des transitions et des enjeux climatiques sans précédent du 21<sup>ème</sup> siècle.

« On arrête pas le progrès ! » Les innovations scientifiques et technologiques se doivent d'entraîner dans leur élan nos civilisations vers la quête d'une embellie économique, sociétale et environnementale. Les subventions publiques destinées à la recherche sont mobilisées sur de grands défis sociétaux dont, pour ce qui concerne l'objet de mes recherches, « des transports intelligents, verts et intégrés <sup>4</sup> » ainsi que « des énergies

---

1. Ce jour symbolique, calculé par l'ONG Global Footprint Network, traduit le fait qu'avec nos modes actuels de consommation, nous « vivrions à crédit » sur une bonne partie de l'année.

2. Groupe d'experts intergouvernemental sur l'évolution du climat appelé IPCC en anglais.

3. Premier volet du sixième rapport (RE6).

4. Ainsi définis dans le cadre du programme Horizon 2020, les termes peuvent à l'avenir changer.

sûres, propres et efficaces<sup>4</sup> ». Les programmes cadres de recherche et d'innovation se succèdent en soutenant un indispensable continuum recherche-innovation avec de plus en plus d'« inclusivité » et d'ouverture via la science ouverte.

La transformation numérique et la transition écologique sont ainsi deux grands défis à relever<sup>5</sup>. La principale différence réside dans le fait que la transition numérique est « l'une des grandes forces transformatrices de notre époque » alors que la transition écologique est un « horizon incontournable » (IDDRI *et al.* 2018). De par leur nature, les matériaux composites font partie des technologies clés pour relever ces défis. Mes activités de recherche ont naturellement suivi cet élan collectif en proposant une vision résolument tournée vers l'avenir et centrée sur les besoins d'innovation de la filière des transports.

### 1.1.2 Vers des mobilités plus durables avec les matériaux composites

Comme nous venons de le souligner, dans le domaine des transports, les aspirations sont à des impacts écologiques minimisés, une plus grande autonomie des véhicules et davantage de connectivité. Si l'« Internet des Objets » et l'« Industrie du Futur » – dites 4.0 – pouvaient apparaître comme de la science-fiction en ce début de millénaire, la quatrième révolution industrielle est aujourd'hui une réalité. Ce nouveau paradigme industriel vise à métamorphoser les processus de production et s'étend à tout le cycle de vie du produit. Le secteur des matériaux composites n'échappe pas à cette révolution et bénéficie même d'une prédisposition « génétique » liée à la grande modularité des procédés de transformation et l'« hybridabilité » des microstructures.

Les voitures de demain seront à l'image de nos smartphones, qui nous permettent aujourd'hui de communiquer de multiples manières, de travailler ou de nous distraire et parfois même de téléphoner ! Tout en s'inscrivant dans une mobilité plus durable, recouvrant des enjeux sociaux, environnementaux et économiques, l'automobile sera bien plus que du « transport ». Impulsé par la naissance de l'économie collaborative, l'usage de l'automobile est en profonde mutation (covoiturage, autopartage) et il faut penser la voiture de demain électrique, connectée et autonome. Pour répondre à ce besoin, la transformation des véhicules est en marche et les matériaux, au cœur des innovations, sont essentiels pour la réussite des mutations en cours. Pour les composites, il s'agit d'aller vers des produits plus intelligents, permettant d'accéder à une fiabilité améliorée, une plus grande qualité tout en respectant les cadences de production requises. Les progrès sur les constituants sont particulièrement convoités, en particulier si l'amélioration technique s'accompagne d'un gain économique.

Depuis quelques dizaines d'années, les matériaux composites révolutionnent également le secteur aéronautique pour lequel réduire la masse est un défi permanent. L'exemple du moteur LEAP du consortium CFM international est particulièrement démonstratif. L'utilisation très significative des matériaux composites, en particulier pour les soufflantes, permet de réduire significativement la consommation de carburant, les émissions de CO<sub>2</sub>

---

5. Le gouvernement français a publié en février 2021 sa feuille de route « Numérique et environnement », dont le sous-titre est : « Faisons converger les transitions »

ainsi que la pollution sonore. C'est en réalité un cercle vertueux, moins de masse tournante permet d'alléger les structures porteuses, offrant alors la possibilité de nouvelles architectures.

Malgré leur capacité à aboutir à des objets sophistiqués aux attributs parfois uniques, les matériaux composites – dits avancés – pâtissent encore aujourd'hui de coûts de développements élevés, freinant leur pénétration plus importante sur certains marchés. L'un des levier est clairement d'aller vers davantage de simulation afin d'orienter et de réduire à minima les tests physiques. Il s'agit notamment de pouvoir dimensionner au plus juste les propriétés d'usage tout en garantissant la durabilité du produit. Le besoin est clair mais cela ne peut – et ne doit néanmoins – pas se faire sans une connaissance approfondie des mécanismes en jeu aux échelles les plus fines du matériau. C'est un juste équilibre à trouver et pour le chercheur que je suis, cela constitue un formidable environnement mêlant physique des matériaux, mécanique et numérique.

### 1.1.3 Focus sur le stockage H<sub>2</sub> hyperbare, fonction à maîtriser pour la mobilité

*Boudé, décrété, condamné dans les années 2000,  
l'hydrogène en tant que vecteur énergétique s'est imposé aujourd'hui en 2050  
comme le substitut incontesté aux énergies fossiles post peak-oil. . .*

Cette accroche d'anticipation, est tirée de l'article *L'hydrogène, PAC'te Pour l'avenir* (MOIZIARD, 2011) qui a remporté la troisième édition du concours étudiants « Génération Energies<sup>6</sup> » sur le thème : « Enertopia : Et si vous imaginiez le paysage énergétique en 2050 ». Comment rendre cette accroche<sup>7</sup>, à visée prospectiviste, technologiquement réalisable, économiquement raisonnable et socialement acceptable ? Au delà des questions relatives aux opportunités<sup>8</sup> offertes par ce vecteur énergétique, cet exemple concret va permettre d'exposer de manière pragmatique les challenges matériaux évoqués en chapeau introductif. Il s'agit de pouvoir illustrer les besoins actuels que j'adresse via mes activités de recherche et ainsi justifier la *proposition de valeur* que je défends : « Concevoir des structures composites plus sûres, plus fiables et plus performantes pour soutenir une mobilité durable ».

Avant de pouvoir être utilisé dans des réactions qui libèrent des quantités d'énergies infiniment supérieures à celles nécessaires à son extraction ou sa production, l'hydrogène doit être stocké puis transporté. Le stockage embarqué est un enjeu crucial pour toute la filière hydrogène et les impératifs de volume et de poids sont prépondérants. Dans les conditions standards de température et de pression, l'hydrogène occupe un volume bien trop important pour les applications mobiles. Pour le stocker et le transporter efficacement, il faut fortement réduire le volume occupé et plusieurs solutions existent comme le stockage liquide, le stockage solide ou le stockage gazeux hyperbare. Aujourd'hui,

---

6. Organisé par Sia Conseil, le journal L'Expansion et RTE.

7. Dix ans après, le regain d'intérêt pour ce vecteur énergétique est évident. Les récents plans étatiques permettent d'enclencher la dynamique industrielle indispensable mais le mur des coûts est encore bien haut.

8. Mais également les faiblesses et menaces à commencer par une délocalisation de la pollution, sans oublier les questions économiques et sociales.

c'est cette dernière solution qui est souvent privilégiée, notamment pour les applications automobiles, avec des pressions pouvant atteindre 700 bar. Cette technologie permet notamment de stocker la quantité d'hydrogène nécessaire à une voiture alimentée par une pile à combustible pour parcourir 500 km à 600 km entre chaque plein. La masse d'un réservoir embarqué est donc une question fondamentale, avec un objectif d'efficacité en poids de l'ordre de 5 %. Cela signifie que pour transporter 5 kg à 700 bar, la masse du réservoir ne doit pas dépasser 100 kg. Les enjeux de poids et de fiabilité sont donc considérables et les réservoirs en matériaux composites, indispensables pour atteindre l'objectif sus-mentionné, ont déjà fait leurs preuves sur le plan technologique. Les modèles de véhicules exploitant cette solution fleurissent un peu partout dans le monde et visent un niveau de sécurité<sup>9</sup> équivalent à celui des véhicules traditionnels. En revanche, de nombreuses optimisations sont encore possibles sur ce mode de stockage pour se rapprocher des ambitions économiques et ainsi permettre une diffusion plus large de la technologie.

Qu'il s'agisse de réservoirs de type III, IV ou V, le composite assure la résistance mécanique du produit et constitue un maillon essentiel pour la sécurité. Pouvoir prédire *où et quand* la dégradation de l'enveloppe composite serait susceptible d'avoir des conséquences graves – voire dramatiques – est un enjeu crucial pour l'usage de l'hydrogène dans la mobilité. Cela consiste à pouvoir évaluer, dès les phases de conception, les véritables marges de sécurité adoptées. Il convient de comprendre que bien que brutale, la rupture de l'enveloppe composite d'un réservoir est la conséquence<sup>10</sup> de l'accumulation de mécanismes d'endommagement aux échelles les plus fines.

Tout au long de la vie du réservoir et sans que cela ne soit perçu macroscopiquement, des ruptures de fibres vont se produire. Nous parlons ici de la rupture de fibres unitaires, une dizaine de fois plus fines que des cheveux et chaque millimètre cube de matériau peut compter plusieurs dizaines de milliers de ces fibres. Les ruptures restent absolument sans conséquence immédiate si elles sont aléatoirement distribuées dans le volume du matériau. C'est l'accumulation des ruptures sous forme de « clusters » qui donne le signal d'une fin de vie pour le réservoir. La cinétique de rupture des fibres est en outre dépendante des sollicitations locales induites par la microstructure, elle même fonction de la mise en œuvre. Prédire *quand et où* le processus de « clustering » va se matérialiser nécessite donc d'aborder le problème aux différentes échelles : de la structure à la microstructure puis en retour, des fibres au réservoir. Ce parcours multi-échelles et les transitions s'opérant entre chacune d'elles constituent l'objet de mes recherches, détaillé au §1.2 de la présente introduction. L'édifice à bâtir pour répondre à l'objectif s'appuie en outre sur 4 piliers interdépendants : 1) La représentativité des échantillons matériau, en lien avec la mise en œuvre du produit. 2) La bonne perception des sollicitations mécaniques complexes, et ce aux différentes échelles de la structure. 3) La quantification juste des mécanismes d'endommagement pertinents en exploitant des modèles physiquement fondés. 4) La mise

---

9. L'hydrogène se distingue des autres gaz combustibles par plusieurs aspects, facilitant ou complexifiant la maîtrise des risques.

10. Avec des conditions normales d'utilisation.

en œuvre d'approches stochastiques et le recours à l'inférence bayésienne pour la prise de décision. Ces 4 piliers structurent la démarche détaillée au §1.3.

## 1.2 Des activités clefs par essence multi-échelles

*L'origine microstructurale des comportements est un moteur pour mes travaux de recherche.*

Qu'ils soient dits « avancés » ou non, voilà près d'un demi-siècle que les matériaux composites, sous-entendu « modernes », gagnent du terrain sur les matériaux plus traditionnellement utilisés par l'industrie. Transport, énergie, produits de loisirs et de grande consommation, bâtiment, implants médicaux, etc. Pas un domaine n'échappe aujourd'hui à l'essor des matériaux composites. De par leur nature, les composites permettent en effet de répondre – au moins en partie – aux challenges technologiques et environnementaux auxquels nous devons faire face et abordés plus haut dans cette introduction. Par essence multi-matériaux et multi-échelles, ils offrent aussi la possibilité d'accéder, plus facilement que pour d'autres matériaux, aux demandes industrielles émergentes rendant possible une différenciation par rapport à la concurrence. Les innovations sur les matières, les combinaisons entre matériaux et le développement des procédés de transformation semblent infinis.

La pénétration massive des matériaux composites est fréquemment remise en cause malgré des avantages concurrentiels qu'il n'est plus besoin de prouver. La filière composites doit ainsi relever des défis comme l'accroissement des capacités de production tout en garantissant la qualité, la performance mais surtout la compétitivité économique. L'industrialisation des solutions composites, à des coûts acceptables, reste à ce jour un enjeu majeur.

Produire plus vite et moins cher, sans pertes significatives en performances, nécessite de parfaitement appréhender le comportement du matériau à travers ses différentes échelles. L'origine microstructurale des comportements est ainsi un moteur pour mes travaux de recherche. En effet, si les matériaux composites naissent de l'assemblage de différents ingrédients, les performances sont davantage conditionnées par les interactions s'établissant entre ces derniers. Un matériau composite, c'est avant tout un « duo à trois » : deux têtes d'affiche – renfort et matrice – mais un premier rôle tenu par l'interface entre ces deux acteurs principaux. Au delà des acteurs, je m'intéresse également à la mise en scène ou plutôt aux mises en scène, c'est à dire aux morphologies induites par les procédés de transformation en considérant leurs effets sur le comportement en service et la durée de vie des structures en matériaux composites.

Vaste est l'horizon ainsi considéré ! Si la prise de hauteur est nécessaire pour déterminer des objectifs et mettre en œuvre une stratégie de recherche pertinente, il faut néanmoins centrer cette stratégie sur les activités clefs. Compte tenu des liens étroits existant entre la microstructure et les propriétés d'usage, mes activités clefs embrassent les trois échelles évoquées plus haut : la structure, la morphologie du matériau constitutif en considérant



les interactions entre les constituants et enfin les renforts et la matrice. Le périmètre des activités clefs est cependant restreint pour chacune de ces échelles et trois « thématiques » sont en réalité considérées :

- ∞ L'aide au dimensionnement, en comportement et en durée de vie, des structures en matériaux composites.
- Σ L'impact des fluctuations morphologiques de la microstructure sur les propriétés thermo-mécaniques transverses.
- μ Le comportement thermo-mécanique des renforts fibreux, à l'échelle mono-filamentaire.

#### Outils d'aide au dimensionnement des structures



Mon activité à l'échelle de la structure est essentiellement numérique. Tout l'enjeu à cette échelle réside dans la juste modélisation des matériaux et l'exploitation des résultats obtenus aux échelles inférieures. Mon activité clef vise ici à proposer des approches hiérarchiques capables d'enrichir les solutions là où cela est utile et nécessaire. Les outils à cette échelle visent le juste équilibre entre coûts et performances en adoptant des stratégies compatibles avec les approches développées en milieu industriel.

#### Impact des fluctuations morphologiques sur les propriétés transverses



A l'échelle mésoscopique, mon activité s'attache à relier les fluctuations morphologiques locales des microstructures composites aux propriétés thermo-mécaniques transverses. Ces dernières sont très difficiles à évaluer expérimentalement. Mon activité vise à caractériser morphologiquement les microstructures pour en dégager les paramètres représentatifs nécessaires à l'estimation des propriétés effectives. Au delà des fluctuations spatiales des renforts, il s'agit par exemple d'évaluer les conséquences d'une porosité naturellement induite par des procédés plus économiques.

#### Comportement mono-filamentaire des renforts fibreux



A l'échelle des constituants, mon activité est essentiellement tournée vers la caractérisation thermo-mécanique mono-filamentaire de renforts techniques comme l'aramide, le carbone et le verre. Cette activité vise en particulier à mieux appréhender le comportement longitudinal mais également transverse de ces renforts, endurant des chargements complexes au sein des structures. C'est une activité très expérimentale sur des objets dix fois plus fins qu'un cheveu.

### 1.3 Prédire *où et quand va frapper l'orage*, une démarche structurée en 4 piliers

*Si prédire n'est probablement pas le seul objectif de l'activité scientifique, c'est un objectif qui fait consensus*<sup>11</sup>.

Quel que soit le secteur d'application, la *fiabilité* et l'*intégrité* des structures a, depuis toujours, été un enjeu primordial. Si les retours d'expériences et l'analyse des défaillances sont souvent des leviers essentiels en sûreté de fonctionnement, beaucoup d'avancées récentes sont le fruit de développements et de travaux poussant les limites de l'analyse prédictive. Dès les phases de conception, il s'agit d'évaluer, avec suffisamment de certitude, les risques de défaillances structurelles induits par la géométrie, les chargements ou encore les matériaux constituant le système mécanique. De mineures, certaines défaillances peuvent parfois devenir critiques voire catastrophiques et la *capacité prédictive* des modèles de comportement est alors cruciale. Dans son article intitulé « Prédiction Dans Les Sciences Expérimentales » (LECONTE, 2013), Gauvain LECONTE précise que « si prédire n'est probablement pas le seul objectif de l'activité scientifique, c'est un objectif qui fait consensus. » S'il est certain qu'aucune structure n'est infiniment durable, toute la question est de savoir comment prédire *où et quand va frapper l'orage*? Au delà de la métaphore, cette digression météorologique va permettre d'explicitier les 4 piliers de la démarche adoptée, ossature du présent mémoire.

#### 1.3.1 Atteindre des prévisions *fidèles et justes*, la qualité des données

La *fidélité* et la *justesse*, c'est à dire l'*exactitude* de toute prévision scientifique nécessite une connaissance approfondie des mécanismes et phénomènes en jeu. Qu'il s'agisse de météorologie ou des systèmes mécaniques, l'exactitude des prévisions repose sur la qualité des données mises à disposition.

« Par temps d'orage, l'hirondelle monte au nuage »



Nous aspirons tous à des prévisions météorologiques qui s'avèrent exactes et avec des échéances plus étendues que celles que nous pouvons obtenir en observant les dictons populaires. Néanmoins, les prévisions empiriques des siècles passés sont parfois très profitables et résultent d'un apprentissage acquis par l'expérience et l'observation attentive des phénomènes atmosphériques.

Le premier pilier de la démarche porte sur les **matériaux** et la qualité des données produites s'y rapportant. Dans tout travail de recherche, l'observation et l'apprentissage sont des étapes essentielles qu'il convient de mener avec le plus grand intérêt. Il s'agit en premier lieu de bien « comprendre » le matériau, tel que produit, et l'imbrication d'échelles qui conduit aux propriétés que l'on souhaite évaluer.

11. G. LECONTE. « Prédiction Dans Les Sciences Expérimentales ». Dans : (juil. 2013), p. 81-99

### 1.3.2 Des prévisions localisées, le poids de l'environnement

Le second pilier représente le poids de l'environnement local. Les sollicitations macroscopiques extérieures ne sont généralement plus celles qui interviennent localement.

« Le tonnerre est impressionnant, mais c'est l'éclair qui est important »

∞

Σ

μ

Cette citation de Mark TWAIN (1835–1910) reflète bien l'enjeu sous-jacent : les orages sont des phénomènes sub-kilométriques intenses qui sont bien souvent très difficiles à prédire spatialement car dépendant de la configuration géographique et de l'environnement local. En plus de l'observation des phénomènes atmosphériques, une excellente connaissance du terrain est nécessaire pour prédire la localisation du phénomène <sup>a</sup>.

<sup>a</sup>. Afin d'anticiper les risques météorologiques sévères à travers le monde, l'Observatoire Français des Tornades et Orages Violents exploite un modèle numérique à haute résolution spatiale (1 km) qui permet d'appréhender de manière fine les phénomènes les plus intenses à courte échéance (30 h).

Au sein du matériau et de la structure, les concentrateurs de contraintes sont multiples et la bonne perception des sollicitations en découlant est primordiale. Aussi, le second pilier de la démarche s'intéresse à tous les aspects **mécaniques** (ou thermo-mécaniques) liés, en particulier, aux sollicitations complexes locales.

### 1.3.3 Les quantités d'intérêt, apport des modèles hiérarchiques et adaptatifs

Le recours à la modélisation est indispensable pour aborder les prédictions sus-visées. La qualité des modèles et leur précision prédictive repose en grande partie sur un choix approprié des quantités d'intérêt.

« TAF : LFBI ... 24015G30KT 4000 SHRA FEW015CB BKN018TCU »

∞

Σ

μ

Suivant la nature de l'activité, les paramètres météorologiques à prédire peuvent largement différer. Il est par exemple évident que pour un aéroport <sup>a</sup>, les *quantités d'intérêt* seront bien plus nombreuses que pour un centre de vacances proposant des activités de plein air. Aussi, toute prévision doit pouvoir être enrichie suivant la criticité de l'activité ou la zone concernée.

<sup>a</sup>. Comme le suggère le message TAF – Types of Aeronautical Forecasts – rédigé en tête.

Les **méthodes numériques** constituent le troisième pilier de la démarche. Le développement et l'implémentation d'approches hiérarchiques et adaptatives permet de faire porter les efforts sur les quantités d'intérêt. En outre, ce pilier ouvre la voie à l'exploration de nouvelles solutions matériaux.

### 1.3.4 Comment prendre une décision, notion de risque

Toute prédiction n'a de sens que si elle est accompagnée d'un niveau de confiance. Les prédictions réalisées doivent ainsi permettre d'évaluer de manière fiable les risques associés à une situation donnée.

« Le choix n'existe qu'entre deux choses : le gain ou la perte » – proverbe Urdû



Comme à chaque édition de la plus grande course à la voile autour du monde – sans escale, en solitaire et sans assistance – la bataille stratégique est rude pour les premiers skippers. Les navigateurs du 21<sup>ème</sup> siècle passent un temps considérable devant leur ordinateur à décrypter les données de météo marine qui leur sont envoyées. Au delà des prévisions, prendre la bonne décision repose sur la notion de risque : il existe un degré d'incertitude quant aux possibilités d'échec ou de réussite. La maîtrise de l'incertain et du risque passe aujourd'hui encore plus qu'hier par des approches statistiques et probabilistes.

Le quatrième pilier correspond aux **approches stochastiques** qu'il convient de mettre en œuvre pour évaluer les incertitudes sur les quantités d'intérêt. Aux inférences fréquentistes sont préférées les inférences bayésiennes qui permettent de combiner l'information apportée par les données avec les connaissances que l'on a *a priori* du sujet.

## 1.4 Organisation du mémoire

Le mémoire est articulé autour de trois chapitres (numérotés 2, 3 et 4) qui correspondent aux trois activités clefs (trois thématiques) introduites au §1.2. De manière croisée, les 4 piliers de la démarche (§1.3) permettent de structurer les chapitres comme le précise la FIGURE 1.1, page suivante. Plusieurs segments applicatifs, représentatifs de mon positionnement, permettent d'illustrer mon activité de recherche. Ces segments, au nombre de quatre, se rapportent par ordre décroissant d'importance <sup>12</sup> :

- H<sub>2</sub>** Au stockage H<sub>2</sub> hyperbare, évoqué au §1.1.3.
- kg** Aux organes semi-structuraux de véhicules et à l'optimisation de leur masse. De fortes contraintes industrielles sur les procédés de transformation et les cadences associées induisent des (micro)structures particulièrement complexes.
- σ<sub>ε</sub>** À l'aramide, utilisé en renfort des pneumatiques à haute performance. De la production du pneumatique à son utilisation, ce matériau fibreux est soumis à des chargements mécaniques multiaxiaux exigeants.
- °C** Aux pièces composites assujetties à des environnements climatiques sévères.

12. En volume contractuels ou projets.



FIGURE 1.1 – Représentation schématique de l'organisation du mémoire. Chacun des trois chapitres – liés aux trois activités clés – est structuré par les 4 piliers de la démarche. Quatre segments applicatifs permettent d'illustrer les activités.



# 2

## Outils d'aide au dimensionnement des structures en matériaux composites

---

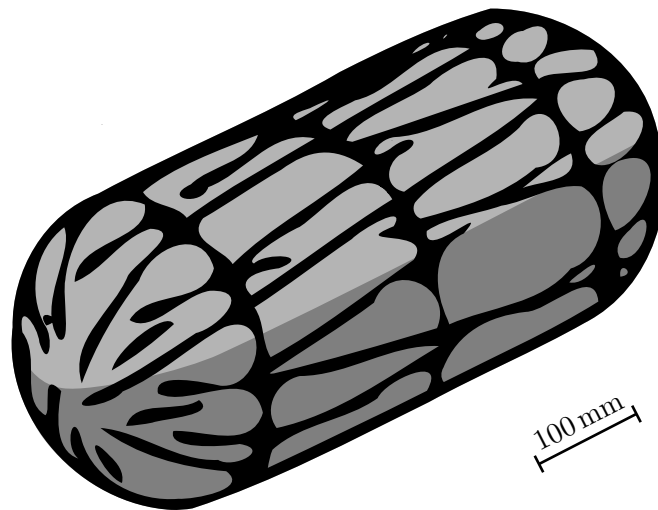


FIGURE 2.1 – Ce réservoir destiné au stockage embarqué d'un gaz sous haute pression – comme le gaz naturel ou plus encore l'hydrogène – est constitué d'un liner métallique ou polymère assurant l'étanchéité et d'une enveloppe composite apportant la résistance. Sa performance est intimement liée à l'assemblage pertinent des matériaux et à l'enroulement géodésique des fibres de renforts. Il illustre parfaitement l'apparente simplicité des structures qui sont abordées dans ce chapitre. © Joannès

### 2.1 Contexte et enjeux des travaux menés à l'échelle des structures

Les outils dont il s'agit ici visent à accompagner les phases de pré-dimensionnement de structures en matériaux composites, essentiellement destinées aux secteurs des transports ou de l'énergie. Un concept performant, fiable et économiquement compétitif « sur le papier », n'est pas suffisant pour garantir le succès d'un équipement mais c'est un jalon essentiel et nécessaire dans la vie du produit. Atteindre ce jalon implique généralement l'exploration et la confrontation de multiples solutions. Des itérations ou des croisements de concepts sont souvent nécessaires. Il faut ainsi pouvoir évaluer la pertinence d'une solution le plus efficacement possible. La finalité industrielle des activités impose de

rechercher le meilleur compromis entre les performances et la simplicité des outils. Derrière une simplicité « de façade », se cachent en réalité de vrais problèmes physiques, nécessitant des traitements parfois complexes. Les outils que je développe suivent le principe de Pareto : « Obtenir 80 % de la définition du produit en ayant passé 20 % du temps nécessaire pour aboutir à la conception finale. »

Ma contribution à l'échelle des structures consiste à (i) Identifier le ou les problèmes physiques qui se posent. (ii) Évaluer et sélectionner les hypothèses de travail les plus pertinentes. Le lien avec les échelles inférieures est ici indispensable. (iii) Établir les modèles physiques, mathématiques puis numériques ou algébriques adaptés aux problèmes posés. (iv) Implémenter ces modèles en faisant appel à des méthodes de discrétisation. (v) Alimenter les simulations en tenant compte de la représentativité des paramètres, tant sur le plan matériau que sur le plan géométrique. (vi) Valider les méthodes et les hypothèses. (vii) Réduire les modèles et proposer un accès facilité. L'optimisation des outils passe alors par de nombreuses itérations.

Les approches proposées sont bien souvent *hiérarchiques* en ce sens qu'elles vont permettre de complexifier progressivement et localement les simulations en fonction des précisions requises. Il n'est souvent pas nécessaire d'apporter la même attention à toutes les zones d'une pièce. Il faut concentrer les efforts sur les points les plus critiques et ce, même en phase de pré-dimensionnement. Le niveau de détail requis varie donc spatialement selon les besoins et contribue à l'efficacité des outils.

Ce chapitre s'ouvre sur un problème lié à la *diffusion hydro-thermique sur un équipement de distribution d'eau*, illustrant le pilier **matériau** de la démarche. Il s'agit notamment « comprendre » la matériau pour ensuite considérer une double dépendance de la diffusivité : à la température et à la concentration en eau. Le pilier **mécanique** propose d'*inventer un train arrière innovant* en ayant recours à des outils d'optimisation multi-critères. Le chapitre se poursuit ensuite sur le même segment applicatif avec un accent davantage tourné vers les **méthodes numériques**. Elles visent ici à *capturer les forts gradients avec la p-FEM*. À l'échelle des structures, les concentrateurs de contraintes sont en effet nombreux à commencer par les assemblages. Enfin, le quatrième pilier concernant les **approches stochastiques** est illustré par le challenge d'une *simulation échelle 1:1 de l'éclatement d'un réservoir composite type IV*. Comme précisé dans l'introduction générale, « toute prédiction n'a de sens que si elle est accompagnée d'un niveau de confiance » ; c'est là tout l'enjeu de ce dernier sujet.



## 2.2 Diffusion hydro-thermique sur un équipement de distribution d'eau

Rare et précieuse, l'eau douce ne représente que 3 % du volume total d'eau de notre planète bleue ; sur ces 3 %, seul 1 % est sous forme liquide, disponible pour la consommation des êtres vivants (FONTENOY et ARTHUS-BERTRAND, 2020). Dans ce contexte, acheminer et distribuer de l'eau potable aux populations, sans pertes et



aux meilleurs coûts, est un véritable défi pour les opérateurs. L'optimisation et la modernisation des réseaux permet notamment d'agir localement afin de prévenir les fuites qui représentent, en France, environ 20 % du volume mis en distribution<sup>1</sup> avec de fortes disparités régionales. Les équipements de distribution et en particulier des compteurs fiables et performants sont donc au cœur des enjeux.

Les matériaux métalliques traditionnels, tels que les alliages de cuivre, sont aujourd'hui concurrencés par des polymères et plus largement des polymères renforcés. Ces derniers tirent avantage d'atouts comme la facilité de mise en œuvre, les faibles coûts de production et surtout l'absence de cotation boursière conduisant à la volatilité des cours mais également à l'appétence de trafiquants. Néanmoins, les caractéristiques de la plupart des matériaux polymères évoluent en fonction de leur environnement hydrothermique (A. R. BUNSELL, JOANNÈS et THIONNET, 2021) et avant toute substitution il est primordial de s'assurer que les performances fonctionnelles sont bien préservées voire améliorées. Aussi, la durabilité des équipements hydrauliques est un enjeu crucial pour les fournisseurs (JOANNÈS, MAZÉ et A. R. BUNSELL, 2014a,b; LAIARINANDRASANA *et al.* 2011) qui veulent pouvoir anticiper les pertes de performances. Le présent exemple a été stimulé par ces exigences et vise à fournir un outil simple, rapide et efficace pour la prédiction de la sorption d'eau dans les matériaux polymères renforcés. Connaître de manière fiable la teneur en eau (et la température) au sein du matériau permet ensuite de prédire son comportement. Tous les résultats rapportés dans cette section concernent une matrice de polyphthalamide renforcée par des fibres de verre courtes (MAZÉ, 2012). La spécificité réside dans le fait que la cinétique de sorption est doublement couplée; la diffusivité dépend non seulement de la température mais également de la concentration en eau et ce couplage nécessite un modèle adapté, objet des paragraphes suivants.

### 2.2.1 Sorption d'eau dans un composite à matrice polyphthalamide

Par rapport aux polyamides aliphatiques, le polyphthalamide (PPA) offre une plus grande rigidité, principalement en raison de sa nature semi-aromatique. L'ajout de cycles aromatiques entraîne également une meilleure stabilité dimensionnelle, une meilleure résistance aux phénomènes d'hydrolyse et une augmentation des propriétés mécaniques en température et en condition humides. Le PPA considéré dans cet exemple est un grade commercial obtenue en substituant la totalité de l'acide adipique utilisé dans la composition du PA66 par de l'acide téréphtalique et de l'acide isophtalique. Un copolymère PA6T-PA6I est obtenu et est ensuite renforcé par des fibres de verre courtes à hauteur de 50 % en masse. Les échantillons sont des plaques (100 mm × 100 mm) moulées par injection, d'un millimètre d'épaisseur. Cela permet de considérer une diffusion monodimensionnelle à travers l'épaisseur, éliminant ainsi une partie des difficultés liées à l'anisotropie induite par l'injection. Il a par ailleurs été vérifié que les cinétiques de sorption sur des plaques plus épaisses (jusqu'à 4 mm) peuvent être normalisées par l'épaisseur et se superposent alors avec les résultats obtenus sur 1 mm.

1. Site eaufrance.fr consulté en juin 2021.

Tous les échantillons ont été séchés sur du gel de silice dans un four à 40 °C avant l'exposition aux environnements hydro-thermiques et sont restés sous ce conditionnement jusqu'à stabilisation de la masse afin d'atteindre le niveau « sec » de référence. La procédure est similaire pour obtenir les cinétiques de sorption, les gains de masse résultant de la sorption d'eau ont été enregistrés en retirant périodiquement l'échantillon de son environnement hydro-thermique et en le pesant sur une balance de précision. Il est alors possible de suivre, en fonction du temps  $t$ , l'évolution de la concentration en eau  $C$  dans le matériau ; concentration définie comme le rapport entre la masse absorbée<sup>2</sup> et la masse de référence initiale de l'échantillon.

Pour toute étude de cette nature, la première question concerne l'effet de l'eau sur le matériau et la recouvrance possible des propriétés après désorption. La FIGURE 2.2 obtenue pour des conditions environnementales particulièrement sévères, fait ressortir un comportement typiquement fickien (graphique du haut) avec notamment l'établissement d'un plateau de saturation. Sur ce même graphique, qu'il s'agisse d'une première ou d'une deuxième sorption après séchage, une unique cinétique est par ailleurs observée.

Le graphique du bas de la FIGURE 2.2 présente l'évolution de  $\tan \delta$  en fonction de la température. Deux pics sont visibles pour le matériau saturé en eau correspondant aux deux polymères constituant le PPA. Après séchage, la courbe de référence avant sorption est retrouvée et les propriétés mécaniques sont également recouvrées.

Les courbes de sorption pour d'autres conditions hydro-thermiques sont présentées sur la FIGURE 2.3 et correspondent aux moyennes obtenues pour trois échantillons par conditions, avec un écart-type standard corrigé de moins de 3 %.

En adoptant l'hypothèse d'une diffusion mono-dimensionnelle sur une plaque infiniment grande, d'épaisseur constante, de concentration initiale en eau nulle et uniforme et dont les surfaces sont maintenues à une concentration permanente  $C_\infty$ , une première estimation des cinétiques de sorption est possible. Ces estimations (en traits continus) sont basées sur une solution développable en séries trigonométriques (CRANK, 1956) de l'équation de Fick (2.2) où  $D$  désigne la diffusivité (constante) et  $x$  la variable d'espace (FICK, 1995 ; FICK, 1855).

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left( D \frac{\partial C}{\partial x} \right) \quad (2.1)$$

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad \text{si } D \text{ est constant} \quad (2.2)$$

En considérant chaque condition hydro-thermique séparément, un bon ajustement est obtenu entre le modèle de Fick et les points expérimentaux. Plusieurs commentaires peuvent néanmoins être formulés quant aux résultats de la FIGURE 2.3 :

- Dans le cas de l'immersion à différentes températures (graphique du bas), l'activation thermique (attendue) de la sorption est clairement visible : plus la température est élevée, plus rapide est la sorption et plus grande est la diffusivité.

---

2. Il est ici impossible de distinguer la masse d'eau *absorbée* de celle *adsorbée*. Par commodité, le terme « absorber » est utilisé pour décrire la quantité d'eau étant « retenue » par l'échantillon le temps des pesées.

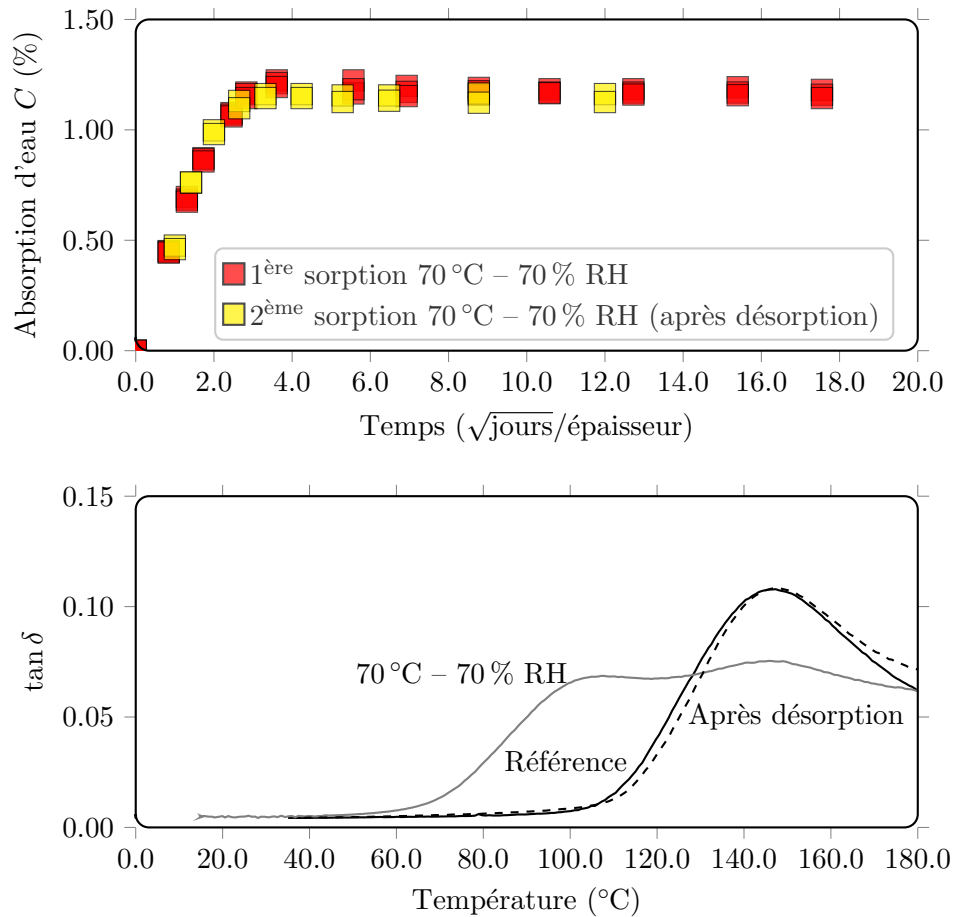


FIGURE 2.2 – En haut, première et deuxième mesures de sorption d’eau pour trois échantillons montrant une faible dispersion expérimentale et soutenant l’hypothèse d’effets de sorption réversibles. En bas, courbes  $\tan \delta$  obtenues pour des échantillons « non exposés » (référence), « exposés » et « rajeunis » (après désorption). La bonne superposition de la courbe de référence et celle après désorption est également un signe de la réversibilité de la sorption de l’eau.

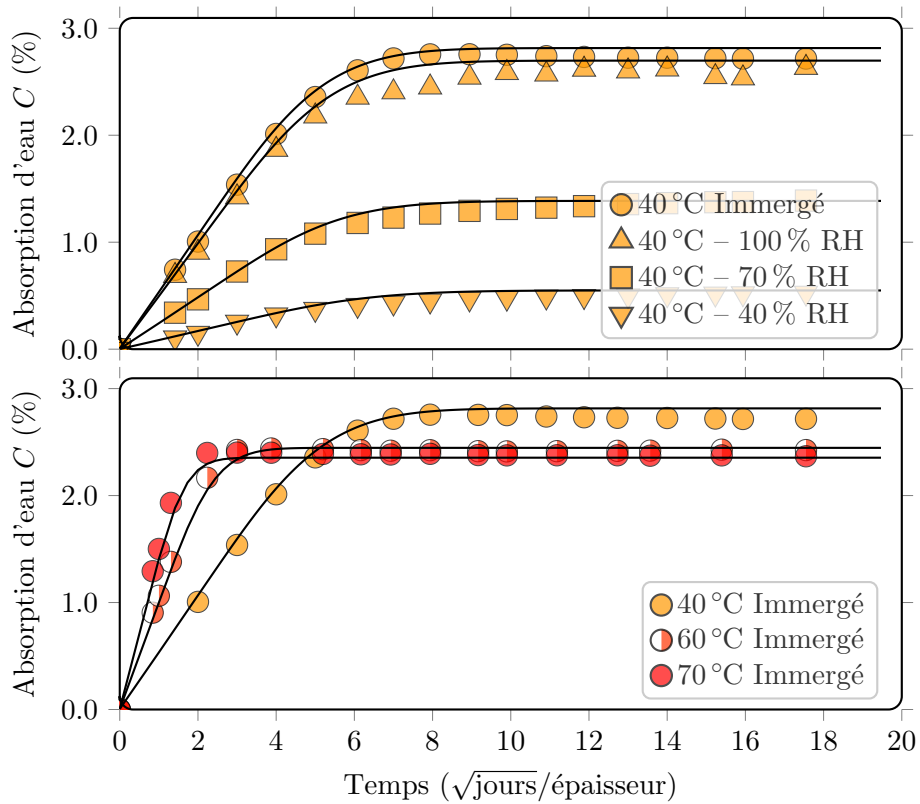


FIGURE 2.3 – Données expérimentales (symboles) obtenus à partir de la valeur moyenne de trois échantillons (PPA renforcé par des fibres de verre courtes) pour chaque condition de vieillissement hydro-thermique : conditions isothermes (en haut) et immergées (en bas). Les courbes ajustées (solides) correspondent à l'identification analytique des paramètres de diffusion  $D$  et  $C_\infty$  à l'aide des solutions proposées par CRANK (1956).

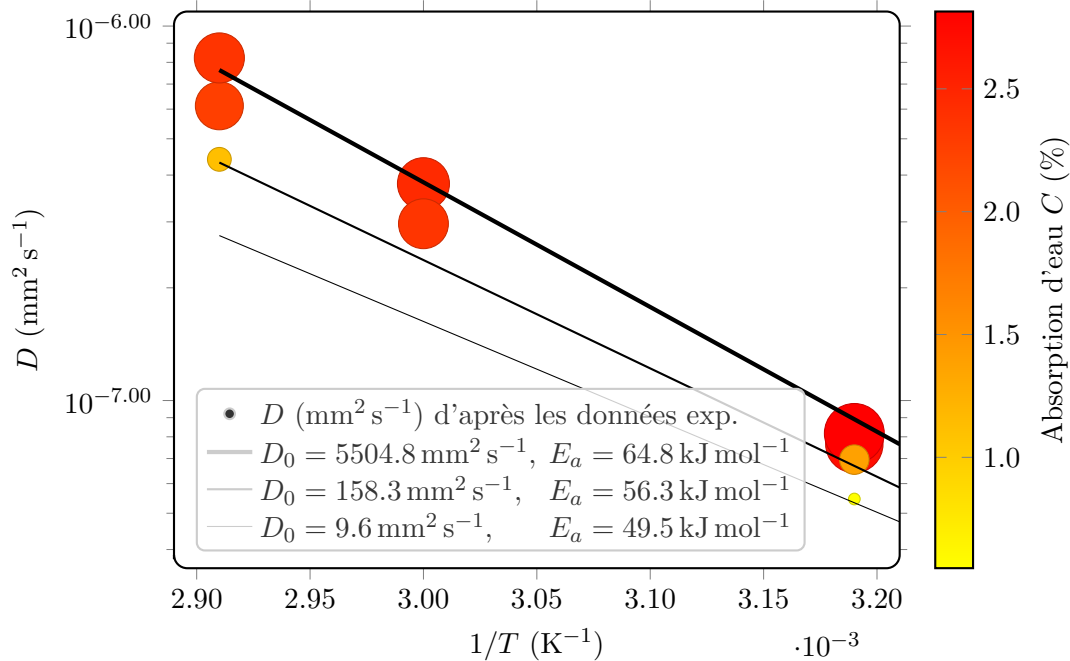


FIGURE 2.4 – La diffusivité  $D$  en fonction de  $1/T$  : pour des concentrations similaires, les points expérimentaux semblent être alignés. La taille et la couleur des bulles sont associées à la concentration d'équilibre et la diffusivité augmente avec l'humidité relative environnante.

- Dans ces mêmes conditions, un résultat moins évident concerne la dépendance à la température de la concentration à l'équilibre  $C_\infty$  : la concentration à saturation diminue lorsque la température augmente. Plusieurs hypothèses sont avancées dans la littérature pour expliquer ce phénomène connu sous le nom de *reverse thermal effect* (WEITSMAN, 2012), qui ne fait cependant pas l'objet de cette synthèse mais dont quelques éléments d'interprétation figurent dans MAZÉ (2012).
- Si l'on considère maintenant les résultats obtenus pour des conditions isothermes à 40 °C (graphique du haut), il semble à première vue que seule la concentration à saturation soit affectée par le milieu environnant comme cela est observé pour de multiples polymères. Une analyse plus approfondie fait néanmoins apparaître une dépendance de la diffusivité à la concentration en eau, comme cela est évoqué dans la section suivante.

### 2.2.2 Une double dépendance pour la diffusivité

Il est fréquent de tracer la diffusivité, en échelle logarithmique, en fonction de l'inverse de la température ( $1/T$ ), pour faire apparaître une dépendance de type Arrhenius entre la diffusivité et la température. Si la FIGURE 2.4 met clairement en évidence ce type de dépendance (pour des concentrations similaires, les points sont relativement bien alignés), elle montre également une dépendance à la concentration en eau de la « constante » d'Arrhenius, ici notée  $D_0$ , ainsi que de l'énergie d'activation  $E_a$ .

L'équation proposée pour décrire ce phénomène est de la forme Eq. (2.3) avec les relations empiriques Eq. (2.4) et Eq. (2.5) pour décrire les évolutions de  $E_a$  et  $D_0$ . Des éléments de justification sont consultables dans l'article de JOANNÈS, MAZÉ et A. R. BUNSELL (2014a).

$$D(T, C) = D_0(C) \exp\left(\frac{-E_a(C)}{RT}\right) \quad (2.3)$$

$$E_a(C) = \frac{R}{\frac{1}{T_b} - \frac{1}{T_a}} (\ln(\alpha + \beta(C)^\gamma) - \ln D_b) \quad (2.4)$$

$$D_0(C) = D_b \exp\left(\frac{E_a(C)}{RT_b}\right) \quad (2.5)$$

Les paramètres du modèle,  $T_a$ ,  $T_b$ ,  $D_b$ ,  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$  sont ensuite identifiés par optimisation. Les énergies d'activation obtenues d'environ  $45 \text{ kJ mol}^{-1}$  à  $65 \text{ kJ mol}^{-1}$ , sont dans une gamme habituellement rapportée dans la littérature pour des matériaux similaires (MOHD ISHAK et BERRY, 1994; VALENTIN, PARAY et GUETTA, 1987).

### 2.2.3 Un outil prédictif à haute sensibilité locale

Le modèle décrit précédemment a fait l'objet de validations sur une large gamme de conditions hydro-thermiques (JOANNÈS, MAZÉ et A. R. BUNSELL, 2014a) et restituée avec précision les cinétiques de sorption prises séparément. Pour être véritablement utile, le modèle doit être intégré à un outil de simulation visant à prédire la sorption d'eau ainsi que le temps nécessaire pour atteindre la saturation dans des environnements hydro-thermiques évolutifs et dissymétriques. Nous pouvons par exemple imaginer le matériau soumis d'un côté à l'immersion en température et de l'autre à un environnement climatique subordonnée à un lieu d'installation. En outre, l'outil est destiné à des phases initiales de conception et en quelques minutes, il doit être possible de balayer de multiples solutions techniques afin de sélectionner la plus pertinente.

Pour sa modularité et sa portabilité, un schéma aux différences finies a été adopté. L'implémentation a fait l'objet de l'article JOANNÈS, MAZÉ et A. R. BUNSELL (2014b) avec une attention particulière portée à la précision temporelle et spatiale. En effet, quel que soit le problème de transport-diffusion, de forts gradients apparaissent aux frontières des domaines. Si une discrétisation « fine » et homogène de l'ensemble des espaces permet de capter les forts gradients, cela se fait au détriment du temps de calcul et compromet grandement les études paramétriques. Dans l'article JOANNÈS, MAZÉ et A. R. BUNSELL (2014b), sur la base d'un schéma arrière en temps et centré en espace, nous proposons de recourir à un changement de variable adéquat pour garantir une précision spatiale du second ordre. Le passage à une intégration de type Crank-Nicolson permet quant à elle de garantir une précision temporelle du second ordre en conservant un algorithme inconditionnellement stable. Toutes les équations sont disponibles dans l'article pré-cité. Le *changement de variable* proposé est modulable (notion de facteur d'échelle) en fonction du problème à résoudre et la FIGURE 2.5 révèle le gain apporté par cette méthode.

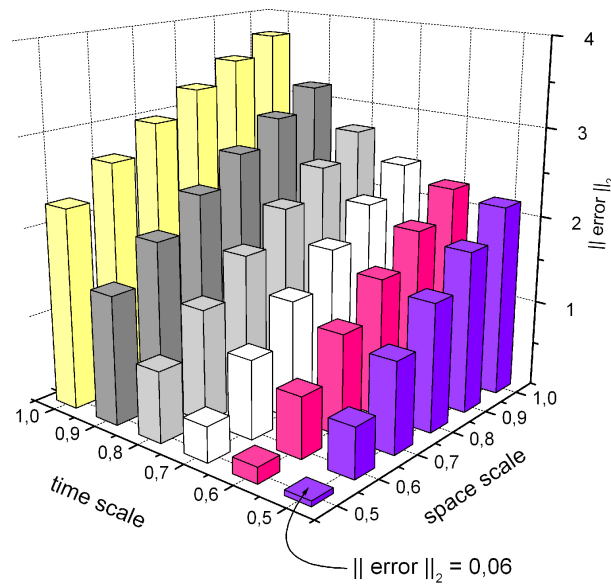


FIGURE 2.5 – Estimation d’erreur en norme  $L^2$  entre une courbe de référence (EF) et la méthode proposée (DF), au jour 1 d’une simulation, en fonction des facteurs d’échelle de temps et d’espace. L’erreur tombe à environ 0.06 en choisissant un facteur d’échelle de 0.5.

En situation, les résultats apportés par ce modèle sont particulièrement instructifs. Existe-t-il de réelles différences de performances<sup>3</sup> entre une installation dans le sud de l’Espagne et le nord de l’Europe, pour un équipement domestique comme un compteur d’eau chaude sanitaire? Les données météorologiques du projet European Climate Assessment & Dataset sont ici utilisées et permettent de reconstruire un environnement hydro-thermique quotidien représentatif pour plus de 7500 lieux en Europe et en Méditerranée. Nous nous sommes intéressés au climat sec de Malaga, continental humide de Genève et sub-océanique, humide et pluvieux, d’Amsterdam. En imposant ces conditions aux limites hydro-thermiques à l’extérieur et une température constante de 50 °C à l’intérieur d’un équipement (conditions immergées), il est possible de tracer la sorption d’eau en fonction du temps (FIGURE 2.6) pour ces trois localités. L’effet saisonnier du climat est clairement visible mais est davantage marqué pour l’Espagne.

Plusieurs conclusions ont pu être tirés des résultats de simulation et cartographies de la FIGURE 2.6 :

- Cela n’est pas aisément visible sur les cartographies mais l’ordre de grandeur pour saturer un équipement de quatre millimètres d’épaisseur est de quatre ans (JOANNÈS, MAZÉ et A. R. BUNSELL, 2014b).

3. Nous nous bornons dans ce résumé à analyser l’évolution de la concentration et eau en fonction du temps d’exposition, donnée d’entrée pour décrire le comportement mécanique. L’objectif finale de cette étude visait à prédire la dilatation d’une bâche de compteur volumétrique au cours du temps (MAZÉ, 2012)

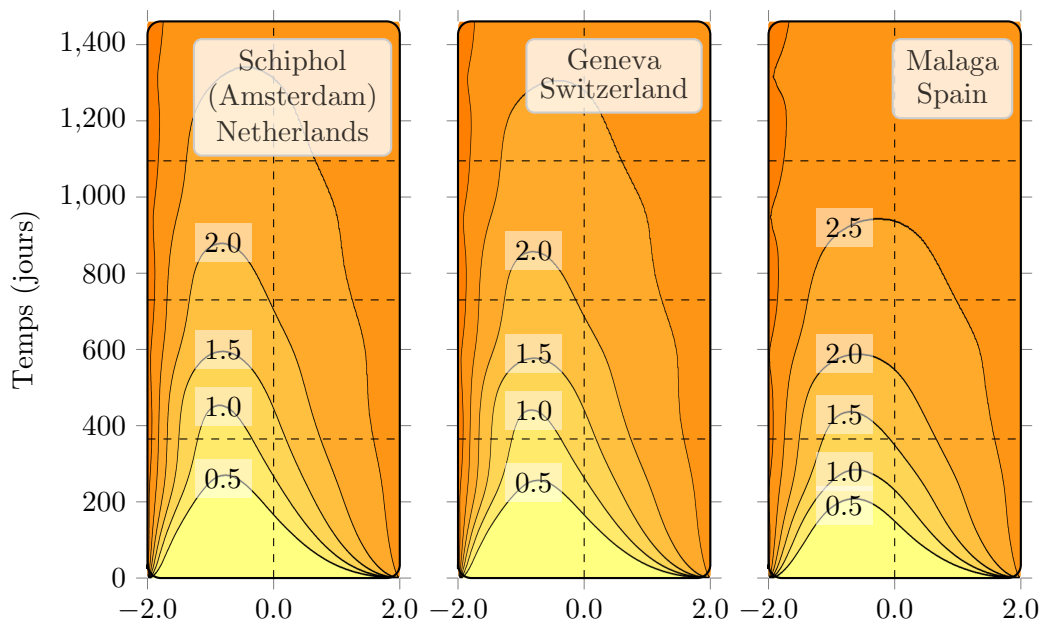


FIGURE 2.6 – Profils d'eau (concentration pourcent) à travers l'épaisseur (4 mm) d'un composite soumis à des conditions environnementales évolutives sur le côté gauche et à des conditions de température constantes en immersion sur le côté opposé pour trois villes européennes : Amsterdam-Schiphol (gauche), Genève (centre) et Malaga (droite). L'effet saisonnier est visible sur l'axe vertical (gauche) et la sorption d'eau est plus rapide dans le cas de l'Espagne par rapport aux Pays-Bas et à la Suisse, malgré une humidité relative moyenne bien plus faible dans le sud de l'Europe. Les lignes horizontales en pointillés correspondent aux années.



- La diffusion est un processus lent à grande distance et en première approximation, l'utilisation de données climatiques annuelles moyennes est suffisante pour simuler des situations réelles.
- Malgré une humidité relative moyenne bien plus faible en Espagne (par rapport à la Suisse et aux Pays-bas) l'absorption d'eau est bien plus rapide. L'activation thermique y est bien plus forte et c'est un paramètre prépondérant.

#### 2.2.4 Extension du modèle

L'outil a été utilisé dans plusieurs travaux comparables à l'étude initiale. Une démarche similaire a par exemple été entreprise sur des joncs composites pultrudés présentant un gradient radial de propriétés (CAYZAC, 2014). Plus récemment, son utilisation a concerné la simulation des cinétiques de sorption d'eau sur des fibres d'aramide, obtenues par DVS (RICHARD, 2021). Les particularités du matériau nécessitent de pouvoir tester différentes hypothèses de diffusivité transverse. Bien entendu, ces simulations auraient pu être menées en ayant recours aux éléments finis mais compte tenu de la simplicité des géométries, l'approche proposée était bien plus efficace pour évaluer et comparer des hypothèses.

De part sa modularité, l'implémentation de l'outil a pu être adaptée pour traiter d'autres problèmes de transport-diffusion. En particulier, le code a été utilisé pour des problèmes de thermique avec source ponctuelle de chaleur, des paramètres supplémentaires ont donc été introduits. L'évaluation de couplages hydro-thermiques complexes est aujourd'hui parfaitement envisageable.

### 2.3 Inventer un train arrière innovant – aide à la décision via l'optimisation

Pour illustrer le volet « mécanique » de mes activités à l'échelle des structures en matériaux composites, mon choix s'est porté sur un projet mené de 2008 à 2015 ; l'un des projets phares initié lors de mes années passées au Centre d'Étude des Matériaux Composites Avancés pour les Transports. Ce projet visait à imaginer une solution composite destinée à un train arrière de véhicule automobile. Il s'agissait plus spécifiquement de concevoir et réaliser une traverse d'essieu à bras tirés. Ce projet a donné lieu au dépôt de deux brevets, COTTIN et RIFFIER (2015a) et BERSON, DUBE et VENEAU (2011a) qui ont ensuite été étendues à l'Europe pour le premier (BERSON, DUBE et VENEAU, 2011b) et à l'internationale pour le deuxième (COTTIN et RIFFIER, 2015b). Ce projet est allé jusqu'à la réalisation d'un démonstrateur technologique qui a été intégré au *concept car* Renault baptisé *Eolab* et présenté pour la première fois au public lors du Mondial de l'Automobile en octobre 2014 (FIGURE 2.7).

Concevoir une traverse d'essieu à bras tirés, produit simple en apparence, nécessite en réalité de parfaitement maîtriser la réponse du matériau et de la structure pour

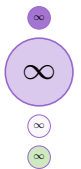




FIGURE 2.7 – Le projet *Eolab*, lancé en avril 2012 et baptisé Super ALMA en interne de l'ex-Régie (Architecture for Low Mass and Aerodynamics) ne s'arrête pas à un *concept car* et vise l'industrialisation des technologies testées et brevetées par le constructeur français. La traverse d'essieu composite reliant des bras en alliage d'aluminium est visible sur le présentoir de droite.

garantir la tenue de route du véhicule. Si la gain de masse est bien l'objectif premier<sup>4</sup>, la pénétration des composites dans le secteur automobile se heurte à de nombreuses difficultés, à commencer par le coût de revient et le volume de production requis. Le challenge était donc à la fois technique mais également économique et la solution retenue se devait d'optimiser ces deux aspects. Cette synthèse ne porte que sur les aspects techniques et met à l'honneur des développements liés à l'optimisation des structures mécaniques.

Travailler sur le tryptique « produit-procédé-matière » est essentiel pour mener à bien un tel projet. Les approches d'optimisation multi-critères, développées et abordées dans cette synthèse ont permis de faire passer le produit – la traverse composite – d'un TRL 1 à un TRL 4 en 6 ans (FIGURE 2.8).

### 2.3.1 Souple en torsion, raide en flexion, recours à l'optimisation topologique de la section

Il existe de multiples solutions technologiques pour s'acquitter des exigences fonctionnelles d'un essieu automobile et l'imagination des concepteurs sur ce thème est particulièrement prolifique (HALCONRU, 1995). Privilégier les aspects économiques et l'allègement conduit assez naturellement vers des essieux à bras tirés semi-rigides, constitués de deux bras longitudinaux reliés entre eux par une poutre (traverse) souple en torsion mais rigide en flexion. La combinaison de ces deux objectifs est habituellement obtenue sur des produits métalliques grâce à une section de forme spécifique qui peut être en U en V ou en Y. Sur le plan industriel, ce type d'essieu présente d'incontestables avantages car le nombre de composants est réduit et que la fabrication requiert des

4. Sur *Eolab*, un tiers de la masse gagnés face à un véhicule de segment B équivalent ; 50 % de masse en moins pour la traverse composite par rapport à la solution "acier" de référence.

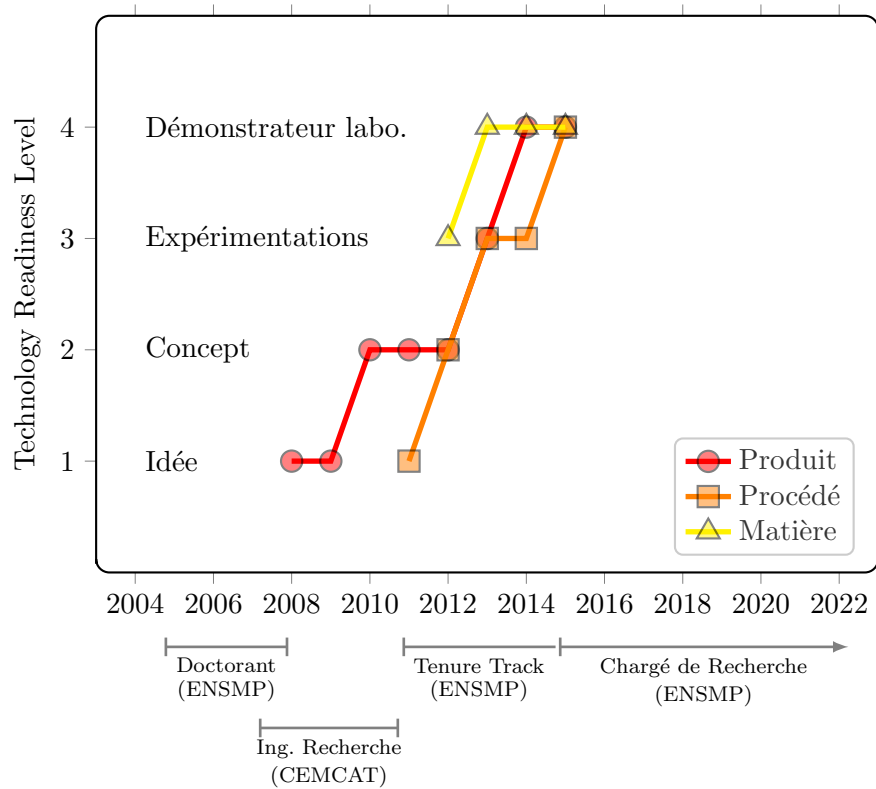


FIGURE 2.8 – De l'idée au démonstrateur, le développement de la traverse composite a nécessité de nombreuses étapes qui se sont largement appuyées sur des outils d'optimisation.

processus très largement employés dans le monde automobile. En outre, cette technologie permet une déclinaison de la raideur anti-roulis de l'essieu en adjoignant à la traverse une barre supplémentaire entre les deux bras. Cela permet de couvrir une gamme étendue de versions et de prestations tout en conservant les mêmes moyens industriels (HALCONRU, 1995).

L'utilisation des matériaux composites nécessite une logique de conception nouvelle. Les tentatives de substitution iso-géométrique sont vouées à l'échec. D'un point de vue fonctionnel, l'anisotropie des composites est un atout majeur qu'il faut exploiter au maximum. L'idée initiale a germé dans mon esprit à la lecture captivante du livre *Design in Nature : Learning from Trees* (MATTHECK, 1998). L'auteur nous interroge sur ce qu'est *une bonne conception mécanique*; il nous fait découvrir l'incroyable richesse morphologique du monde végétal. En s'appuyant sur la *mécanique des arbres* il décrit l'auto-optimisation de leur géométrie par sélection naturelle et croissance adaptative. Si il y a bien un domaine où l'allègement au meilleur prix fonctionnel est souverain, c'est bien la nature. Dans la nature, tout ou presque repose sur l'*axiome des contraintes uniformes*. L'optimisation des formes y est incroyable et fascinante pour qui veut regarder : « les entailles naturelles, qui se développent de manière adaptative, ne provoquent pas de concentrations de contraintes tant qu'elles sont correctement chargées ! » (MATTHECK, 1998).

Pour la traverse, les exigences géométriques étaient multiples, à commencer par une section droite circulaire pour l'assemblage et la transmission des efforts avec les bras et à encombrement réduit se traduisant par une forme rectiligne. Tout bon mécanicien sait aussi que la section circulaire est la plus efficace en torsion et n'est que très moyenne en flexion, tout l'inverse de ce que nous recherchions. Les variations de section, technologiquement envisageables, pénalisaient économiquement les solutions composites et à section constante. En plus d'une ouverture partielle maîtrisée, c'est bien sur la morphologie interne et l'anisotropie qu'il fallait miser.

Les caractéristiques botaniques du lin (*Linaceae*), ou du roseau<sup>5</sup> (*Poaceae*), bien que n'appartenant pas à la même famille de plantes, présentent des similarités comme une tige creuse, ligneuse, particulièrement rigide en flexion. L'observation d'une coupe transversale de ces tiges fait apparaître des faisceaux de fibres disposés sur une couronne située entre l'écorce et les tissus conducteurs (REIS, VIAN et BAJON, 2006). L'idée principale était là, composer avec des faisceaux permet de modérer la raideur en torsion tout en conservant une bonne raideur en flexion. Cela ne suffisait cependant pas à atteindre les performances en flexion requises et une hybridation<sup>6</sup> des renforts fut nécessaire. C'est à ce moment qu'entre en jeu l'optimisation topologique de la section, permettant de trouver la répartition optimale de matière dans un volume (ici une surface) donné(e).

Trouver la forme ou la répartition optimale de matière n'est pas un problème récent et le concept d'*optimisation topologique* existe depuis de nombreuses décen-

---

5. « Je plie et ne romps pas » nous enseigne Jean DE LA FONTAINE.

6. Pour des raisons de confidentialité, il n'est pas possible d'en dire davantage.

nies (ESCHENAUER et OLHOFF, 2001). Au milieu des années 2000, les outils « clef en main » disponibles sont cependant peu nombreux, parfois très spécialisés et onéreux. Les nombreux algorithmes développés au sein des laboratoires commencent seulement à diffuser auprès des éditeurs de logiciels de modélisation « généralistes ». Dans ce contexte, je me suis appuyé sur la publication SIGMUND (2001) pour implémenter ma propre version sous Abaqus. De très nombreux amendements ont été nécessaires en exploitant les possibilités offertes par le langage Python (parfaitement intégré à Abaqus). Parmi les extensions, figure le passage du 2D à la 3D, la gestion de l'indépendance au maillage, la combinaison de charges ponctuelles, surfaciques et volumiques ainsi que l'intégration d'outils « matériaux » spécifiques. Cette implémentation adaptée, d'environ 820 lignes de code, a donné lieu à une présentation à la Conférence Nationale des Utilisateurs Simulia en 2010<sup>7</sup> (JOANNÈS, 2010). L'utilisation de cet outil<sup>8</sup> a permis d'identifier une solution de répartition originale des faisceaux de renforts pour la section de la traverse et ce pour un nombre initialement réduit de paramètres et critères.

### 2.3.2 Une optimisation multi-critères

L'essieu est à l'interface entre la roue et la caisse; ses propriétés physiques conditionnent directement le comportement routier (guidage) du véhicule. Les performances de guidage de l'essieu doivent être conservées dans des situations de conduite très variées et tout au long de la vie du véhicule. Parmi les nombreux critères à évaluer, figure la réponse élastocinématique du train intégrant la déformabilité de l'ensemble des éléments reliant la caisse à la roue. C'est une étape fondamentale qui regroupe, dans notre cas, sept sollicitations différentes avec des objectifs de comportement à respecter. Il est bien évident qu'un tel cahier des charges, même simplifié, peut difficilement être respecté sans une méthodologie rigoureuse. Il s'agit en réalité d'explorer l'espace des paramètres de conception afin de trouver le meilleur compromis tout en tenant compte des multiples contraintes et objectifs, parfois contradictoires. Si cette démarche d'exploration-modélisation puis optimisation est bien connue, sa mise en œuvre nécessite de recourir à des outils dédiés pour gagner en efficacité. Dans le cadre de cette étude, le logiciel modeFrontier a été utilisé.

L'objet de cette section n'est pas de décrire le fonctionnement de l'outil, ni la mise ou point réussie de la traverse d'essieu, mais bien d'insister sur la méthodologie adoptée et les connaissances qu'il nous a été permis d'acquérir de cette façon. Le fil rouge des travaux à l'échelle macroscopique consiste en la mise en œuvre d'une modélisation « hiérarchique » ou « à tiroirs » permettant de mieux appréhender les phénomènes locaux. La démarche d'optimisation illustrée ici ne serait pas envisageable sans cette stratégie hiérarchique. L'exploration étendue de l'espace des paramètres de conception oblige en effet à trouver le juste équilibre entre l'exactitude de la modélisation et le temps de simulation. Si le recours

7. De manière concomitante, Simulia a annoncé l'intégration du logiciel Tosca à Abaqus (CHISARI et AMADIO, 2018).

8. L'outil a depuis été utilisé dans de nombreux projets au Centre d'Étude des Matériaux Composites Avancés pour les Transports ou dans mes activités à l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris y compris en support à l'enseignement.

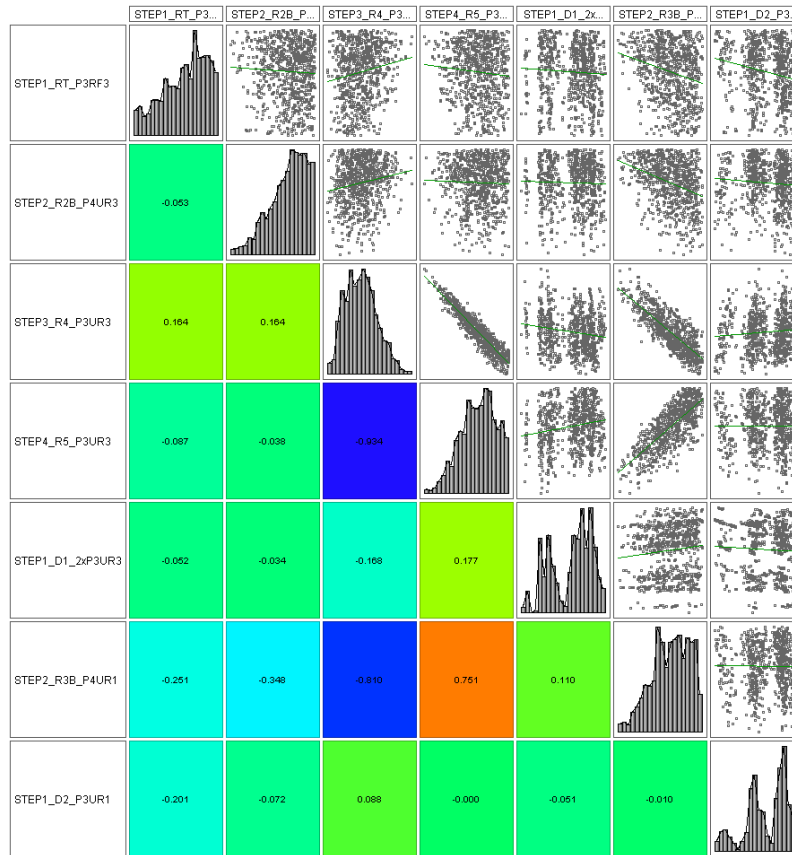


FIGURE 2.9 – Illustration d’une matrice de corrélation créée pour les différents tests élastocinématiques. Les corrélations pour chaque paire de tests sont indiquées sous la diagonale, avec des valeurs allant de -1 (paire inversement corrélée) à +1 (paire corrélée). Les valeurs proches de 0 suggèrent une faible corrélation. Dans le cas présent, la décorrélation relative de certains test a permis d’identifier les principaux paramètres influents pour chacun d’eux.

aux méta-modèles est un levier efficace, la juste modélisation localisée est indispensable pour ne pas passer à côté de phénomènes complexes. Dans le cadre de la traverse, cela s’est essentiellement traduit par un modèle matériau à tiroirs : il était possible d’enrichir le modèle localement afin d’introduire, à bon escient, certaines particularités liées au procédé de mise en œuvre. De cette façon, il a été possible de travailler en parallèle les aspects géométriques, morphologiques et matériaux ; trois aspects fortement interconnectés. La FIGURE 2.9 illustre les outils d’analyses que nous avons pu mettre à profit pour optimiser les propriétés de la traverse. Grâce à cette approche, nous avons notamment pu prendre conscience de l’importance de la réponse du matériau pour les performances et envisager les pistes d’élaboration les plus adaptées. L’un des matériaux clef de la traverse est abordé, dans un autre contexte (cf. §3.2).

### 2.3.3 Au delà de l’application « traverse »

L’outil d’optimisation topologique présenté au §2.3.1, a pu être utilisé dans bien d’autres contextes. Compte tenu de sa simplicité d’utilisation, je le mets aujourd’hui à

profit pour l'enseignement. Il est ainsi employé par des équipes d'étudiants dans le cadre de mini-projets en Mécanique des Matériaux Solides. En ayant la possibilité de recourir à l'impression 3D (PLA), au découpage laser (contreplaqué) ou à une fraiseuse numérique (aluminium), les équipes doivent concevoir une structure de drone en répondant à un cahier des charges. Si l'optimisation n'est pas indispensable, elle offre cependant des idées de concepts originaux.

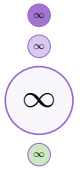
## 2.4 Assemblages – capturer les forts gradients avec la $p$ -FEM

La présente section vise à illustrer le troisième pilier que sont les « méthodes numériques ». Wolfgang PAULI aurait dit : « Gott schuf das Volumen, der Teufel die Oberfläche<sup>9</sup> ». Dans le cadre d'assemblages, la gestion des *interfaces* est bien souvent le lieu de nombreux obstacles et synonyme de complexité. Les assemblages et les interfaces sont omniprésents avec les matériaux composites et ce, à de multiples échelles. Si nous nous intéressons ici plus spécifiquement aux assemblages macroscopiques, les enjeux et méthodes présentés s'appliquent tout autant aux échelles inférieures et notamment au niveau des constituants.

La discontinuité introduite par les interfaces entraîne de forts gradients des grandeurs mécaniques à petite échelle. Tout comme les coins, les arêtes ou les entailles, les interfaces provoquent des concentrations de contraintes qui peuvent être particulièrement nocives. Concevoir un assemblage nécessite donc de déceler la présence de ces phénomènes très localisés afin d'en évaluer l'impact sur la tenue mécanique. Si le recours à des modèles analytiques est envisageable dans le cas de géométries simples, il est souvent impossible d'y recourir dans le cas de configurations géométriques plus complexes. Une illustration de la démarche scientifique est proposée dans le cadre du projet de train arrière automobile abordé dans la section précédente. L'assemblage macroscopique concerne celui de la traverse avec les bras (collage structural), thème initialement développé durant ma thèse.

La méthode des éléments finis est très largement répandue dans les bureaux d'études. Dans le cas des assemblages collés, il convient de mailler suffisamment finement le joint d'adhésif pour faire apparaître les phénomènes de concentrations de contraintes. Cependant, outre l'augmentation du coût de calcul, le remaillage est particulièrement pénalisant dans le cadre d'un développement industriel. Pour représenter une pièce comme l'essieu, des éléments de quelques millimètres de longueur caractéristique sont utilisés par les bureaux d'études alors que l'épaisseur du joint de colle ne dépasse pas quelques centaines de micromètres (FIGURE 2.10). Avec cette approche globale, si le dimensionnement en raideur ne pose guère de problème, il n'en est pas de même pour l'analyse des forts gradients mécaniques introduits par les discontinuités aux interfaces. Plusieurs approches sont possibles, à commencer par l'utilisation des modèles de zones cohésives ou des développements asymptotiques (JOANNÈS, 2007). Dans les deux cas, la mise en œuvre et l'exploitation industrielle est difficile car elles nécessitent de traiter les assemblages de manière singulière en modifiant localement

9. Dieu à créé les solides, les surfaces sont l'œuvre du diable.



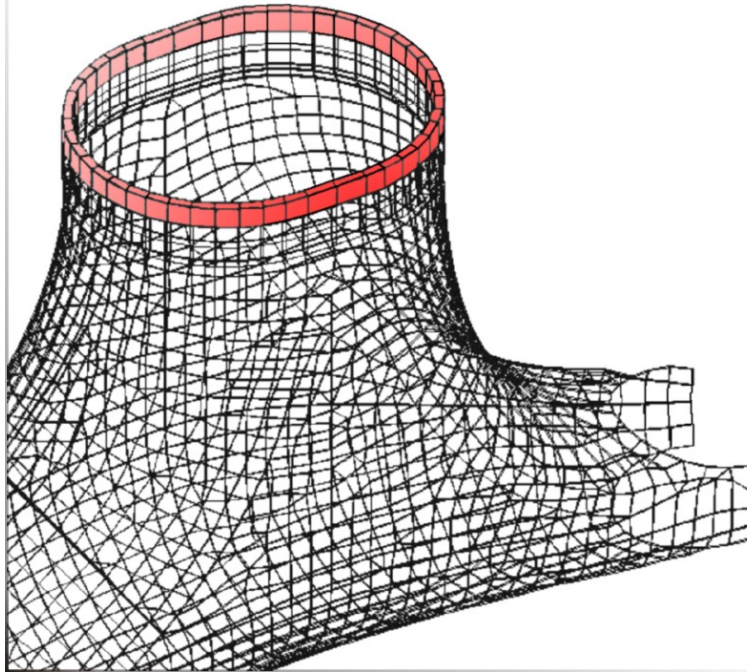


FIGURE 2.10 – Exemple de maillage compatible avec les modélisations industrielles. Les éléments sont d'une taille bien supérieure au joint de colle qui ne dépasse pas quelques centaines de micromètres.



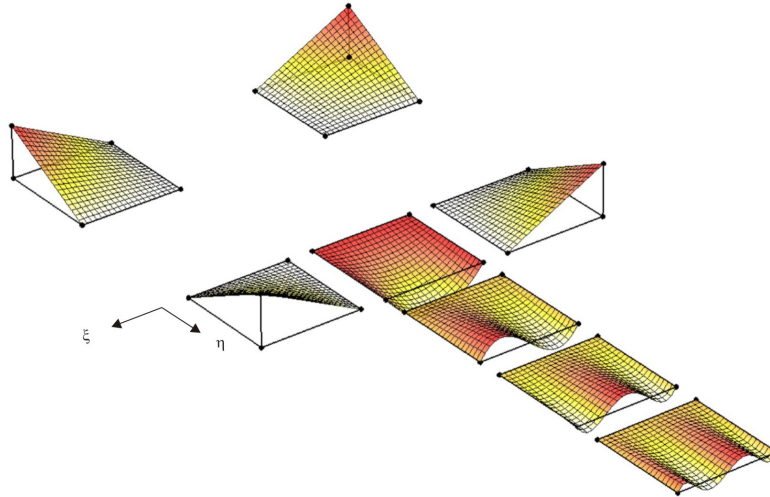


FIGURE 2.11 – Représentation graphique d’une interpolation hiérarchique de degré 5 portée par une seule arête d’un élément bidimensionnel à 4 nœuds géométriques.

les stratégies de dimensionnement et éventuellement les outils associés. Dans le cadre de l’approche alternative proposée, nous exploitons les techniques de modélisation par éléments finis traditionnelles en nous basant sur une *formulation hiérarchique des fonctions d’interpolation élémentaires*. Accompagnée d’un pré- et post-traitement spécifiques, cette formulation permet de conserver des maillages « industriels » avec une description raisonnable des assemblages, tout en assurant une compatibilité totale avec les codes commerciaux.

#### 2.4.1 Méthode- $p$ et fonctions d’interpolation hiérarchique

L’outil proposé est basé sur une méthode adaptative visant à exploiter des degrés d’interpolation élevés pour les éléments à proximité des interfaces. L’intérêt principal d’une formulation hiérarchique (SZABO et BABUSKA, 1991) par rapport à une formulation totale réside dans la simplicité du passage d’un degré  $p$  à un degré  $p+1$  : pour augmenter le degré d’interpolation, il convient simplement d’ajouter des termes à l’interpolation précédente. Cela est possible en passant par des polynômes de Legendre intrinsèquement orthogonaux (SZABO et BABUSKA, 1991). Pour les éléments à deux variables d’espace, les fonctions d’interpolation nodale sont complétées par des fonctions d’*arête* ainsi que des fonctions *faciale*, exploitant toutes deux des *nœuds virtuels*. En passant à la troisième dimension spatiale, il convient d’ajouter des fonctions d’interpolation *interne*. Pour chaque ensemble de fonctions d’interpolation, le degré d’interpolation est libre, autorisant un enrichissement anisotrope.

Les représentations graphiques des fonctions d’interpolation hiérarchique permettent d’apprécier les oscillations périphériques anisotropes dans le cas d’un élément à deux variables d’espace (FIGURE 2.11). De cette façon, il est possible d’assurer la jonction avec des éléments standards en assurant une compatibilité totale des fonctions d’interpolation.

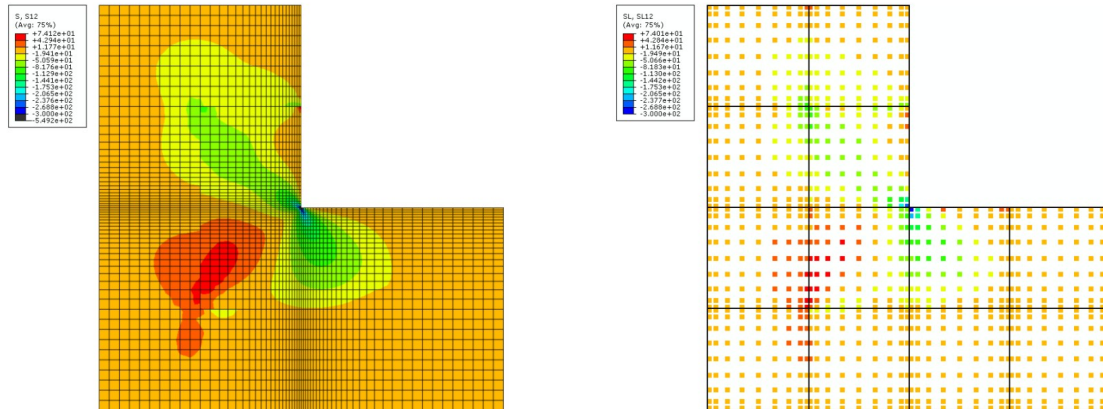


FIGURE 2.12 – Confrontation des résultats (cisaillement plan) obtenus par une approche hiérarchique (à droite) et par un modèle de référence (à gauche). La bonne corrélation de ces résultats manifeste la pertinence de l’approche hiérarchique.

Bien entendu, l’enrichissement des fonctions d’interpolation du champ solution est inefficace voire inutile si l’approximation géométrique reste grossière. Pour conserver une compatibilité totale avec les éléments les plus courants, une interpolation géométrique « quadratique » de type Lagrange ou serendip est requise. L’interpolation hiérarchique n’est cependant mise en œuvre que pour les champs solutions.

#### 2.4.2 Capturer les fortes variations de la solution

La FIGURE 2.12 illustre tout l’intérêt de l’outil proposé. Une structure en « L », propice à l’apparition de forts gradients, est utilisée. Le modèle de référence (à gauche) comporte 2700 éléments à interpolation linéaire (5642 degrés de liberté). Le modèle  $p$ -FEM (à droite) ne comporte que 12 éléments à interpolation hiérarchique pour 378 degrés de liberté. La sollicitation consiste à imposer un déplacement uniforme à la frontière supérieure du L, tout en immobilisant de manière appropriée la base et le côté (JOANNÈS, 2007). Sur les arêtes périphériques, supports d’application des conditions aux limites, le degré d’interpolation est figé (interpolation linéaire). Le degré des arêtes intérieures est, quant à lui, libre d’évoluer de façon indépendante et hétérogène. Par simplicité, il a été fixé à une valeur de 4 pour ce calcul. La comparaison des résultats permet de constater l’efficacité de la stratégie hiérarchique.

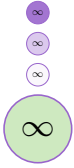
La spécificité de l’outil proposé réside dans une adaptation des fonctions d’interpolation hiérarchiques. Pour capturer les fortes variations de la solution, plus rapidement et plus efficacement, il est nécessaire d’optimiser la formulation hiérarchique « standard » qui conduit à des oscillations marquées avec l’augmentation du degré d’interpolation. L’idée développée durant ma thèse, puis reprise dans le cadre des travaux de thèse de PHONGPHINITANA (2014) et BLONDEL (2021), consiste à « dilater » les phénomènes en bordure de maille sans affecter les frontières. C’est bien en s’approchant des interfaces entre mailles, lorsqu’elles présentent des propriétés matériaux différentes, que de forts gradients peuvent être observés. La transformation géométrique de dilatation

est opérée à l'image d'une *anamorphose* : de manière très imagée, la maille élémentaire est regardée à travers une lentille déformante qui opère un grossissement périphérique. Cette transformation géométrique complémentaire nécessite l'introduction d'une variable  $\delta$  qui conditionne l'effet de la lentille. Si  $\delta = 1$ , il n'y a aucune transformation supplémentaire mais lorsque  $\delta \rightarrow 0$ , la dilatation devient maximale. D'un point de vue mathématique, la dilatation est obtenue par une interpolation polynomiale cubique appropriée, décrite dans [JOANNÈS \(2007\)](#).

Il faut noter que les nouvelles fonctions d'interpolation géométriques ne sont plus identiques aux fonctions d'interpolation nodale du champ solution. Pour conserver un élément pseudo-isoparamétrique ou sub-paramétrique, la transformation supplémentaire n'intervient qu'à partir du degré  $p = 3$ . A un degré d'interpolation donné, l'ajout de la dilatation permet de minimiser l'erreur d'interpolation et d'atténuer considérablement les oscillations. A une erreur cible fixée, le recours à la dilatation permet d'atteindre la solution tout en limitant le degré d'interpolation et donc la taille des systèmes à résoudre. De manière empirique, une valeur de  $\delta$  comprise entre 0.1 et 0.6 semble apporter la meilleure performance. L'idéal serait de pouvoir relier la valeur de  $\delta$  à l'intensité de la variation, elle-même fonction de la nature, de la géométrie de l'assemblage ou encore des contrastes de propriétés entre matériaux. Si la pertinence de la dilatation est avérée pour capturer les forts gradients, une meilleure évaluation de l'effet de  $\delta$  est requise et constitue un axe de recherche sur la thématique.

### 2.4.3 Une implémentation modulaire et ouverte

L'outil précédemment décrit est implémenté sous la forme d'un *user element* Abaqus ([JOANNÈS et RENARD, 2009](#)). Si le cœur du programme est essentiel, son exploitation nécessite de mettre en place une stratégie de pré- et post-traitement appropriée. Loin d'être anecdotique, cet accès « pré-post », implémenté en Python de manière modulaire, permet en outre de pouvoir connecter l'outil à d'autres logiciels. Pour l'intégration locale du comportement matériau, il est ainsi possible de recourir à la très étendue base des comportements Z-Set. Le logiciel Abaqus a beaucoup évolué depuis les premières versions de cet outil. De multiples améliorations ont pu être apportées au code afin d'étendre ses fonctionnalités et envisager son utilisation dans un contexte plus large que les assemblages. Depuis quelques années, un système de contrôle de version plus efficace a également été mis en place. Celui-ci permet notamment à des doctorants de contribuer au code et de l'utiliser.



## 2.5 Simulation échelle 1:1 de l'éclatement d'un réservoir composite type IV

Le quatrième et dernier sujet abordé dans le cadre de ce chapitre « Dimensionnement des structures composites », revient sur le thème de l'hydrogène et de son stockage. Il s'agit d'illustrer à l'échelle des structures le quatrième pilier de ma démarche scientifique : les « approches stochastiques ». Comme cela a pu être souligné en introduction, plusieurs solutions existent pour stocker et transporter efficacement l'hydrogène. Nous nous intéressons ici au stockage gazeux hyperbare qui nécessite d'atteindre des pressions de 700 bar. Si les réservoirs en matériaux composites ont déjà fait leurs preuves sur le plan technologique, les enjeux de poids et de fiabilité sont considérables, notamment pour une large diffusion de la solution

Les recherches développées sur ce sujet visent à apporter des réponses probabilistes aux problèmes industriels de la mécanique résultant de la prise en compte des incertitudes dans la conception, la modélisation, l'exploitation et la maintenance des structures. Le cas des réservoirs de type IV<sup>10</sup> en est une illustration.

Mes activités sur ce sujet ont débuté en 2011 dans le cadre du programme européen HyCOMP<sup>11</sup> qui visait à acquérir une meilleure compréhension des mécanismes d'accumulation des dommages dans les réservoirs composites hyperbare. Avec mes collègues Anthony BUNSELL, Alain THIONNET et Heng-Yi CHOU (post-doctorant), nous nous sommes notamment penchés sur le perfectionnement d'un modèle développé quelques années auparavant (BLASSIAU, A. BUNSELL et THIONNET, 2007), également décrit dans A. R. BUNSELL, JOANNÈS et THIONNET (2021) et visant à prédire de manière stochastique la rupture de composites UD. Il s'agissait de pouvoir valider la démarche puis d'envisager les transitions d'échelles possibles vers une « structure », en l'occurrence de réservoir. La collaboration avec nos collègues du BAM à Berlin (notamment Georg MAIR) est sur ce sujet très profitable car cela donne accès à une base expérimentale à l'échelle des réservoirs (MAIR, 2017). Nos ambitions ont pu trouver une partie des réponses dans les activités qui se sont poursuivies dans le cadre du programme ITN FiBreMoD<sup>12</sup> de 2016 à 2020 avec la participation de deux doctorants : Jan ROJEK (ROJEK, 2020) et Martinus Putra WIDJAJA (WIDJAJA, 2020).

La présente section met en avant les principaux défis, la méthodologie retenue et les résultats obtenus pour aller vers la simulation à l'échelle 1:1 de l'éclatement d'un réservoir de type IV. Le concept SERFAIR<sup>13</sup> (WIDJAJA, 2020) ici présenté, est basé sur une réflexion entamée quelques années auparavant dans les travaux de thèse de Henri-Alexandre CAYZAC (CAYZAC, 2014) et Pierre-Alexis POULET (POULET, 2017) sur des sujets à l'échelle mésoscopique (cf. chapitre 3).

10. Réservoir dont l'enveloppe en carbone/époxy recouvre un liner polymère.

11. Enhanced Design Requirements and Testing Procedures for Composite Cylinders intended for the Safe Storage of Hydrogen.

12. Fibre Break Models for Designing novel composite microstructures and applications.

13. Stationary Ergodic Random Function and Integral Range.

### 2.5.1 Le recours à la simulation stochastique pour optimiser le suivi des réservoirs

La défaillance d'un composite UD, présentement carbone/époxy et chargé dans la direction longitudinale, provient de l'accumulation locale des ruptures de fibres. Sur une large plage de la sollicitation, ces ruptures se trouvent réparties aléatoirement et le transfert de charge aux fibres voisines, rendu possible par la matrice<sup>14</sup>, compense l'accroissement de ces endommagements très confinés. C'est bien la concentration des ruptures de fibres (vue comme une accumulation de cavités pour la matrice) qui conduit, *in fine*, à la défaillance macroscopique de l'UD.

Tout au long de la vie d'une structure composite, les ruptures aléatoires de fibres sont un phénomène naturel qui n'a pas de conséquence immédiate sur le comportement, il n'y a notamment pas de perte de rigidité décelable. Cependant, à l'image de l'évolution de la déformation habituellement observée en fluage primaire, secondaire et tertiaire, le *taux de rupture* de fibres évolue également sur trois stades, identifiables par émission acoustique : 1) Régime transitoire de jeunesse : les ruptures sont relativement nombreuses et le taux initialement élevé, tend à se stabiliser. 2) Le taux de rupture des fibres est relativement constant et ce régime est stable dans le temps. 3) L'accélération des ruptures de fibres provoque la rupture finale. A ce stade, la rupture survient brutalement et il est très difficile de prévenir l'accélération constatée. S'il est possible de suivre de manière continue (par émission acoustique) les ruptures de fibres sur une éprouvette de laboratoire, seule l'inspection périodique est aujourd'hui envisageable sur réservoir. La bonne fréquence de ces inspections est une question en soi qui s'ajoute à un autre problème : les épaisseurs de composites souvent nécessaires pour le stockage hyperbare rend quasi-impossible le suivi sur les couches les plus internes. Néanmoins, le programme HyCOMP a permis de montrer que les conceptions actuelles sont probablement surdimensionnées et que dans le cas d'une utilisation normale, les risques de défaillance prématurée sont extrêmement faibles pour une très large population de réservoirs. Une meilleure connaissance des mécanismes d'accumulation des ruptures et surtout des *outils de suivi* plus performants, permettraient une meilleure utilisation de la matière ou le recours à des designs polymorphes potentiellement plus adaptés aux nouvelles mobilités. La bonne évaluation de la probabilité de défaillance, qu'il s'agisse d'un réservoir en service ou d'un nouveau concept, est donc un enjeu crucial. Compte tenu de leurs coûts, les tests physiques (bien qu'indispensables) sont naturellement limités. Dans ce contexte, la voie d'une modélisation et simulation stochastique basée sur les mécanismes à l'œuvre, évoqués plus haut, est essentielle.

Dans le cadre d'HyCOMP, il a par exemple été possible de montrer une différence dans l'accumulation des dommages entre une éprouvette chargée de manière monotone et une éprouvette chargée en fluage. Cette différence présentée sur la FIGURE 2.13 provient de la modélisation des effets visqueux de la matrice lors des transferts de charge.

14. Supposée avoir une déformation à rupture bien supérieure à celle des fibres.

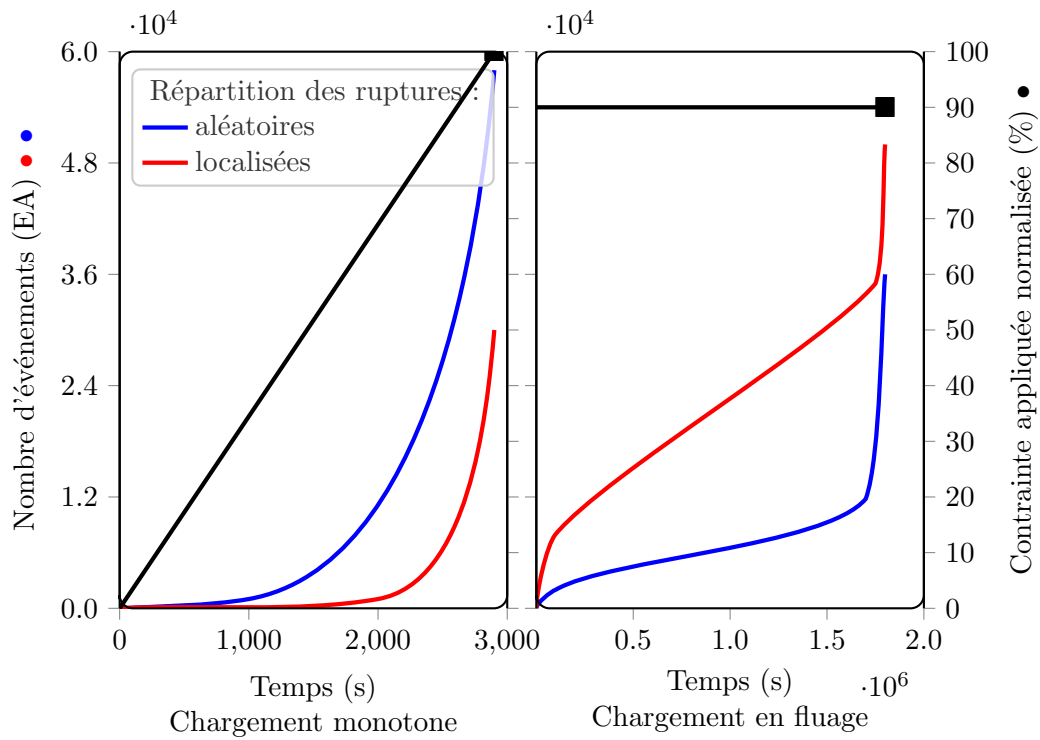


FIGURE 2.13 – Comparaison de deux simulations sur éprouvettes droite de laboratoire présentant des différences significatives d'accumulation des ruptures de fibres. En chargement monotone croissant (à gauche), les ruptures localisées (clusters) apparaissent bien plus tardivement qu'en fluage (à droite) où ces clusters se développent avec une intensité bien supérieure aux ruptures distribuées plus aléatoirement.

À l'échelle des éprouvettes, cette différence d'accumulation des endommagements se traduit par une réduction de la charge à rupture lorsque les chargements (monotones) sont plus lents. Cette analyse a été motivée par une observation expérimentale à plus grande échelle sur réservoirs. L'équipe de Georg MAIR au Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung a en effet montré que la pression d'éclatement des réservoirs renforcés par des fibres de carbone diminue avec l'abaissement du taux de pressurisation. Les modèles se doivent donc de capturer ce phénomène de « slow burst test » (CHOU *et al.* 2013) et nécessitent une description fine de tous les mécanismes en jeu.

Cependant, c'est bien la probabilité d'éclatement sur le long terme des réservoirs qui est recherchée et le défi est donc de décrire l'état d'endommagement avec précision à chaque échelle. Le modèle *microscopique* utilise un volume représentatif (CS32) qui compte environ 250 000 nœuds ou 75 000 degrés de liberté. Il décrit 32 fibres situées à l'intérieur d'une géométrie parallélépipédique dont le volume est de  $0.02 \text{ mm}^3$ . À l'échelle industrielle, un réservoir de longueur 1500 mm, de rayon interne de 380 mm et présentant une épaisseur de composite de 50 mm nécessiterait la prise en compte d'un volume d'environ  $1.5 \times 10^8 \text{ mm}^3$  (WIDJAJA, 2020). S'il est tout simplement impossible de conserver le modèle microscopique à l'échelle 1:1, l'utilisation d'un modèle mésoscopique, présentant une brique de base (élément) identique à 8 parallélépipèdes CS32, pose tout autant de problèmes. Néanmoins, le risque de gommer les phénomènes microscopiques est grand et il n'est guère pertinent de travailler avec des éléments plus grossiers. Un compromis multi-échelles doit être trouvé pour accéder à l'information souhaitée : « quand » la rupture du réservoir va-t-elle se produire ? Et ce, avec une description probabiliste.

### 2.5.2 Stratégie adoptée – le concept SERFAIR

L'idée principale est ici d'identifier un *domaine*, réduit en taille, statistiquement représentatif de la rupture de la structure. Il faut bien distinguer la notion de *domaine* de celle de *volume*. Le *domaine* inclut la notion de géométrie/forme que ne spécifie pas le *volume*. C'est un point essentiel de la méthode développée dans WIDJAJA (2020). En effet, comment définir la rupture d'un réservoir ? S'il est tout à fait évident que la rupture d'une éprouvette droite se manifeste par une séparation franche en – à minima – deux morceaux, celle d'un réservoir est beaucoup plus subtile à décrire, notamment numériquement.

Numériquement, ce que l'on recherche en réalité, n'est pas la rupture mais la valeur d'une « grandeur représentative d'un état proche de la rupture ». À l'échelle du réservoir, nous restons donc dans le cadre de la mécanique de l'endommagement. Cela permet de mettre en œuvre différents outils et concepts, comme la *portée intégrale*, *integral range* en anglais, développée par Christian LANTUÉJOUL<sup>15</sup> (LANTUÉJOUL, 1991). Comme son auteur l'indique, la portée intégrale vise à répondre à la question suivante : « Quelle taille de champ [*quel domaine*] convient-il d'analyser de façon à ce que les mesures

15. Mathématicien français, Directeur de Recherche à l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris.

recueillies soient représentatives du phénomène étudié ? » Une question de représentativité qui conduit à deux conditions :

1. Si le domaine, supposé représentatif, est remplacé par un domaine plus grand, il convient que les résultats obtenus ne soient pas significativement différents.
2. L'analyse de plusieurs domaines d'étude, supposés représentatifs, doit conduire à des résultats approximativement identiques.

La validité de la première condition doit être assurée par une certaine *homogénéité spatiale*, ou *stationnarité*, de la grandeur étudiée. La seconde condition nous amène à la notion d'*ergodicité*<sup>16</sup>. Sous ces hypothèses, il est possible de recourir aux propriétés des *Fonctions Aléatoires Stationnaires Ergodiques* (FASTE), ou *Stationary Ergodic Random Function* (SERF) en anglais. Dans ce contexte, le résultat d'une simulation numérique est une réalisation d'une FASTE et la portée intégrale permet alors d'estimer l'incertitude sur la grandeur analysée. Il est ainsi possible de connaître le domaine à considérer et/ou le nombre de simulations à réaliser pour atteindre la précision souhaitée. Le compromis entre la taille du domaine à considérer et le nombre de réalisations à recueillir dépend des grandeurs étudiées mais également des modèles numériques utilisés.

Dans le travail de thèse de Martinus Putra WIDJAJA (WIDJAJA, 2020), de multiples pistes ont été explorées. Tout en s'inscrivant dans la méthodologie « SERFAIR », *Stationary Ergodic Random Function and Integral Range*, il s'est agi de définir « le domaine » adapté aux réservoirs et conditions étudiés. La FIGURE 2.14 tirée de WIDJAJA (2020) illustre la stratégie avec un domaine annulaire, la largeur de l'anneau ayant donné lieu à de multiples configurations.

Pour la première fois, cette démarche a permis d'estimer la pression d'éclatement d'un réservoir à l'échelle 1:1 tout en tenant compte des mécanismes stochastiques microstructuraux.

### 2.5.3 Facteurs de sécurité : estimer la probabilité de défaillance

Malgré l'avancée certaine de la présente modélisation qui a permis d'apprécier certaines caractéristiques du réservoir étudié, le temps de simulation reste un enjeu crucial (FIGURE 2.15). C'est bien la distribution de la pression d'éclatement, ou du temps avant défaillance en cas de fluage, qui sont à déterminer et pas simplement leur moyenne. Estimer avec suffisamment de pertinence la probabilité de défaillance requiert cependant une multitude de simulations qui restent aujourd'hui difficilement accessibles. Les conclusions de ce travail mettent par ailleurs en lumière le caractère très conservatif du modèle. En effet, sur réservoir, la dispersion des résultats provient de multiples facteurs qui doivent être considérés en plus de la rupture aléatoire des fibres : variation de la fraction volumique de renfort, micro- et macro-porosités, mésalignement des fibres, ... Et ce, en ne se préoccupant que de l'enveloppe composite. Des travaux en ce sens et initiés à l'échelle d'éprouvettes droites de laboratoire doivent maintenant gravir quelques échelons pour relever les défis évoqués en introduction.

---

16. Formulée initialement par Ludwig BOLTZMANN en 1871.



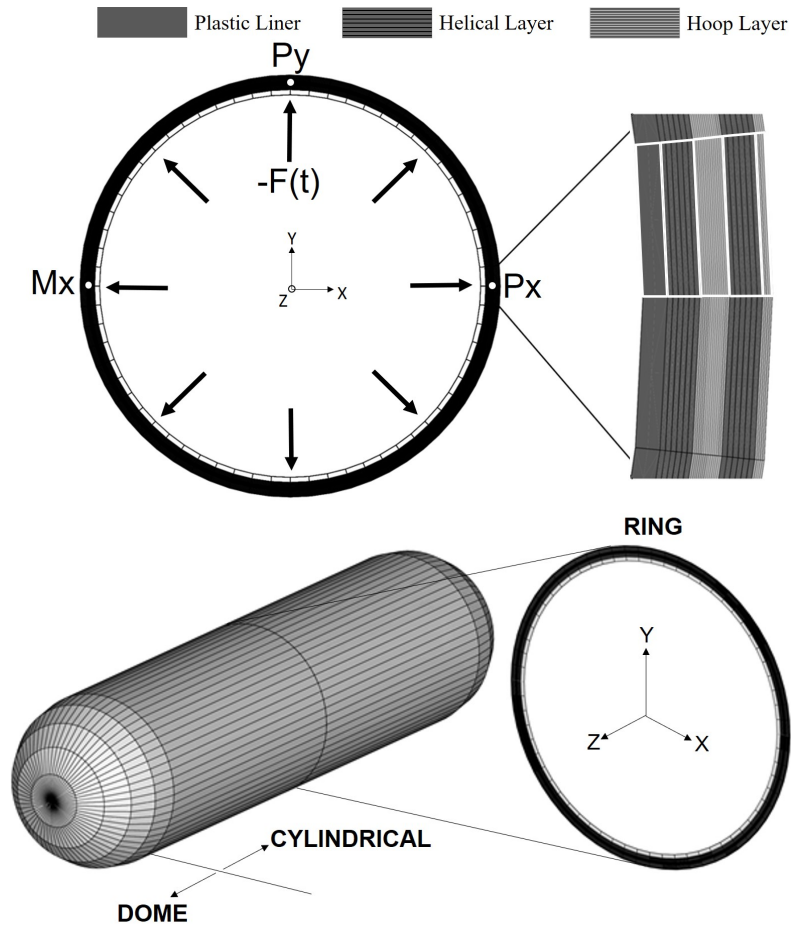


FIGURE 2.14 – Illustration du concept SERFAIR appliqué à un domaine annulaire sur un réservoir type IV de 6.8L. Le maillage dans l’anneau, statistiquement représentatif, présente les caractéristiques nécessaires pour rendre compte des mécanismes d’endommagement décrits dans ce chapitre. Le maillage extérieur au domaine est quant à lui plus grossier. D’après (WIDJAJA, 2020).

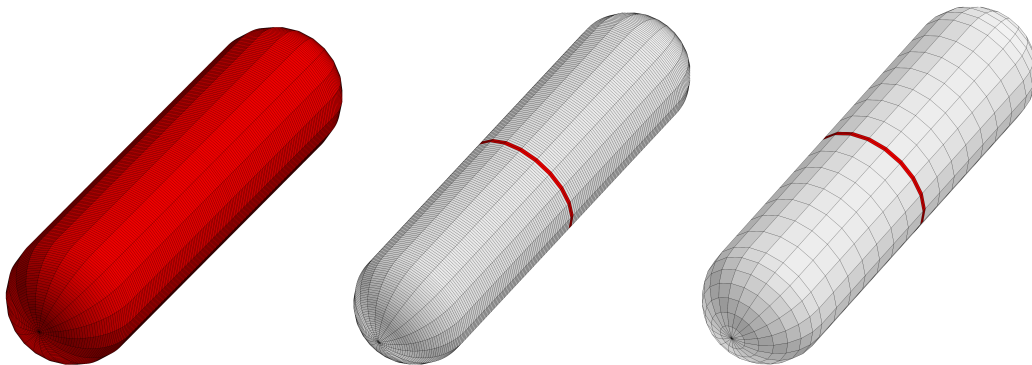


FIGURE 2.15 – De gauche à droite, optimisation progressive du modèle numérique du réservoir. Le gain en temps de simulation a permis de mener des études de sensibilité sur certains paramètres de conception, ouvrant la voie à quelques améliorations potentielles (WIDJAJA, 2020).



# 3

## Impact des fluctuations morphologiques sur les propriétés transverses

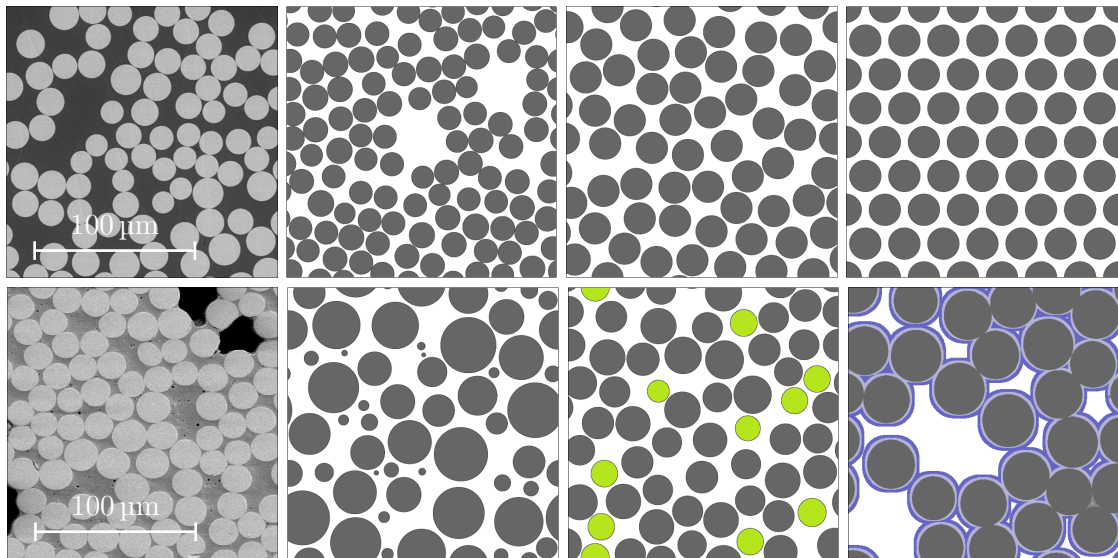


FIGURE 3.1 – Sections transverses de matériaux composites unidirectionnels réels (avec barre d'échelle) et virtuels. La répartition spatiale des fibres est souvent très hétérogène et ces fluctuations morphologiques induisent des comportements qu'il est parfois difficile d'appréhender par des tests physiques. Les outils numériques permettent de modéliser des configurations virtuelles plus ou moins complexes pour explorer les propriétés de microstructures représentatives. D'après POULET (2017).

### 3.1 Contexte et enjeux des travaux menés à l'échelle de l'unidirectionnel

Sur toutes les sections transverses de la FIGURE 3.1, les phases en présence sont d'une simplicité déconcertante : les renforts peuvent être assimilés à des cylindres de révolution parfaitement alignés que la matrice, ici percolante, permet d'assembler. L'unidirectionnel (UD) dont il est question dans ce chapitre est la « brique élémentaire » qui sert à élaborer des structures composites plus complexes. En effet, qu'il s'agisse d'un composite stratifié, d'un composite à renforts tissés, voire même à renforts discontinus, ces

trois configurations résultent toutes de l'assemblage géométrique de briques UD. La très forte anisotropie des UD constitue à la fois une force et une faiblesse. En premier lieu une force, car l'agencement aligné des fibres permet une réponse optimale à toute sollicitation longitudinale. Mais également une faiblesse, car l'arrangement résultant se traduit par une piètre tenue mécanique dans le plan d'isotropie transverse. La réalité des chargements mécaniques est souvent complexe, bien éloignée d'un état uniaxial; « hors axe », les briques UD se retrouvent alors mises à l'épreuve. L'étude des propriétés transverses est donc toute aussi importante que celle des propriétés longitudinales.

Bien que simples par nature, les UD peuvent néanmoins présenter une très grande diversité de microstructures comme cela est suggéré par la FIGURE 3.1. Si les propriétés longitudinales ne sont dépendantes (au premier ordre) que des caractéristiques propres et de la fraction volumique des phases en présence, il n'en est pas de même pour les propriétés transverses. En effet, que nous parlions de comportement ou de rupture, les propriétés transverses sont intimement liées aux fluctuations morphologiques et à la distribution spatiale des phases.

Ainsi, ma contribution à l'échelle mésoscopique vise à observer, décrire puis caractériser les microstructures induites par les procédés de transformation sur les briques UD. Il s'agit ensuite de quantifier l'impact des fluctuations morphologiques sur les propriétés transverses, tant par la mise en œuvre d'essais expérimentaux dédiés que par le développement de modèles, notamment basés sur des *motifs morphologiques représentatifs*. Pour toutes ces activités, les questions relatives à la représentativité des microstructures ou à la quantification des incertitudes sont centrales.

Comme expliqué en introduction de ce manuscrit, l'organisation de ce chapitre suit les quatre piliers de la démarche. Le volet **matériau** est illustré par les méthodes visant à caractériser les *grandes fluctuations morphologiques* qu'il est possible d'observer sur les composites industriels. Parmi les fluctuations importantes, figurent la porosité et la dispersion spatiale des fibres de renfort. Ces différents facteurs jouent un rôle prépondérant dans le *comportement et la rupture sous sollicitations transverses*, ce qui motive le pilier **mécanique**. Du fait de la difficulté d'appréhender expérimentalement le comportement transverse, les résultats des deux premiers piliers permettent d'alimenter le troisième : les **méthodes numériques**. Une *modélisation hiérarchique du comportement* transverse est proposée, mettant en œuvre des solutions semi-analytiques et numériques. La *calibration des modèles et la quantification des incertitudes* complètent ce chapitre en exploitant les **approches stochastiques**.

Σ

Σ

Σ

Σ

### 3.2 De grandes fluctuations morphologiques

Le pilier « matériaux » s'attache à acquérir une connaissance approfondie de la microstructure des composites étudiés, une microstructure largement induite par les procédés de transformation employés. Il s'agit essentiellement de recourir à des techniques d'observations adaptées et de développer les outils d'analyses les plus pertinents pour

produire des données de qualité. Bien que l'approche puisse s'appliquer à d'autres configurations de matériaux, l'accent est mis ici sur les composites UD pour les raisons explicitées en introduction. La démarche est illustrée par trois sujets d'intérêt que sont les porosités, la répartition spatiale des renforts dans le plan transverse et le confinement matriciel induit.

Les porosités qui se forment lors de la transformation des matériaux composites à renforts fibreux sont certainement l'un des « défauts » de fabrication parmi les plus étudiés. Suivant leur distribution spatiale mais également leur distribution en taille et en forme, ils peuvent avoir une influence considérable sur les propriétés mécaniques des structures. Il en est de même pour la répartition spatiale des renforts dans le plan transverse. La cause principale de défaillance des UD sollicités « hors axe » est l'hétérogénéité du matériau. Des zones plus riches en matrice cohabitent généralement avec des espaces plus confinés induit par la proximité des fibres de renforts (FIGURE 3.1). Autant de concentrateurs des contraintes qui agissent directement sur la réponse mécanique du matériau. Une description pertinente des fluctuations morphologiques permet *in fine* de mieux comprendre, modéliser puis rendre compte du comportement à l'échelle mésoscopique.

### 3.2.1 Porosité à toutes les échelles

L'étude des porosités, tant du point de vue de leur formation que de leurs caractéristiques ou encore de leurs effets est un domaine de recherche très actif dans la communauté des matériaux composites. L'influence de ces « vides » sur la résistance des structures composites n'est pas entièrement comprise et la plupart des approches numériques ignorent leur présence. Si les porosités sont généralement considérées comme indésirables, il est très difficile de les supprimer dans les techniques de fabrication modernes. Un compromis coût/performance rend donc la présence des porosités quasi-inévitable et il convient de considérer ces porosités comme partie prenante de la microstructure. Cela implique notamment une meilleure description de cette phase « outsider ».

Il existe de multiples méthodes destinées à caractériser la porosité dans les matériaux composites : mesures de densité, techniques ultrasonores, microscopie optique et tomographie aux rayons X en sont quelques exemples. Un examen approfondi de l'état de l'art de ces différentes méthodes est proposé dans MEHDIKHANI *et al.* (2019). Bien entendu, toutes ces méthodes ne permettent pas d'accéder à la même information. L'avantage de la microscopie et de la tomographie, illustrées ci-après, réside notamment dans la capacité à caractériser les vides individuellement : emplacement, taille et forme. Se pose alors une question essentielle sur l'échelle à laquelle ces vides sont examinées. La notion de « porosité » revêt en effet de multiples acceptions. Toute matière est faite de vide et parler d'un *taux de porosité* est équivoque. S'il ne fait aucun doute qu'à l'échelle considérée, des « cavités » d'une taille supérieure ou égale à la dimension caractéristique des renforts sont à analyser individuellement, la question peut se poser pour des « micro-pores » au sein de la matrice. Cette section aborde donc la délicate question de la caractérisation

morphologique des porosités en s'intéressant à deux composites/procédés très différents : enroulement filamentaire d'un carbone/époxy d'une part et pultrusion réactive d'un verre/polyamide d'autre part.

L'illustration sur le carbone/époxy est tirée de la thèse de Jan ROJEK (ROJEK, 2020) et porte sur un réservoir de 40 L à paroi épaisse<sup>1</sup> destiné au stockage hyperbare d'hydrogène. Les structures à paroi épaisse obtenues par enroulement filamentaire sont connues pour présenter davantage de porosités que les composites transformés par d'autres procédés. Il s'est agit dans cette étude de clarifier la présence et la distribution des porosités au sein de l'enveloppe composite du réservoir et ce, à différentes échelles. La principale originalité et difficulté, a consisté à scanner le réservoir entier<sup>2</sup>. Les tomographies obtenues dans cette étude ont été réalisées au centre d'imagerie radiographique  $\mu$ -Vis de l'Université de Southampton. Grâce à une procédure adaptée, toute la partie cylindrique du réservoir a été scannée en six volumes avec une taille de voxel de 97  $\mu\text{m}$ . En post-traitement, au delà de la concaténation, une transformation polaire a été appliquée aux images afin de projeter les plis composites dans un plan. La FIGURE 3.2 témoigne de la présence de macro-porosités dont la forme semble corrélée à l'orientation des renforts (PILATO, 2011 ; COHEN, 1997). Les macro-porosités ont ainsi été caractérisées<sup>3</sup> en association avec

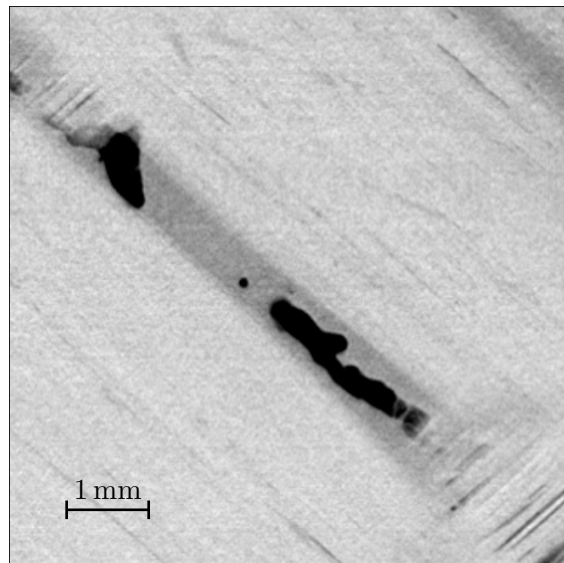


FIGURE 3.2 – Mise en évidence (tomographie aux rayons X) des cavités et poches de matrice formées entre deux mèches d'une nappe hélicoïdale d'un réservoir composite hyperbare (ROJEK, 2020).

l'orientation du matériau environnant. Une synthèse graphique relative à l'orientation des macro-porosités dans l'épaisseur de la paroi du réservoir est présentée sur la FIGURE 3.3. Les porosités ne sont pas distribuées d'une manière uniforme. On observe un gradient de répartition dans l'épaisseur de la paroi, avec une présence accrue des porosités sur les

1. Avec un rapport épaisseur de paroi sur rayon significativement élevé.
2. D'une masse de 54 kg, avec un rayon extérieur de 330 mm et une longueur de 920 mm.
3. Un algorithme d'analyse d'image (FFT) a été développé pour les besoins de l'étude et implémenté dans Matlab et Fiji.

couches les plus externes du réservoir. L'analyse de la morphologie des macro-porosités montre que la plupart des celles-ci sont effectivement fortement allongées ; elles suivent l'orientation des fibres. Les dimensions de ces porosités varient considérablement, mais leur section transversale est généralement de l'ordre de  $100\ \mu\text{m}$ . Les porosités situées à l'interface entre les plis sont généralement les plus grandes. Par contre, aucune corrélation claire n'apparaît entre l'abondance des macro-porosités et l'orientation du composite.

Toutes ces observations matériaux sont d'une grande richesse pour aider à la compréhension et alimenter les modèles. Dans le cadre du travail de thèse de Jan ROJEK, ces données ont également permis de bâtir des essais expérimentaux biaxiaux visant à étudier l'effet des cavités macroscopiques sur la résistance en traction de stratifiés représentatifs, à macro-porosités « contrôlées » (ROJEK, 2020). Si la résistance en traction

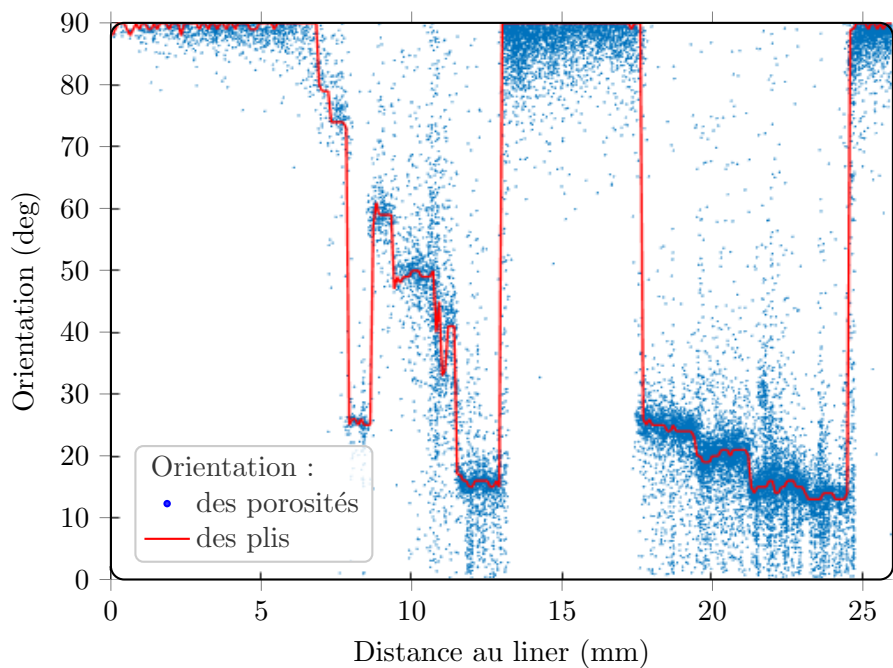


FIGURE 3.3 – Orientation individuelle des macro-porosités dans l'épaisseur de l'enveloppe composite d'un réservoir hyperbare, superposée à l'orientation des « plis » (ROJEK, 2020).

d'un composite carbone/époxy est peu sensible au taux de porosité, les résultats de Jan ROJEK démontrent que les performances d'un tel composite sont néanmoins affectées sous chargement combiné de traction longitudinale et compression transverse en présence de macro-porosité.

Aux échelles inférieures, les porosités jouent également un rôle et la deuxième illustration, tirée de la thèse de Henri-Alexandre CAYZAC (CAYZAC, 2014), s'intéresse à deux nouvelles populations de vides :

- Des cavités allongées d'une section similaire à celle des renforts unitaires et pouvant aller jusqu'à 2 mm de longueur.
- Des micro-porosités, pseudo-sphériques, de quelques centaines de nanomètres de diamètre.

Le matériau ici considéré est un verre/polyamide obtenu par pultrusion réactive à près de 65% de renfort en volume. Il se présente sous la forme d'un jonc de 8 mm de diamètre. Si les cavités allongées sont surtout localisées au cœur du jonc, les micro-porosités sphériques sont uniformément réparties dans la matrice. Bien entendu, ces observations et quantifications ont été rendues possibles par l'usage de la tomographie<sup>4</sup> aux rayons X mais également la microscopie électronique à balayage, comme cela est présenté sur la FIGURE 3.4. Pour ce type d'observation, la principale difficulté réside dans

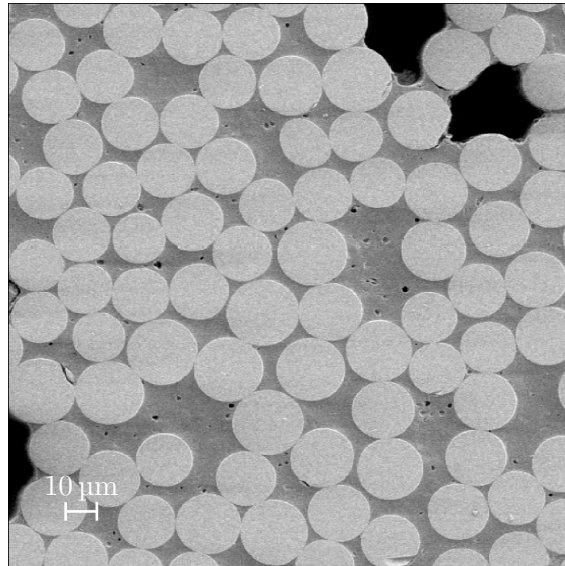


FIGURE 3.4 – Mise en évidence en microscopie électronique à balayage de deux populations de vides aux échelles micrométriques : des cavités allongées inter-fibres et des micro-porosités sphériques uniformément réparties dans la matrice (CAYZAC, 2014).

la juste quantification et caractérisation des phases en présence. La très forte disparité morphologique entre les deux populations de porosités et les forts taux d'élanement des cavités allongées compliquent grandement l'acquisition et l'analyse des images. Les images reconstruites par tomographie aux rayons X possèdent un faible contraste de niveau de gris entre la matrice et les bords des porosités, rendant ces derniers quasi-indissociables de la matrice en simple seuillage. Dans le cadre du travail de thèse d'Henri-Alexandre CAYZAC<sup>5</sup> des algorithmes spécifiques doivent être développés. Il s'est agit ici de pratiquer un double seuillage ainsi que des opérations booléennes pour segmenter individuellement les objets à analyser. Ces étapes sont loin d'être automatisées et les compétences requises pour mener à bien les observations puis la segmentation sont nombreuses. D'une étude à l'autre, il faut tenir compte des spécificités des matériaux et les outils « standardisés » n'existent pas. Rien ne peut remplacer ces observations fines, indispensables aux analyses et modélisations décrites dans la suite de ce chapitre.

4. Microtomographe du laboratoire Navier avec une taille de voxel de  $5.1 \mu\text{m}^3$ .

5. Mais également dans les travaux de Laurent MAZÉ, de Pierre-Alexis POULET, de François RASSELET ou encore de Stéphane GILLET qui exploitent ces mêmes techniques d'imagerie.



### 3.2.2 Quantifier le désordre

L'arrangement « aléatoire » des fibres dans le plan transverse participe largement au comportement mécanique du composite, comme cela sera précisé dans la section 3.4. Au delà des caractéristiques morphologiques de chacune des phases, il est donc nécessaire de s'intéresser à leur répartition spatiale. Cela passe par des *descripteurs statistiques* notamment mis en œuvre dans les travaux de thèses de Henri-Alexandre CAYZAC (CAYZAC, 2014) et Pierre-Alexis POULET (POULET, 2017); outils repris ensuite par François RASSELET (RASSELET, 2018), Jennifer BLONDEL (BLONDEL, 2021) et Stéphane GILLET (GILLET, 2022). Bien des outils sont disponibles dans la littérature pour décrire et *quantifier le désordre* d'une microstructure. Ryszard PYRZ en propose une synthèse dans un chapitre d'ouvrage (PYRZ, 2004) mettant en évidence les difficultés et hypothèses sous-jacentes.

Dans une quête de la *mesure des distributions spatiales* des phases et notamment des renforts, nombre de techniques nécessitent la connaissance de la position individuelle de chaque fibre. Cela n'est possible qu'après les traitements de segmentation, parfois complexes, décrits dans la section précédente. Il est alors permis, par exemple, d'établir les densités de probabilité des distances et orientations des premiers voisins ou des aires de Voronoï (descripteurs du premier ordre). Les descripteurs du second ordre caractérisent les relations éventuellement existantes entre fibres à certaines distances (distances de corrélation) et sont donc plus riches en information. Parmi les plus usités de ces descripteurs, figure la fonction  $K$  de Brian RIPLEY (RIPLEY, 1977) qui permet de décrire l'arrangement, non plus du voisinage immédiat de chaque fibre, mais en fonction d'une distance  $r$ . Dans les travaux des thèses précédemment cités et notamment dans POULET (2017), la *fonction de covariance*<sup>6</sup> (MATHERON, 1971) et l'outil statistique qui a présenté le plus d'intérêt<sup>7</sup>. La fonction de covariance  $C(X, h)$  représente la probabilité que deux points  $x$  et  $x + h$  appartiennent à la même phase  $X$ ,  $h$  désignant une distance. Le principal avantage de la fonction de covariance réside dans le fait qu'il n'est pas nécessaire d'avoir une image segmentée<sup>8</sup> pour la mettre en œuvre. Représentation graphique de la fonction de covariance, le *covariogramme géométrique* apporte de multiples informations comme cela est présenté en FIGURE 3.5.

En premier lieu, l'utilisation de covariogrammes sur la FIGURE 3.5 permet d'asseoir l'isotropie dans le plan transverse des microstructures étudiées (ici virtuelles). Les covariogrammes donnent en outre une lecture immédiate de la fraction surfacique/volumique de renfort (60 %) et informent sur les fluctuations spatiales à courte et plus longue portée. Les covariogrammes permettent de déceler la présence d'agrégats ou de périodicités et sont ainsi de parfaits outils pour quantifier le désordre.

6. Sur un plan historique, les concepts liés à la fonction de covariance ont été introduits par deux mathématiciens et professeurs de l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris, Georges MATHERON et Jean SERRA, tous deux fondateurs de la *morphologie mathématique* et de la *géostatistique*.

7. Une combinaison de plusieurs descripteurs statistiques est néanmoins souvent nécessaire, certains apportent des informations sur les interactions à courte portée alors que d'autres caractérisent l'arrangement dans sa globalité.

8. Résultat parfois très délicat à obtenir.

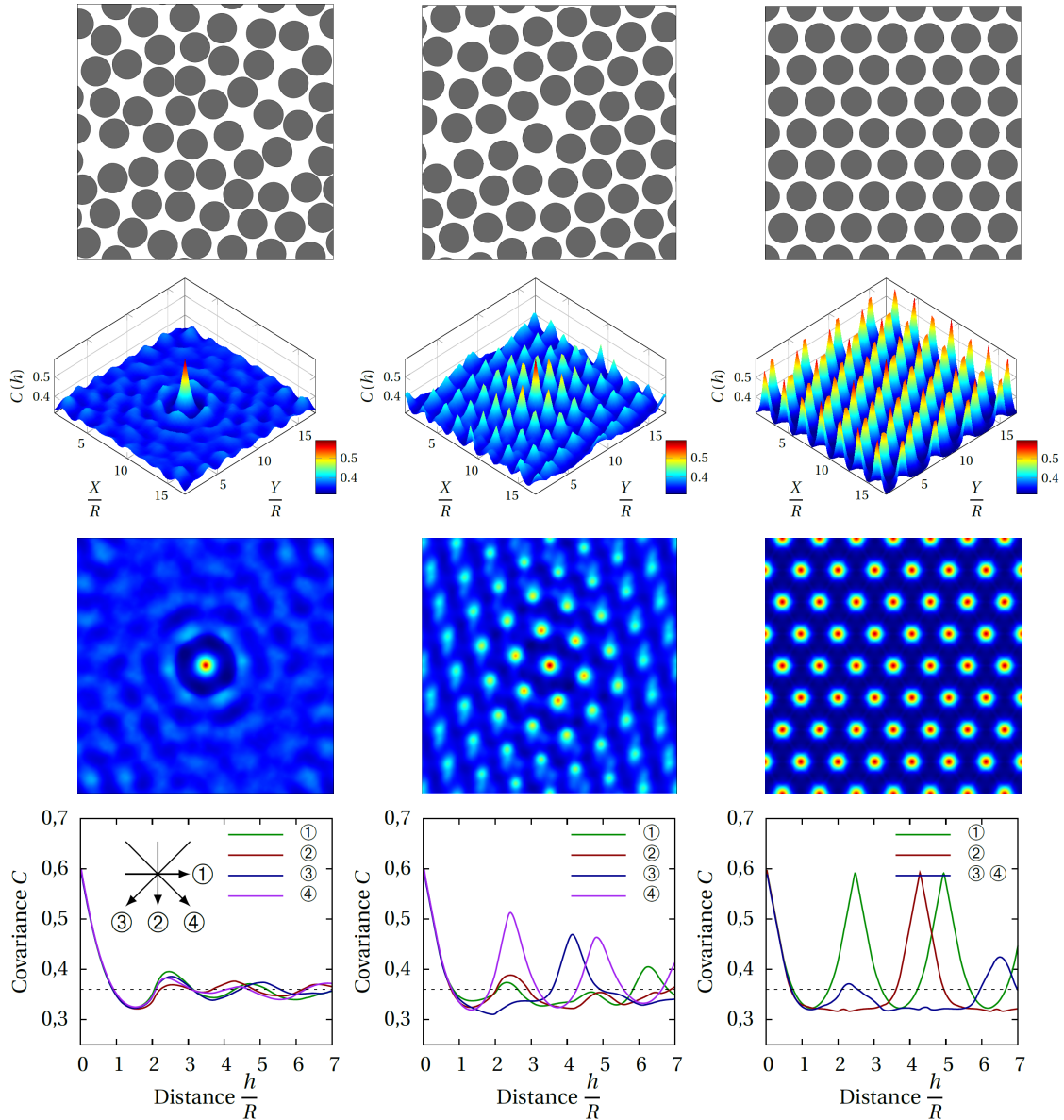


FIGURE 3.5 – Illustration de la covariance pour trois microstructures présentant la même fraction surfacique/volumique de renfort mais des distributions plus ou moins aléatoires. Les covariogrammes 3D et 2D sont représentés sur les 2<sup>ème</sup> et 3<sup>ème</sup> lignes. La 4<sup>ème</sup> ligne correspond aux fonctions de covariance suivant quatre directions différentes. Tant le caractère aléatoire que le caractère périodique des microstructures, respectivement à gauche et à droite de la figure, apparaissent clairement (POULET, 2017).

### 3.2.3 Mesurer le confinement matriciel

Au delà du désordre, mes travaux s'intéressent à un marqueur induit par la proximité existante entre certaines fibres : le *confinement matriciel*. Il convient tout d'abord de préciser la notion sous-jacente et le confinement matriciel, s'apparente à un enfermement de la matrice, maintenue et piégée dans un espace restreint. Nous sommes ici très proches des sujets liés au collage et développés durant ma thèse. Tout comme dans un film de colle, le confinement matriciel induit une triaxialité importante des contraintes au sein de la matrice piégée et cela a de multiples conséquences, sur le comportement d'une part

mais également sur la rupture. Deux points qui seront repris à la section 3.3, alors avec un plus regard « mécanique ».

Dans le cadre du pilier « matériaux », il s’agit de proposer une *mesure du confinement matriciel*. C’est essentiellement dans le cadre des travaux de thèse de Henri-Alexandre CAYZAC (CAYZAC, 2014) que les premiers résultats probants et surtout adaptés ont été produits. Si la distance inter-fibre est évidemment propice à fournir une estimation du confinement, il faut enrichir cette métrique via le *taux d’élancement*<sup>9</sup>. Dans CAYZAC (2014), nous avons défini le taux d’élancement (doublement attaché à un couple fibre-fibre) comme le ratio entre la moitié de la distance inter-fibre  $d_{if}/2$  et le rayon de la fibre considérée  $r_f$ . Les schémas de la FIGURE 3.6 illustrent différents cas de confinement de la matrice par deux fibres et permet d’illustrer la mesure. Comparons dans un premier

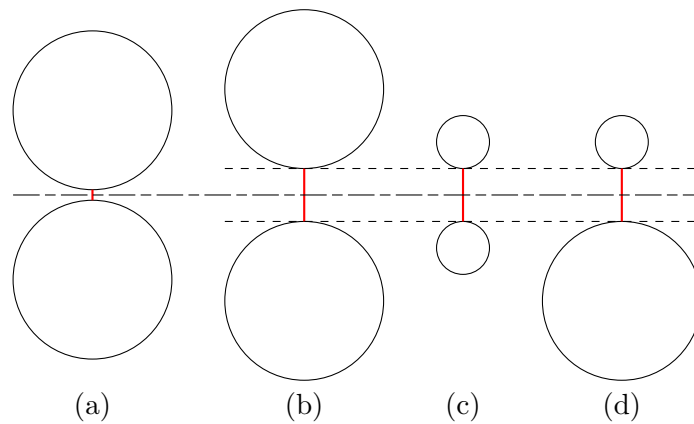
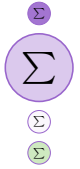


FIGURE 3.6 – Illustration de la mesure du confinement matriciel initialement proposé dans le cadre des travaux de thèse de CAYZAC (2014).

temps les cas (a) et (b), tous deux constitués de fibres de rayons identiques. La distance inter-fibres  $d_{(a)}$  est en effet inférieure à  $d_{(b)}$  et le taux d’élancement du cas (a) est donc inférieur à celui du cas (b). Il ne fait aucun doute que le confinement de la matrice est plus important dans le cas (a) que dans le cas (b). Si nous raisonnons de même entre les cas (b) et (c), pour lesquels les rayons changent mais la distance inter-fibre demeure identique, il est possible de constater que le confinement en (b) est plus important qu’en (c). Le cas (d) permet de montrer que le taux d’élancement est en réalité affecté à chaque fibre. Le taux d’élancement de la petite fibre correspond à celui du cas (c) alors que le taux d’élancement de la plus grosse fibre, à celui du cas (b).

Toutes ces mesures permettent d’accéder à une bonne connaissance des microstructures étudiées et facilitent ainsi les étapes d’analyse et de modélisation qui sont abordées dans la suite de ce chapitre.



### 3.3 Comportement et rupture sous sollicitations transverses

A l'échelle mésoscopique, le volet « mécanique » de ma démarche scientifique consiste à explorer le comportement transverse des briques UD considérées. Comme cela a pu être souligné en introduction, c'est une combinaison de sollicitations dans le plan transverse, représentatives de conditions de sollicitations réelles, qui vont ici nous intéresser. Il s'agit donc de recourir à des essais mécaniques capables d'apporter les champs mécaniques souhaités mais également adaptés à la mesure des mécanismes exacerbés. Au cours des différents travaux de thèse co-encadrés, plusieurs dispositifs expérimentaux ont pu être développés à cet effet. Nous évoquons par exemple, au §3.2.1, un dispositif développé dans le cadre du travail de thèse de ROJEK (2020) qui visait à combiner traction longitudinale et compression transverse sur des éprouvettes de carbone/époxy. Tout en restant dans la même optique d'une combinaison de sollicitations mécaniques à l'échelle mésoscopique, nous choisissons d'illustrer dans un premier temps la démarche en « mécanique » par l'essai de compression diamétrale mis en œuvre dans les travaux de CAYZAC (2014). Dans un deuxième temps, nous nous intéresserons aux techniques permettant d'accéder à la caractérisation du comportement de la matrice en situation confinée.

Il faut noter que tous les travaux expérimentaux développés dans le cadre du pilier « mécanique » ne pourraient exister sans l'apport essentiel des ingénieurs et techniciens du Centre des Matériaux. Le dispositif *Bulky* dont il sera question dans un deuxième temps est par ailleurs le fruit des développements du Xlab<sup>10</sup> – *in situ testing for the synchrotron* – au Centre des Matériaux.

#### 3.3.1 L'essai Brésilien de compression diamétrale

L'*essai Brésilien*<sup>11</sup>, nommé également essai de traction indirect, est un essai de compression diamétrale d'un disque ou d'un cylindre circulaire droit (cylindre de révolution) comme il en sera question ici. C'est un essai complexe dans le sens où les champs de déformations et de contraintes ne sont pas homogènes dans la section de l'échantillon. C'est donc un essai dont l'interprétation n'est pas sans difficulté mais cela n'en demeure pas moins un essai très astucieux. Le principe est en effet très simple : il s'agit de comprimer diamétralement un cylindre de matériau entre deux plateaux parallèles<sup>12</sup>. Ainsi soumis au chargement, de fortes contraintes de traction se développent de part et d'autre de l'axe médian en plus des contraintes de compression imposées par le rapprochement des plateaux. L'objet n'est pas ici de décrire l'essai en lui-même qui est

9. Inspiré par les travaux de Richard M. CHRISTENSEN sur les composites à fortes concentrations d'inclusions (CHRISTENSEN, 1979).

10. Henry PROUDHON et coll.

11. Des essais de compression diamétrale ont été présentés pour la première fois au début des années 40 afin de mesurer indirectement les propriétés en traction du béton : en septembre 1943 par Fernando L. L. B. CARNEIRO, à l'occasion de la 5<sup>ème</sup> réunion de l'*Associação Brasileira de Normas Técnicas* (ABNT) et deux mois plus tard, par Tsunei AKAZAWA au Japon, sans aucune communication entre les deux chercheurs (FAIRBAIRN et ULM, 2002).

12. La question du parallélisme des plateaux est une question centrale notamment abordée dans BIENIAWSKI et HAWKES (1978).

très documenté mais plutôt d'insister sur son intérêt pour évaluer le *comportement et la rupture sous sollicitations transverses* d'un composite UD.

Dans CAYZAC (2014), nous nous sommes penchés sur la compression diamétrale de joncs UD à section circulaire ( $\varnothing$  8 mm). Dans le cadre de ce développement, l'outil numérique a largement été employé pour aider à dimensionner l'essai en évaluant les paramètres les plus sensibles, puis à accéder aux champs de déformations a posteriori. Pour des raisons évidentes de taille du modèle, une simulation en 2D (déformation plane) était visée et la longueur du jonc comprimée a donc été déterminée avec attention. Les questions liées au contact ont également fait l'objet d'analyses spécifiques. En plus des grandeurs macroscopiques de charge et d'entrefer, un microscope numérique Keyence VHX 600 a permis d'imager l'extrémité polie des joncs. La FIGURE 3.7 présente ainsi le développement des fissures liées à la traction transverse sur deux joncs de natures très différentes : les trois clichés supérieurs correspondent à un jonc en carbone/époxy et les trois clichés inférieurs au verre/polyamide dont il est question dans la section précédente. Bien qu'obtenues en surface, ces images sont instructives à plusieurs titres. En premier lieu, elles font clairement apparaître une cinétique très différente entre le carbone/époxy très fragile et le verre/polyamide beaucoup plus ductile. Une analyse plus fine permet de constater que l'adhésion fibre/matrice pour le verre/polyamide est excellente : la rupture est cohésive dans la matrice ce qui n'est pas le cas pour le carbone/époxy. Ces images permettent également de juger de la qualité de l'essai et en particulier du parallélisme des plateaux. En effet, nous avons pu constater que le moindre décalage angulaire conduisait systématiquement à une rupture en diagonale impliquant un fort cisaillement. Les essais concernés pouvaient facilement être écartés. Enfin, la surface polie naturellement « mouchetée » se prête très bien à des analyses par corrélation d'images.

L'originalité de l'exploitation proposée par CAYZAC (2014) a consisté à réaliser des essais interrompus sur le verre/polyamide qui ont ensuite été imagés en tomographie aux rayons X. Il a ainsi été possible de relier l'apparition et l'évolution des fissures internes avec les paramètres macroscopiques de l'essai. Sur la FIGURE 3.8, une courbe de charge expérimentale est associée avec des mesures locales de la fissuration interne. Pour la courbe expérimentale, la *contrainte nominale*,  $F/(LD)$ , normalisée par la contrainte nominale maximale, est tracée en fonction de la *déformation nominale*,  $\Delta D/D$ . Où  $F$  désigne l'effort de compression,  $L$ , la longueur du jonc et  $D$  son diamètre initial. La réponse mécanique peut être décomposée en plusieurs phases : 1) Comportement élastique. 2) Phase inélastique jusqu'au pic de contrainte nominale. 3) Chute drastique de la raideur du jonc qui s'achève par une fissure traversante. 4) Lente diminution de la réponse mécanique et propagation de la fissure à l'autre extrémité du jonc jusqu'à la séparation finale. En ce qui concerne les mesures de la fissuration interne issues des images de tomographie, est reportée sur la FIGURE 3.8, la longueur de la fissuration transverse totale à mi-longueur, divisée par le diamètre du jonc. Cette deuxième courbe permet de constater que la seconde phase correspond au développement, relativement rapide, de la

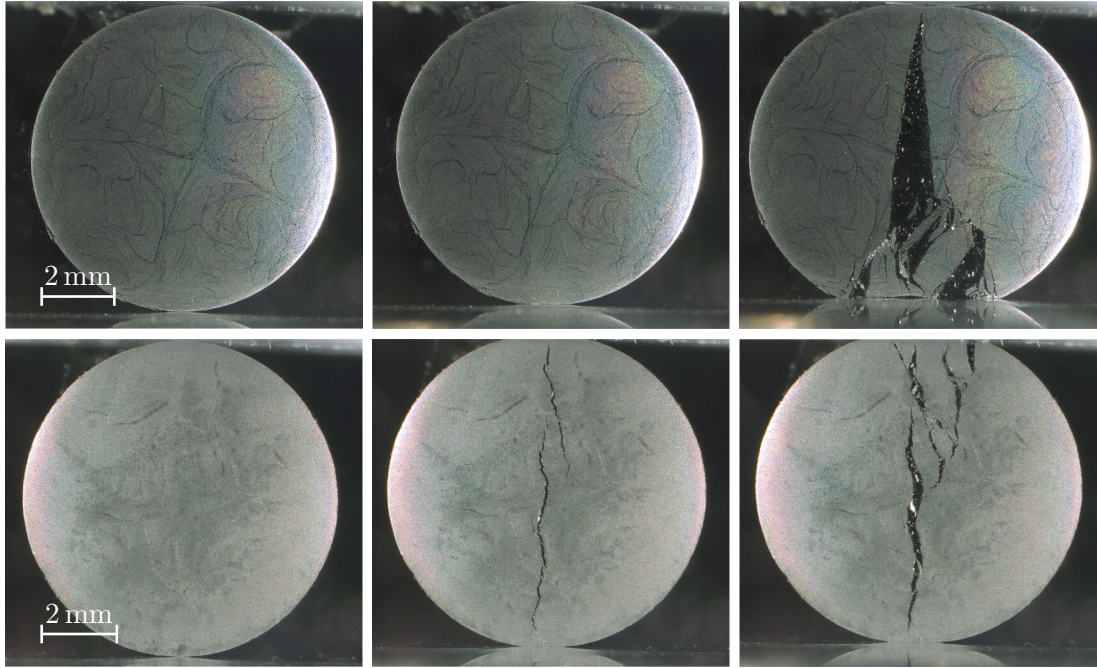


FIGURE 3.7 – Prise d’images à différents chargements en compression diamétrale de deux jones composites ( $\varnothing$  8 mm) de natures différentes : carbone/époxy en haut et verre/polyamide en bas. D’après CAYZAC (2014).

fissuration. Toutes ces données alimentent ensuite la modélisation aux différentes échelles.

### 3.3.2 Accéder au comportement de la matrice confinée

La caractérisation du comportement mécanique de la matrice « confinée » est un sujet particulièrement délicat. La première question que l’on peut légitimement se poser est la suivante : si la *matière* est initialement la même, le *matériau* qui se trouve confiné entre fibres est-il identique à celui que l’on peut obtenir sous forme massive ? C’est une question particulièrement polémique que nous retrouvons dans le domaine du collage et que j’ai pu aborder pour la première fois durant ma thèse (JOANNÈS, 2007). Savoir si les propriétés mécaniques obtenues par des essais sur le matériau massif sont représentatives d’un adhésif sous forme de film mince entre substrat, a fait, et fait encore l’objet de nombreux débats. La polémique n’est en effet pas nouvelle (LILLEHEDEN, 1994 ; DOLEV et ISHAI, 1981) mais le sujet n’est pas clos pour autant (ZUO et VASSILOPOULOS, 2021). Tous les auteurs s’accordent néanmoins sur le fait que connaître sans ambiguïté les propriétés mécaniques des matériaux utilisés est essentiel. Plusieurs arguments sont avancés pour justifier ou infirmer l’hypothèse d’une équivalence entre le matériau massif et sous forme de film (LILLEHEDEN, 1994).

Aussi, il m’est apparu durant mes travaux de thèse que la question ne peut pas être tranchée de manière universelle. Certains adhésifs, ou plus généralement certains polymères, ont une formulation qui conduit à des différences cristallines significatives dans les zones d’interphases. L’écoulement de la matière, confinée par un substrat ou des

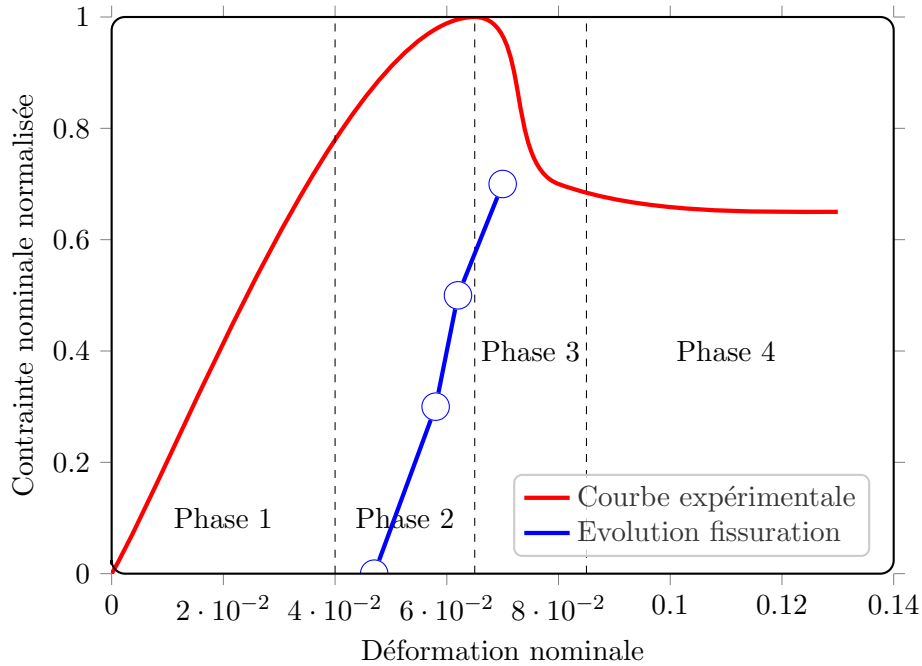


FIGURE 3.8 – Réponse mécanique du jonc lors de l’essai de compression diamétrale. Quatre phases peuvent être délimitée et la seconde correspond à la propagation rapide de la fissuration au cœur du jonc.

fibres peut également produire une orientation localisée des chaînes macromoléculaires. Pour les matériaux composites, du fait de la forme et la taille des « substrats », il est très difficile de pouvoir accéder aux zones d’interphases. Bien des caractérisations de ces zones sont en réalité perturbées par le contraste très important qui existe entre fibres et matrice. Si des différences de propriétés sont parfois relevées dans la matrice à proximité des fibres, elles sont souvent assorties de très grandes incertitudes de mesures. Il ne s’agit là que d’une partie du problème puisque les sollicitations mécaniques jouent également un rôle majeur quant à la caractérisation du comportement de la matrice confinée.

S’il est en effet difficile de progresser sur le chemin de l’interphase, un facteur fortement influent est cependant accessible : la triaxialité des contraintes induit par le confinement. En l’absence d’évidence de l’importance d’une zone d’interphase, nous considérons ici que le matériau massif est suffisamment représentatif de celui qui se trouve confiné entre fibres. L’exemple présenté est tiré des travaux de thèse de *POULET* (2017) et s’applique à du PA11. Les forts taux de triaxialité sur des éprouvettes de laboratoire sont obtenus en entaillant des éprouvettes lisses comme cela est illustré sur la FIGURE 3.9. La variation du rayon de fond d’entaille permet de balayer une large gamme de taux de triaxialité (*BRIDGMAN*, 1944). Il faut noter qu’un rayon de fond d’entaille trop faible, rapproche la zone de triaxialité maximale de la surface libre et entraîne une rupture fragile de l’éprouvette (*CAYZAC*, 2014). Nous sommes alors davantage dans un problème de mécanique de la rupture. Le rayon proposé sur la FIGURE 3.9 permet de localiser l’apparition et le développement de la cavitation au cœur de l’éprouvette et ainsi avoir accès au comportement de la matrice en situation confinée. Comme

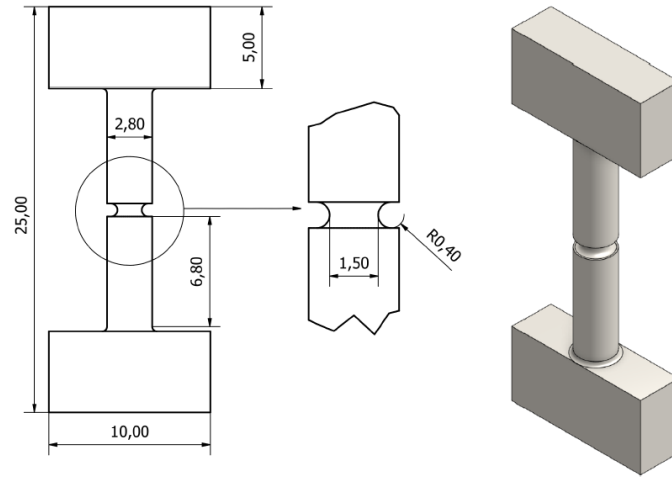


FIGURE 3.9 – Mini-éprouvette de laboratoire entaillée destinée à concentrer la triaxialité des contraintes à cœur. Les cotes sont indiquées en millimètres (POULET, 2017).

les cotes du schéma le suggèrent, l'éprouvette présentée est une « mini-éprouvette » destinée à être observée par tomographie aux rayons X durant l'essai mécanique. Un dispositif expérimental nommé *Bulky*, a été spécialement conçu pour ce type d'essai et est représenté sur la FIGURE 3.10. Ce même dispositif a été utilisé pour la première

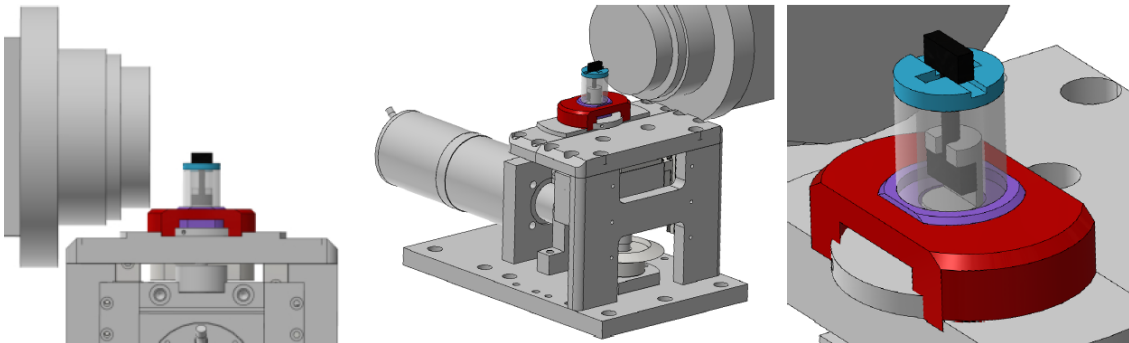


FIGURE 3.10 – Machine Bulky : dispositif expérimental pour le suivi *in situ* de l'essai de traction. L'éprouvette, est ici représenté en noir, est installé dans les mors et est visible à travers le tube de PMMA (POULET, 2017).

fois par François RASSELET (RASSELET, 2018) puis repris par de nombreux doctorants dont très récemment Stéphane GILLET (GILLET, 2022). POULET (2017) a pu mettre en évidence les différents stades d'apparition puis de développement de la cavitation au sein de l'éprouvette (FIGURE 3.11). La qualité et la richesse de ces résultats facilitent grandement les choix relatifs aux modèles numériques à mettre ensuite en œuvre pour simuler le comportement de la matrice en situation confinée. Le recours à ce type de données a permis à CAYZAC (2014) ou POULET (2017) de mener des simulations en non-linéaire sur des microstructures représentatives et constater l'influence de la distribution des renforts ou des porosités sur le comportement mécanique mésoscopique.



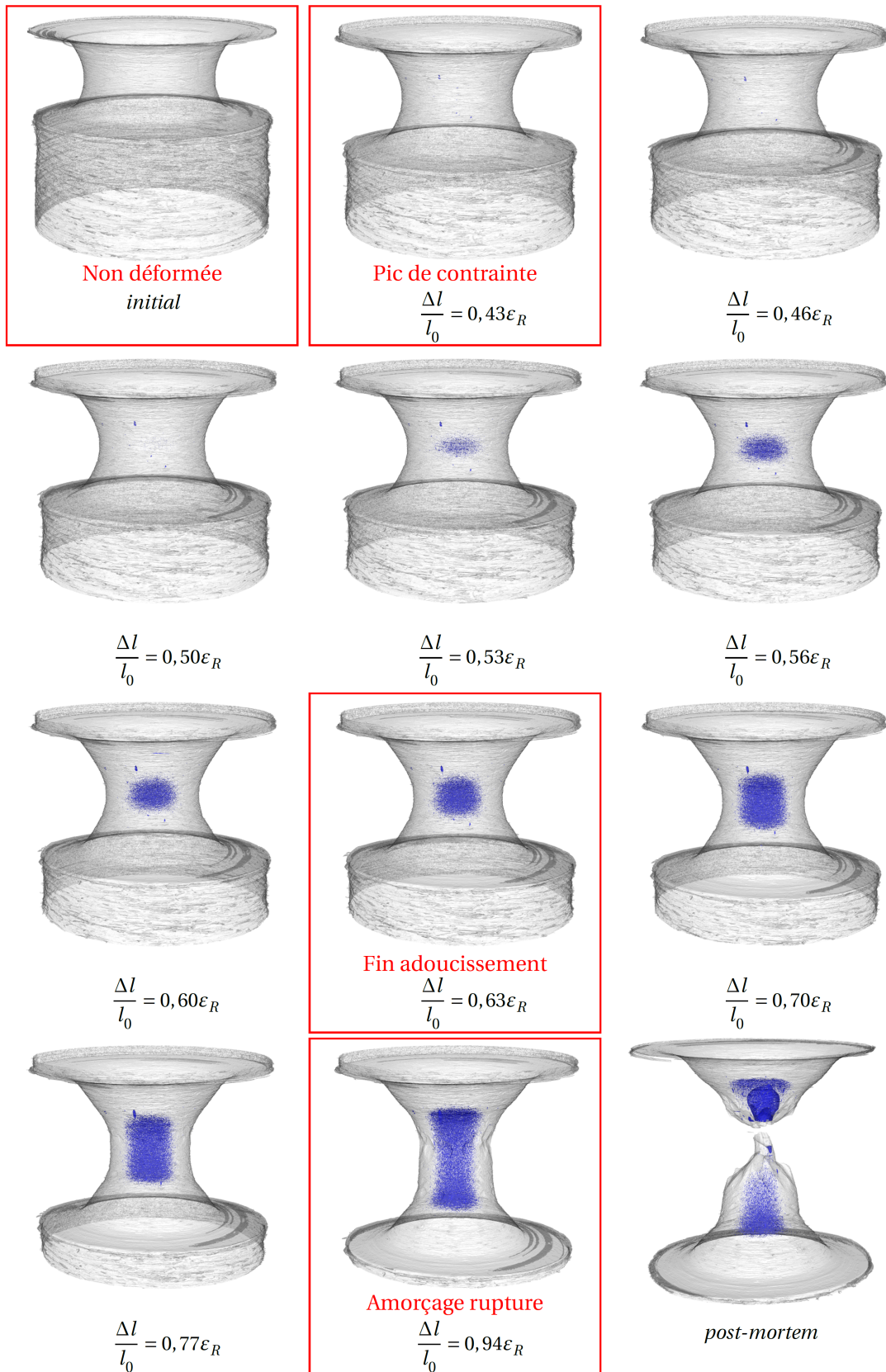


FIGURE 3.11 – Mise en évidence, par reconstruction tomographique puis segmentation, de l'évolution des cavités (en bleu) au droit de l'entaille (rayon initial de  $400\ \mu\text{m}$ ) de l'éprouvette Bulky au cours de l'essai de traction. Les valeurs des paliers de déplacement sont indiqués sous chaque sous-figure. D'après POULET (2017).

### 3.4 Modélisation *hiérarchique* du comportement

Le volet « matériaux », par lequel ce chapitre a été abordé, visait à acquérir une connaissance approfondie de la microstructure des composites étudiés. Il s'agissait en particulier d'apprécier les grandes fluctuations morphologiques induites par les procédés de transformation. Dans le volet « mécanique », nous nous sommes intéressés aux essais expérimentaux permettant de relier la microstructure à la réponse du matériau. Le troisième volet de la démarche s'efforce de proposer une stratégie visant à prédire le comportement (et la rupture) en tenant compte des résultats précédents. Il est illustré ici par des travaux entamés en collaboration avec Eveline HERVÉ-LUANCO et qui se sont poursuivis par un co-encadrement de la thèse de Jennifer BLONDEL (BLONDEL, 2021). C'est une acception large du terme « numérique » qu'il convient de considérer.

En effet, les approches de modélisation numérique et analytique sont souvent en concurrence pour décrire un phénomène souhaité. Il n'y a cependant pas de raison de chercher une méthode unique et les complémentarités entre des stratégies de modélisation distinctes sont toujours profitables. L'exemple proposé s'inscrit dans ce contexte. S'il est tout à fait utile de simuler la réponse du matériau avec des stratégies en champs complets comme la Méthode des Éléments Finis (MEF) ou la Transformée de Fourier (FFT), il n'est cependant pas possible d'imaginer recourir à ces méthodes pour simuler le comportement d'une structure entière. Tout comme le problème présenté en section 2.5, le recours à un changement d'échelle est nécessaire. Aussi, la démarche consiste à utiliser un modèle en champs moyens, capable de rendre compte de l'effet des grandes fluctuations morphologiques locales dans un Milieu Homogène Équivalent (MHE).

Le terme *hiérarchique* du titre se rapporte à la possibilité d'enrichir les informations morphologiques à façon pour que localement, sur les points chauds, il soit possible d'avoir une prédiction plus juste. La connaissance des grandeurs effectives locales permet *in fine* de relocaliser les contraintes et aborder la rupture avec des modèles plus appropriés comme dans CAYZAC (2014). Un avantage certain de la stratégie d'*homogénéisation* en champs moyens dont il est question ici réside en la possibilité d'explorer rapidement de nouvelles voies de conception. Il peut s'agir d'un changement de nature ou de fraction de renfort, de la prise en compte d'une porosité ou d'agrégats de fibres ou encore d'une microstructure hybride, faisant intervenir plusieurs renforts différents.

Comme nous venons de le souligner, avant d'accéder à la rupture, la prédiction de la réponse mécanique d'une structure nécessite de modéliser aussi fidèlement que possible son comportement, et en particulier sa raideur. Cela peut sembler élémentaire mais modéliser le comportement élastique isotrope transverse des briques UD constitutives d'un matériau composite nécessite la connaissance de cinq paramètres indépendants. En ce qui concerne les propriétés transverses, la caractérisation expérimentale est toujours une procédure fastidieuse et les incertitudes qui en résultent sont souvent importantes (BLONDEL, JOANNÈS et HERVÉ-LUANCO, 2020). Ces complications constituent une forte motivation pratique pour le développement de modèles qui peuvent être utilisés pour prédire la performance du matériau. Toutefois, cela ne signifie pas que les modèles éliminent les

difficultés sous-jacentes. Si la prédiction des propriétés longitudinales des UD est rarement compliquée, les propriétés transverses sont nettement plus affectées par les interactions entre les constituants et la prédiction de ces propriétés est toujours un défi.

Cette section résume les résultats publiés dans trois articles, en présentant dans un premier temps la stratégie à l'aide d'un problème de transport-diffusion (HERVÉ-LUANCO et JOANNÈS, 2016; JOANNÈS et HERVÉ-LUANCO, 2016). Nous revenons ensuite, dans un deuxième temps, au problème des propriétés mécaniques dans le plan transverse (BLONDEL, JOANNÈS et HERVÉ-LUANCO, 2020) tout en conservant la même microstructure.

### 3.4.1 Modèle auto-cohérent généralisé & motifs morphologiques représentatifs

Le cadre général de ce travail gagne à être introduit par la modélisation du phénomène de transport dans un matériau isotrope transverse multiphasé. A titre d'exemple, une brique UD de matériau composite est soumise à une diffusion moléculaire d'eau, comme illustré dans (JOANNÈS, MAZÉ et A. R. BUNSELL, 2014a,b). Il va sans dire que le présent développement s'applique bien entendu à tout autre phénomène de transport et en particulier à la diffusion thermique. La stratégie adoptée permet de prédire la *diffusivité effective* du milieu composite,  $\underline{D}^{\text{eff}}$ , tenseur du second ordre qui relie le champ vectoriel de flux  $\underline{j}$  au gradient spatial des concentrations  $\underline{\nabla}C$ , tel que défini par la seconde loi de Fick (3.1) :

$$\underline{j} = -\underline{D}^{\text{eff}} \cdot \underline{\nabla}C = \underline{D}^{\text{eff}} \underline{H} \quad (3.1)$$

où  $\underline{H}$  désigne le vecteur intensité. Si les composantes du tenseur de diffusivité peuvent être obtenues en « moyennant » les propriétés des phases, toute la difficulté réside dans la manière dont cette moyenne est effectuée. Si une simple *loi des mélanges* est suffisante pour prédire avec précision les propriétés de transport en longitudinal, un modèle plus raffiné est nécessaire pour traiter les propriétés transverses en tenant compte des fluctuations morphologiques. Ce qui distingue les différentes approches existantes<sup>13</sup> est la manière dont elles peuvent gérer – dans des conditions non diluées – les fluctuations morphologiques locales ou un contraste significatif entre les propriétés des phases en présence (CHRISTENSEN, 1990). Nous avons proposé d'aborder ces deux « challenges » en exploitant un schéma auto-cohérent généralisé<sup>14</sup> (BENVENISTE, 2008; CHRISTENSEN et LO, 1979) couplé à un modèle morphologiquement représentatif<sup>15</sup> (BORNERT, STOLZ et ZAOUI, 1996).

La partie auto-cohérente généralisée découle des travaux de HERVE et ZAOUI (1995) et HERVE et ZAOUI (1993) qui étendent l'approche initiale à 3 phases<sup>16</sup> de CHRISTENSEN et LO (1979) au cas général de  $n$ -phases concentriques. Ces travaux ont été revisités dans HERVÉ-LUANCO (2020) avec une simplification de la formulation. L'approche  $n$ -

13. Tout en restant dans une stratégie de modélisation à champs moyens.

14. Generalized Self-Consistent Scheme (GSCS).

15. Morphological Representative Pattern (MRP).

16. La troisième phase désigne le milieu homogène équivalent qui enveloppe le composite fibre/matrice.

phases permet par exemple de considérer des problèmes d'interphases ou d'interfaces imparfaites (HERVÉ-LUANCO, 2014). Comme précisé plus haut, dans HERVÉ-LUANCO et JOANNÈS (2016) le modèle  $n$ -phases a été couplé avec une approche par motifs morphologiques afin de pouvoir capturer les fluctuations morphologiques transverses.

Du point de vue de la modélisation, le matériau « MRP » pourrait être considéré comme un ensemble de « domaines » disjoints  $\Omega_\lambda$ , regroupés en  $N_\lambda$  familles de morphologies et de propriétés identiques, indexées par le symbole  $\lambda$ ;  $m_\lambda$  désignant la fraction volumique de la famille  $\lambda$ . Dans chacune de ces familles, le milieu composite consiste en une inclusion centrale « monolithique » (fibre), recouverte d'une « interphase<sup>17</sup> », intégrée dans une « matrice », elle même « monolithique ». La FIGURE 3.12 expose schématiquement le partitionnement du matériau.

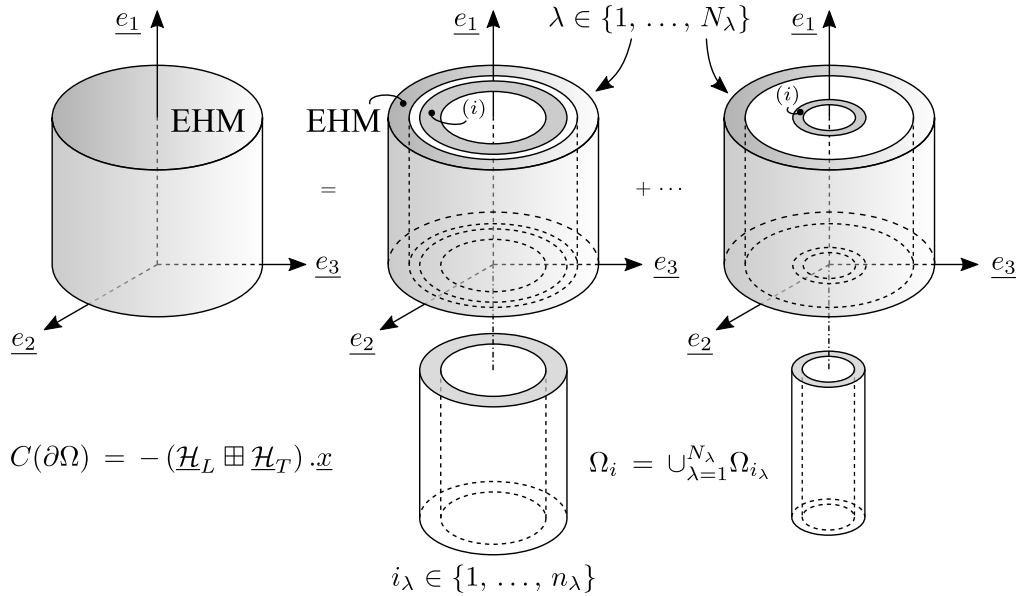


FIGURE 3.12 – Les  $N_\lambda$  familles constituées de  $n_\lambda$  phases constituent les motifs représentatifs (MRP). L'obtention du *milieu homogène équivalent* ou *Equivalent Homogeneous Medium* (EHM) qui enveloppe le milieu composite passe par des opérations de moyenne.

Étant donné les  $N_\lambda$  partitions du matériau, la phase  $(i)$  se trouve répartie dans les différentes familles.  $(i_\lambda)$  désigne la partie de la phase  $(i)$  uniquement contenue à l'intérieur du motif  $\lambda$  tel que  $\Omega_i = \cup_{\lambda=1}^{N_\lambda} \Omega_{i_\lambda}$  et  $\cap_{\lambda=1}^{N_\lambda} \Omega_{i_\lambda} = \emptyset$  avec  $\lambda \in \{1, \dots, N_\lambda\}$  et  $i_\lambda \in \{1, \dots, n_\lambda\}$ . Les équations générales permettant d'obtenir  $D_L^{\text{eff}}$  mais surtout  $D_T^{\text{eff}}$  sont décrites dans HERVÉ-LUANCO et JOANNÈS (2016).

Dans JOANNÈS et HERVÉ-LUANCO (2016), le modèle est mis en application en s'appuyant sur la microstructure et les résultats expérimentaux de JOLIFF, BELEC et CHAILAN (2013) et JOLIFF, REKIK *et al.* (2014). En plus du motif original à 3 phases, il s'est agi de prendre en considération les zones de matrice « piégée » par un motif inverse.

17. Région qui peut évidemment ne pas exister ou ne pas être prise en compte.

Le *graphical abstract* présenté sur la FIGURE 3.13 illustre ce modèle à 2 phases - 2 motifs enveloppées dans le milieu homogène équivalent (EHM).

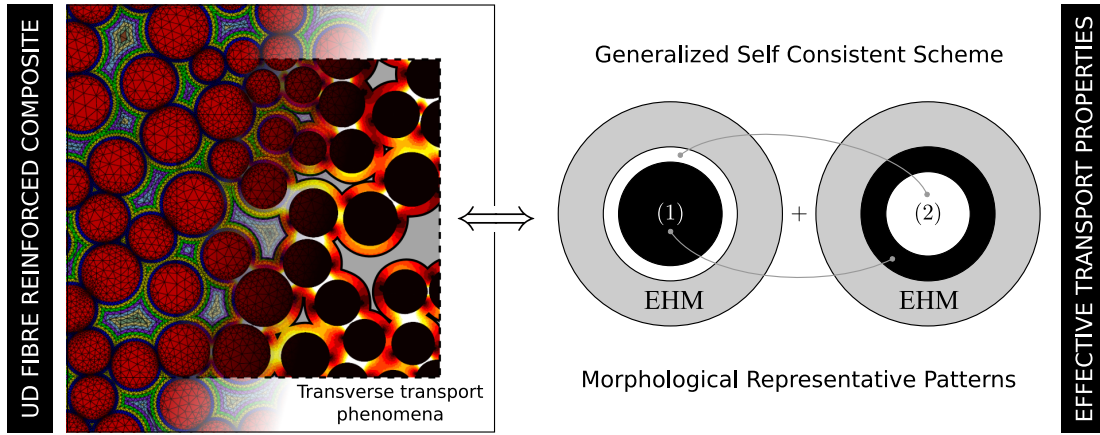


FIGURE 3.13 – Le milieu composite (à gauche) est modélisé par une approche à 2 phases - 2 motifs (à droite) enveloppées dans le milieu homogène équivalent. Sur l'image de gauche, la norme du flux est représentée par un gradient de couleur allant du jaune pâle au noir (flux nul). Les zones grisées correspondent aux zones de matrice « piégée » (JOANNÈS et HERVÉ-LUANCO, 2016).

Le comportement de ce cas particulier est régi par trois paramètres morphologiques : la fraction volumique de renfort dans le composite,  $f$ , la proportion du motif original direct,  $m$ , contenant lui-même une concentration  $c$  de renfort. En fixant  $f$ , il est possible de préciser l'intervalle dans lequel peut varier la diffusivité effective transverse  $D_T^{\text{eff}}$  (FIGURE 3.14).

Lorsque  $D_T^{(1)} = 0$ , la diffusivité transverse normalisée  $D_T^{\text{eff}}/D_T^{(2)}$  peut être obtenue de manière explicite sous la forme d'une fraction rationnelle telle que pour  $c_{\min} \leq c \leq c_0$  :

$$\frac{D_T^{\text{eff}}}{D_T^{(2)}} = \frac{m(1-f)(f-mc) - f(1-m)^2(1-c)}{f[2m(f-mc) + (1-m)^2(1+c)] + m(1-f)(f-mc)} \quad (3.2)$$

Le cas particulier  $c = f$  est relativement intéressant comme nous le verrons dans l'application mécanique à venir et dans ce cas, Eq. (3.2) devient :

$$\frac{D_T^{\text{eff}}}{D_T^{(2)}} = \frac{(1-f)(2m-1)}{(1+f)} \quad (3.3)$$

L'identification du paramètre  $m$  (et éventuellement  $c$ ) reste aujourd'hui une étape essentielle. Plusieurs stratégies basées sur l'analyse des images de la microstructure ont été expérimentées. Des simulations numériques (MEF) ont par ailleurs accompagné la *calibration du modèle*. Au delà de prédire les propriétés effectives avec justesse, l'approche analytique proposée rend l'exploration de phénomènes particuliers possible, comme la présence de zones d'interphases ou de contacts entre les fibres (JOANNÈS et HERVÉ-LUANCO, 2016).

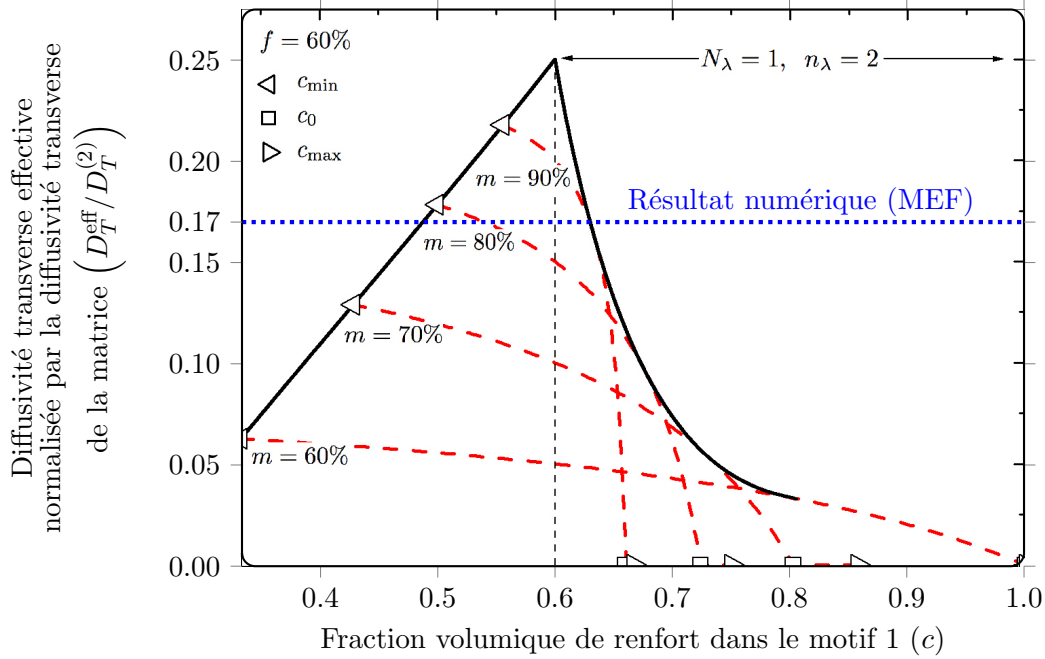


FIGURE 3.14 – Courbe enveloppe de la diffusivité effective transverse  $D_T^{\text{eff}}$  normalisée par la diffusivité de la phase (2) (matrice). La fraction de renfort est fixée à 60% et le paramètre  $c$  est borné tel que  $0 \leq c_{\min} = 1 + (f - 1)/m < c < c_{\max} = f/m \leq 1$ . Puisque  $D_T^{(1)} = 0$  dans le cas considéré, nous pouvons faire apparaître un paramètre  $c_0$  tel que pour  $c_0 < c < c_{\max}$ ,  $D_T^{\text{eff}} = 0$ . Nous avons par ailleurs  $m \geq 1/2 + |f - 1/2|$ . Le « sommet » de la courbe enveloppe correspond au modèle GSCS à trois phases classique (JOANNÈS et HERVÉ-LUANCO, 2016).

### 3.4.2 Extension du modèle à la mécanique

Dans le cadre des travaux de thèse de Jennifer BLONDEL (BLONDEL, 2021), le couplage GSCS-MRP précédemment décrit a été étendu à la mécanique. Il s'agissait d'évaluer les modules effectifs transverses<sup>18</sup>, de cisaillement,  $\mu_{23}^{\text{eff}}$ , d'une part et de compressibilité,  $k_{23}^{\text{eff}}$ , d'autre part. Les résultats publiés dans BLONDEL, JOANNÈS et HERVÉ-LUANCO (2020) montrent un couplage entre ces deux paramètres, rendant la résolution du problème implicite. Tout comme dans l'exemple précédent, le modèle a également été simplifié pour s'appliquer au cas 2 phases - 2 motifs à trois paramètres :  $f$ ,  $m$  et  $c$ . Par rapport à la diffusion, la première question soulevée fut l'existence d'un couple  $(m, c)$  unique pour les deux paramètres élastiques étudiés. Pour cela, nous nous sommes appuyés sur des simulations numériques (MEF) en tenant compte des incertitudes par l'application d'outils comme la *portée intégrale*<sup>19</sup>. La FIGURE 3.15 permet de constater que le motif « direct » du modèle à 3 phases (GSCS) ne parvient pas seul à capturer le comportement des microstructures aléatoires représentatives dont l'outil de génération est décrit dans la section suivante. Par méthode inverse, il fut possible d'identifier les couples  $(m, c)$  solutions pour chacun des paramètres élastiques,  $\mu_{23}^{\text{eff}}$  et  $k_{23}^{\text{eff}}$ , sur l'ensemble de la gamme de contrastes positifs de la FIGURE 3.15 (inclusions rigides) et pour différentes fractions

18. Le plan transverse étant  $(O, \underline{e}_2, \underline{e}_3)$ .

19. Présentée en section 2.5.

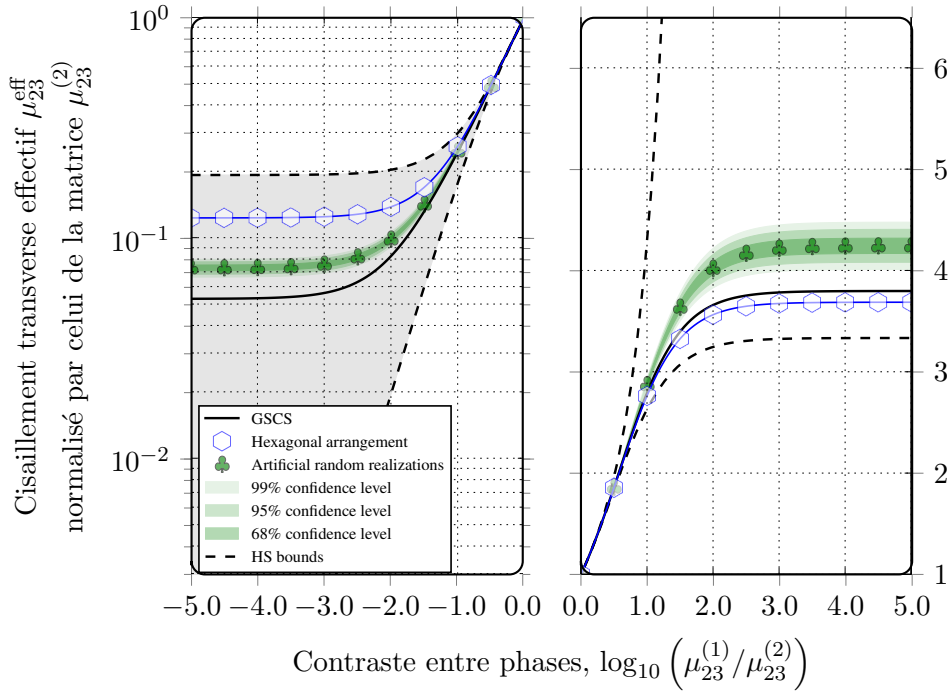


FIGURE 3.15 – Module de cisaillement transverse effectif  $\mu_{23}^{\text{eff}}$  normalisé par le module de cisaillement transverse de la matrice  $\mu_{23}^{(2)}$ , en fonction du contraste entre phases pour une microstructure générée virtuellement. La fraction volumique des inclusions est  $f = 0.6$ ;  $\nu^{(1)} = 0.2$ ,  $\nu^{(2)} = 0.3$ .

volumiques de renfort. Pour  $f$  donnée mais quel que soit le contraste des propriétés entre phases, BLONDEL (2021) a montré qu’il est possible de définir un couple  $(m, c)$  optimisé permettant de prédire avec satisfaction et simultanément  $\mu_{23}^{\text{eff}}$  et  $k_{23}^{\text{eff}}$ . L’étude de sensibilité a fait apparaître que pour rester dans une zone performante robuste, il est néanmoins très profitable de choisir  $c = f$ . Dans ce cas, la résolution reste implicite mais les équations sont nettement plus simples à manipuler.

Compte tenu de ce paramétrage et en se référant aux conditions de contraste de la partie droite de la FIGURE 3.15, l’erreur la plus grande pour  $\mu_{23}^{\text{eff}}$  est commise pour le plus fort ratio de contraste à  $10^5$  et est de l’ordre de 5 %; alors que le modèle GSCS conduit à une erreur de plus de 8 % dans les mêmes conditions. Pour  $k_{23}^{\text{eff}}$  (non présenté sur la figure), l’erreur commise pour le plus fort ratio de contraste à  $10^5$  est inférieure à 1 %, ce qui est beaucoup plus faible que le modèle GSCS qui conduit à une erreur de l’ordre de 8 % également, dans les mêmes conditions. La question sur l’unicité du couple  $(m, c)$  s’est ensuite posée en élargissant le contexte de la mécanique au problème de transport décrit précédemment. Le travail de BLONDEL (2021) a permis de valider cette hypothèse : en choisissant  $c = f$  et en utilisant la valeur de  $m$  a priori optimisée pour la mécanique, il est possible de prédire avec justesse les valeurs de  $\mu_{23}^{\text{eff}}$ ,  $k_{23}^{\text{eff}}$  mais également  $D_T^{\text{eff}}$ .

L’identification de  $m$  reste aujourd’hui l’enjeu principal de ce travail et comme nous avons pu l’indiquer dans la section 3.2, le recours au covariogramme géométrique semble une voie très prometteuse. La présente approche est tout à fait appropriée

pour prendre en considération les différentes microstructures illustrées en chapeau de ce chapitre (FIGURE 3.1). Dans ROJEK (2020), la méthode a par exemple été employée pour modéliser la porosité aux différentes échelles de l'enveloppe composite du réservoir hyperbare abordé plus haut. L'application aux composites hybrides<sup>20</sup> est également une perspective d'application très intéressante.

### 3.5 Calibrer les modèles et quantifier les incertitudes

Comme nous avons déjà pu le souligner, les approches à champs complets et à champs moyens sont complémentaires. Dans les différentes démarches décrites dans ce chapitre, les simulations par éléments finis (i) permettent de mieux comprendre les phénomènes microstructuraux, (ii) rendent possible l'évaluation de paramètres difficilement accessibles expérimentalement et (iii) légitiment certaines hypothèses adoptées dans les modèles à champs moyens. Mener une simulation à champs complets nécessite cependant une représentation explicite de la microstructure. Des images de référence doivent donc être obtenues en microscopie optique, microscopie électronique à balayage ou encore via la tomographie aux rayons X. Le post-traitement de ces données est complexe mais indispensable comme cela est précisé dans la première section de ce chapitre (cf. 3.2). Afin de garantir une précision suffisante aux simulations, le nombre d'images réelles à traiter devient vite insurmontable. L'automatisation n'est en effet guère envisageable que pour une infime partie des étapes de recueil des données. L'outil de *génération de microstructures virtuelles représentatives* vient alors en support, pour « compléter » la base de donnée initiale.

C'est cet outil numérique qui illustre dans un premier temps le quatrième et dernier pilier de ce chapitre : les « approches stochastiques ». En effet, sans cet outil, il serait aujourd'hui bien difficile de réduire les incertitudes sur un certain nombre de paramètres liés au comportement transverse des matériaux composites. Les images virtuelles générées en sortie peuvent facilement être exploitées via la MEF ou la FFT comme nous le verrons dans un second temps.

#### 3.5.1 Générer des microstructures virtuelles représentatives

La section transverse d'un composite UD présente une distribution aléatoire de disques sans chevauchement et il est a priori aisé d'envisager la génération numérique de telles microstructures. Deux principaux problèmes se posent néanmoins : (i) la représentativité des microstructures générées, en terme de « désordre » et (ii) la possibilité d'atteindre les fractions volumiques élevées observées au sein des microstructures réelles. La littérature est relativement abondante sur ce sujet<sup>21</sup> et les modèles les plus communs sont les algorithmes de type *random sequential adsorption* et *Strauss/hard-core*. Ces approches qui consistent à placer les disques un à un, plafonnent cependant, respectivement,

20. Voir RAJPUROHIT (2020).

21. Un état de l'art est proposé dans POULET (2017) dont ce paragraphe s'inspire largement.



à 30 % et 55 % en fraction surfacique<sup>22</sup> de disques (BURYACHENKO *et al.* 2003). Au prix d'importants temps de calculs, les quelques améliorations parfois proposées ne permettent pas de pousser la fraction de disques au delà de 60 %. Parmi les auteurs qui se sont intéressés aux fractions plus élevées, l'approche inspirée du billard<sup>23</sup> de LUBACHEVSKY et STILLINGER (1990) et LUBACHEVSKY (1991) est sans nul doute la plus efficace. Des disques, de rayons initiaux nuls, sont distribués sur une surface suivant un processus ponctuel de Poisson. A chaque disque (germe) sont attribués une direction aléatoire, une vitesse de déplacement et un régime de croissance. Les disques sont mis en mouvement et les rayons augmentent progressivement. Ils peuvent entrer en collision sous la forme d'un choc élastique et se repousser mutuellement. Cette stratégie permet en outre de gérer la périodicité géométriques aux frontières de la cellule en transformant toute « sortie » de disque en « arrivée » sur la frontière opposée. L'implémentation de Pierre-Alexis POULET (POULET, 2017) s'est amplement appuyée sur celle de GHOSSEIN et LÉVESQUE (2012). Les pas du calcul sont calés sur la détection des collisions; plus la fraction volumique à atteindre est élevée, plus le temps de simulation est grand<sup>24</sup>.

L'implémentation de POULET (2017) s'est enrichie des contributions de ROJEK (2020) et BLONDEL (2021) mais surtout, plus récemment, de HOURDOU (2022)<sup>25</sup>. Une illustration des étapes de l'algorithme est présentée en FIGURE 3.16.

Parmi les principales évolutions et améliorations du code initial, nous pouvons relever (i) l'affectation de « masses » aux inclusions pour créer des zones d'exclusions (zones riches en matrice ou porosités), (ii) la gestion de plusieurs populations d'inclusions (composites UD hybrides) et (iii) la constitution de zones d'interphases. Il va sans dire que la sortie des simulations peut être une image au format *matriciel*, compatible avec les techniques FFT, ou *vectoriel* facilitant – a priori – les étapes de maillage nécessaires à la MEF. Dans (BLONDEL, 2021), nous avons pu mettre en application (sous la forme d'une collaboration) une méthode originale basée sur la morphologie mathématique (N'GUYEN, 2014). La triangulation morphologique proposée dans N'GUYEN (2014) s'applique directement sur les images matricielles et permet de s'affranchir de certaines difficultés qui incombent à la plupart des outils plus conventionnels de maillage.

### 3.5.2 Calibrer les modèles : MEF *vs* FFT

La *calibration des modèles* à champs moyens et la *quantification des incertitudes* associées nécessitent de simuler le comportement d'un nombre suffisant de microstructures représentatives. Les techniques à champs complets utilisées se doivent alors de pouvoir être exécutées facilement tout en limitant les temps de calcul. Depuis les travaux

22. Équivalent à la fraction volumique pour un composite UD.

23. Ou de la dynamique moléculaire.

24. Il n'est cependant pas nécessaire de recourir à une telle simulation si la *compaction maximale* est souhaitée.

25. Algorithme entièrement re-implémenté sous Python avec gestion décentralisée des versions, permettant à tous les doctorants du Centre des Matériaux intéressés de contribuer au code (disques en 2D et sphères en 3D). Couplage direct et facilité avec le code Z-Set.

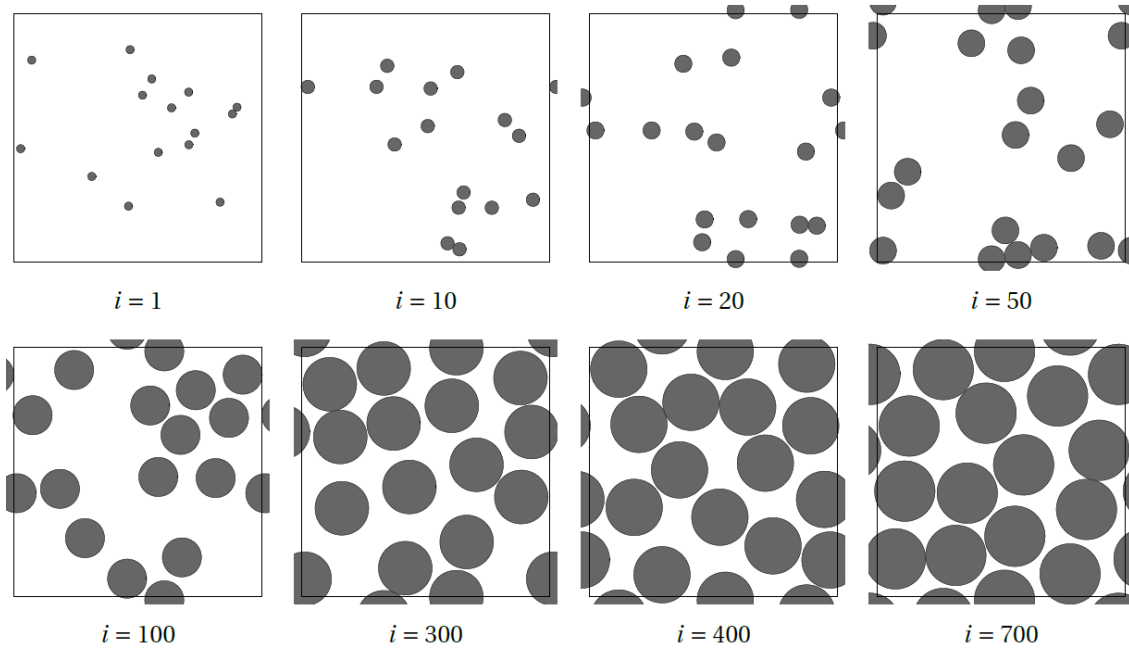


FIGURE 3.16 – Illustration de la génération de microstructures à différentes étapes pour 15 disques de mêmes diamètres. La valeur de  $i$  indique le nombre de collisions traitées et donc le nombre d'itérations. Le cadre délimite les frontières de la cellule et la périodicité géométrique est respectée (POULET, 2017).

fondateurs de MOULINEC et SUQUET (1994) et MOULINEC et SUQUET (1998), les méthodes d'homogénéisation basées sur la FFT n'ont cessé de gagner en popularité. Ces méthodes s'imposent aujourd'hui comme un outil très efficace pour traiter des microstructures complexes numérisées (SCHNEIDER, 2021). Pour de tels problèmes, il n'est pas rare d'entendre que la FFT tend à supplanter la MEF, méthode qui a largement progressé et a fait ses preuves depuis plus de soixante ans (CLOUGH, 2004).

Avec pour objectif la prédiction des propriétés effectives de centaines de microstructures représentatives, faut-il poursuivre sur la voie de la MEF ou faut-il adopter la FFT ? Dans le cadre des travaux de POULET (2017) puis BLONDEL (2021), nous avons sollicité l'aide de François WILLOT<sup>26</sup> pour expérimenter ces techniques et nous aider à y voir plus clair sur les avantages et inconvénients des deux méthodes. En dehors de la première discrétisation de MOULINEC et SUQUET, la discrétisation proposée dans WILLOT (2015) est devenue le schéma standard pour les méthodes d'homogénéisation basées sur la FFT (SCHNEIDER, 2021). Il s'agissait donc de prédire les propriétés mécaniques effectives en tenant compte d'une large gamme de conditions : fractions volumiques, contrastes entre phases, etc. La FFT, méthode également utilisée dans GHOSSEIN et LÉVESQUE (2012), présente en effet de nombreux avantages par rapport à la MEF. En particulier, la FFT ne nécessite pas le support d'un maillage et s'applique directement sur les images matricielles binarisées ; une simplicité et un gain de temps très appréciable. Aujourd'hui, la FFT permet en outre de traiter des problèmes complexes autrefois réservés à la MEF comme la non-linéarité des comportements ou la propagation de fissures.

26. Centre de Morphologie Mathématique de l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris.

Tout en restant dans le cadre de l'élasticité linéaire anisotrope, il a ainsi été possible de comparer les performances des deux méthodes. Le principal obstacle rencontré pour la FFT fut le contraste des propriétés. Pour des contrastes raisonnablement représentatifs de matériaux composites à matrices organiques, la FFT comme la MEF produisent des résultats identiques avec un avantage certain pour la FFT compte tenu de la simplicité de la mise en œuvre<sup>27</sup>. Lorsque les contrastes s'approchent de  $1 \times 10^4$ , la FFT décroche avec un nombre d'itérations prohibitif par rapport à la MEF<sup>28</sup>. C'est un problème bien connu (WILLOT, 2015) mais qui reste aujourd'hui un frein pour ce type d'applications. Nous avons pu noter une seconde limitation, si la MEF comme la FFT permettent d'accéder aux champs locaux, le maillage de la MEF offre l'avantage de pouvoir adapter le raffinement local en fonction des besoins. Le raffinement d'une image matricielle implique un traitement d'ensemble qui alourdit considérablement le problème.

Il n'y a ni vainqueurs ni vaincus, chaque méthode conquiert son audience et apporte son lot de résultats. Au delà de l'objectif premier de *calibration des modèles micromécaniques à champs moyens*, s'il est une chose que ce travail m'a enseignée, c'est la persévérance et le fait de ne rien tenir pour acquis : la *convergence stochastique* peut être difficile à obtenir.

---

27. Les schémas de résolution étant implémentés et disponibles.

28. La MEF n'est pas sensible au contraste des propriétés entre phases et le temps de résolution reste donc identique quel que soit ce contraste.



# 4

## Comportement mono-filamentaire des renforts fibreux

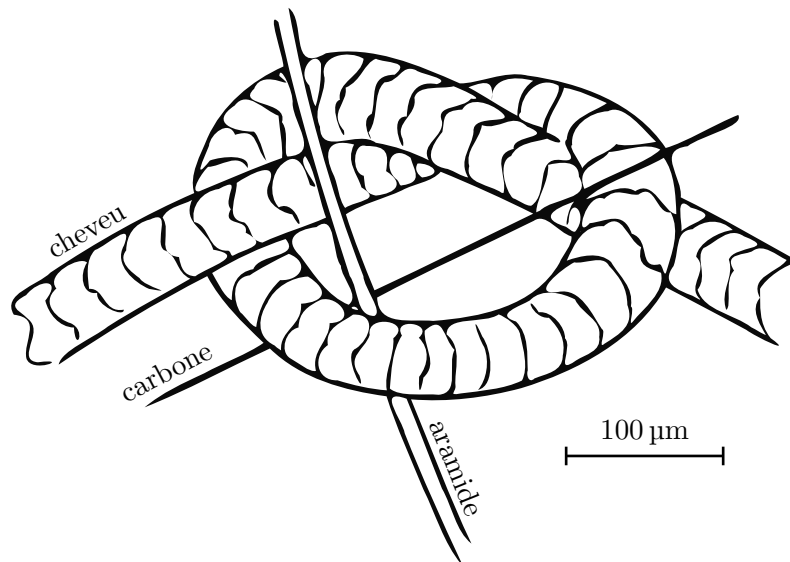


FIGURE 4.1 – Illustration schématique d’une fibre d’aramide et d’une fibre de carbone passant par un nœud réalisé sur un cheveu. Ce dessin montre les très petits diamètres des fibres artificielles sur lesquelles porte ce chapitre. Les fibres de carbone, à 6 µm de diamètre, sont une dizaine de fois plus fines que les fibres capillaires. Le diamètre apparent de 12 µm des fibres d’aramide correspond quant à lui à la taille d’un leucocyte (A. R. BUNSELL, JOANNÈS et THIONNET, 2021). © Joannès

### 4.1 Contexte et enjeux des travaux menés à l’échelle mono-filamentaire

Les fibres<sup>1</sup> font partie intégrante de tous les êtres vivants, des brins torsadés de l’ADN aux structures fibreuses complexes qui composent les plus grands mammifères. Il en va de même du monde végétal qui exploite au mieux cette géométrie si particulière et qui confère

1. Le terme *fibre* recouvre plusieurs réalités suivant le domaine considéré et ici utilisé au sens d’un élément fin, très long et flexible.

aux plantes élasticité et résistance. « Je plie, et ne romps pas. <sup>2</sup> » nous enseigne le roseau ! La vie sur Terre a évolué en assemblant des fibres et des composites fibreux pour former des matériaux complexes dotés d'un large éventail de propriétés. Si les composites m'ont rapidement conquis pendant mes premières années d'études scientifiques, la découverte du *monde des fibres* (REIS, VIAN et BAJON, 2006) et de leurs incroyables performances fut pour moi une rencontre formidable. Pour tout novice dans l'univers si particulier des fibres, la réalisation d'expérimentations sur des cellules unitaires ou des mono-filaments – une dizaine de fois plus fin que les cheveux – est une véritable gageure (FIGURE 4.1). Qui a fait de même, sait combien de patience il faut pour rassembler la quantité de données nécessaires à la conduite d'une étude. Cela forge une certaine affinité avec le matériau.

La caractérisation des fibres unitaires couvre de nombreux besoins, allant d'une acquisition de connaissances sur une nouvelle fibre au suivi qualité d'une production en passant par une comparaison de performances entre fournisseurs. Ma contribution à l'échelle des fibres de renfort, endurant des chargements complexes au sein des structures, vise essentiellement à mieux comprendre leur comportement.

Comment *bien appréhender le comportement mono-filamentaire* ? Cette première question **matériau** entame le débat et vise notamment à étudier le comportement ainsi que les évolutions micro-macro d'une fibre unitaire d'aramide. Il s'agit d'apporter des éléments de réponse aux questions suivantes : Quels sont les seuils d'utilisation permettant de conserver les performances de la fibre ? Lors d'une sollicitation thermo-mécanique, quelles sont les modifications structurales induites ? Quelle est la contribution de la structure cœur-peau lors d'une sollicitation mécanique transverse ? Le chapitre se poursuit avec une vision davantage **mécanique** visant à *accéder aux propriétés anisotropes des fibres d'aramide*. Dans la section suivante, nous mettons de côté l'aramide pour nous tourner vers des fibres deux fois plus fines, en carbone. Il s'agit ici mettre à profit les **méthodes numériques** pour remonter aux sources d'incertitudes expérimentales et évaluer l'influence de l'échantillonnage lors de la caractérisation. Un *focus sur la distribution des propriétés à rupture* des fibres de carbone est donc proposé. Produire des données fiables destinées à dimensionner les réservoirs hyperbares est essentiel. Enfin, ces données sont analysées sous l'angle bayésien pour le dernier pilier de la démarche : les **approches stochastiques**. L'inférence bayésienne est particulièrement profitable pour l'évaluation des risques de défaillance en remontant les échelles.

μ

μ

μ

μ

## 4.2 Bien appréhender le comportement mono-filamentaire

Les *activités fibres* du Centre des Matériaux ont été initiées à la fin des années 70 par Anthony BUNSELL et l'aide précieuse de techniciens et ingénieurs de talent. Les moyens expérimentaux du « laboratoire fibres », que nous dénommerons SFT<sup>lab</sup> par simplicité <sup>3</sup>, sont développés et spécifiquement instrumentés pour réaliser des essais thermo-mécaniques

2. J. DE LA FONTAINE. *Fables de La Fontaine*. livre I. 1668.

3. SFT est l'acronyme de *Single Fibre Test*.

sur fibres unitaires. En complément, des moyens d'observation et d'analyse sont d'une aide précieuse pour apprécier les relations microstructures/propriétés à l'échelle de la fibre unitaire. Les travaux sur les fibres d'aramide, objet des deux premières sections de ce chapitre, ont été entrepris en 2010<sup>4</sup>. Depuis cette date, les études se sont succédées en partenariat avec l'entreprise MICHELIN dont deux thèses, WOLLBRETT-BLITZ (2014) et RICHARD (2021), ainsi que plusieurs stages dont LARQUET (2015) et DELCROIX (2016).

Les fibres d'aramide, ou plus distinctement de *para-aramide*, sont des polyamides aromatiques souvent connues du grand public sous l'appellation de Kevlar<sup>®</sup><sup>5</sup>. Ce matériau, associant une remarquable rigidité à une bonne tenue en température est utilisé sous forme de fibres continues ou courtes dans diverses applications comme dans les gilets pare-balles, airbags ou encore le renforcement des pneumatiques. C'est cette dernière application qui est ici considérée et qui illustre le premier volet « matériau » de mes activités mono-filamentaires. Ainsi, la fibre d'aramide est intégrée à l'architecture du pneumatique sous la forme d'un fil torsadé, le *retors*. En service, chaque fibre subit des sollicitations multi-axiales répétées et des cycles thermiques importants à l'origine de modifications structurales et d'une évolution des propriétés mécaniques. Les performances mécaniques de la fibre d'aramide sont intimement associées à sa structure multi-échelle complexe.

La démarche adoptée met en œuvre des techniques d'analyses pluridisciplinaires, allant de la caractérisation microstructurale ou morphologique (microscopie optique et électronique, DRX, Raman), analyses thermiques (ATG, DSC), thermo-mécaniques (essais longitudinaux et transverses) jusqu'à la simulation numérique (MEF).

#### 4.2.1 Morphologie et microstructure de la fibre para-aramide

La microstructure de la fibre para-aramide est intimement liée au procédé de filage par lequel la fibre est obtenue. Il s'agit d'un procédé par voie humide en jet sec, appelée « Dry Jet Wet Spinning » et inventée par BLADES (1973). Un cristal liquide lyotrope de PPTA, poly(p-phénylène-téréphtalamide), est soumis à une extrusion capillaire dont le diamètre est très fin (50  $\mu\text{m}$  à 100  $\mu\text{m}$ ). Du fait de la forte pression et sous l'effet de la contrainte de cisaillement lors du passage dans le capillaire, les macromolécules du polymère s'orientent naturellement dans le sens de l'écoulement. Cette orientation est accentuée par un court passage à l'air libre de l'extrudat avant qu'il soit immergé dans un bain de coagulation composé d'eau à 8 °C. Ce trempage permet de dissocier le solvant du polymère qui prend alors sa forme fibreuse en se solidifiant, tout en conservant l'orientation des macromolécules. Il en résulte une microstructure complexe et fortement orientée qui a été abondamment étudiée dans la littérature : plusieurs modèles d'organisation interne ont été proposés à différentes échelles, de la structure moléculaire à l'arrangement des

---

4. La première thèse sur le sujet pour le SFT<sup>lab</sup> est celle de LAFITTE (1981) sur le Kevlar<sup>®</sup> 29, moins de dix ans après sa commercialisation.

5. Les fibres de para-aramide sont commercialisées sous le nom de Twaron<sup>®</sup> par Teijin Aramid ou Kevlar<sup>®</sup> par DuPont<sup>™</sup>, pour ne citer qu'eux. Par simplicité nous considérons dans ce mémoire que le terme « aramide » se réfère uniquement à la structure « para-aramide » mais bien d'autres aramides existent.

crystallites dans le volume de la fibre. Une synthèse bibliographique de l'organisation de la fibre para-aramide est notamment proposée dans les travaux de thèse de WOLLBRETT-BLITZ (2014). Un schéma de synthèse (FIGURE 4.2), inspiré de l'analyse de WOLLBRETT-BLITZ (2014) et enrichi des recherches de RICHARD (2021), permet de récapituler les principales caractéristiques morphologiques de la fibre para-aramide :

- ① La fibre para-aramide a un diamètre apparent d'environ 12  $\mu\text{m}$ . La surface de la fibre est globalement lisse mais quelques défauts ponctuels peuvent néanmoins être présents. Le plus souvent, des poussières, des aspérités ou des rayures et plus rarement des fibrilles qui se détachent du corps de la fibre.
- ② En pénétrant sous la surface de la fibre, une zone de *peau* de l'ordre du micromètre est présente.
- ③ La peau est constituée de macromolécules très étirées et alignées dans la direction longitudinale de la fibre. Les bouts de chaînes sont répartis de manière aléatoire et ne se regroupent pas comme dans la zone de *cœur*. Cette structure cœur-peau fut proposée pour la première fois par PANAR *et al.* (1983).
- ④ Dans le cœur, la structure radiale est parfois observée en microscopie selon les conditions de préparation et d'observation.
- ⑤ Toujours dans le cœur, les macromolécules se regroupent pour former des cristallites délimitées par des zones de concentration de bouts de chaînes (entre les blocs « noirs » sur le schéma). Les cristallites qui composent la fibre se regroupent sous forme de macro-fibrilles (zone rouge sur le schéma) d'environ 500 nm à 600 nm de largeur. Ces macro-fibrilles sont en réalité composées de micro-fibrilles, environ dix fois plus fines (GAO *et al.* 2020 ; ROENBECK *et al.* 2017 ; REBOUILLAT, PENG et DONNET, 1999) et sont reliées entre elles par des *fibrilles liens*.
- ⑥ Dans le volume de la fibre, les cristallites s'organisent radialement dans la section transverse et forment des feuillets plissés dans l'axe de la fibre. La largeur d'un feuillet est de l'ordre de 250 nm (PANAR *et al.* 1983). Cette structure en feuillets plissés est parfois rendue visible en microscopie optique.
- ⑦ Peu d'études ont été menées quant à la zone de transition entre la peau et le cœur de la fibre. Quelques auteurs comme MORGAN, PRUNEDA et STEELE (1983) considèrent la présence d'impuretés, d'autres de molécules d'eau piégées (KNOFF, 1993) ou encore de microvides formés lors de la mise en œuvre (DOBB et ROBSON, 1990). La taille de ces microvides (ou porosités) a été estimée à une dizaine de nanomètres par certains auteurs (LEE, BARTON JR. et SCHULTZ, 1995 ; KONOPASEK et HEARLE, 1977) et autour de 15 nm par DOBB et ROBSON (1990). La création des vides proviendrait du retrait des impuretés, la concentration en vides serait alors plus importante en s'approchant de la surface.



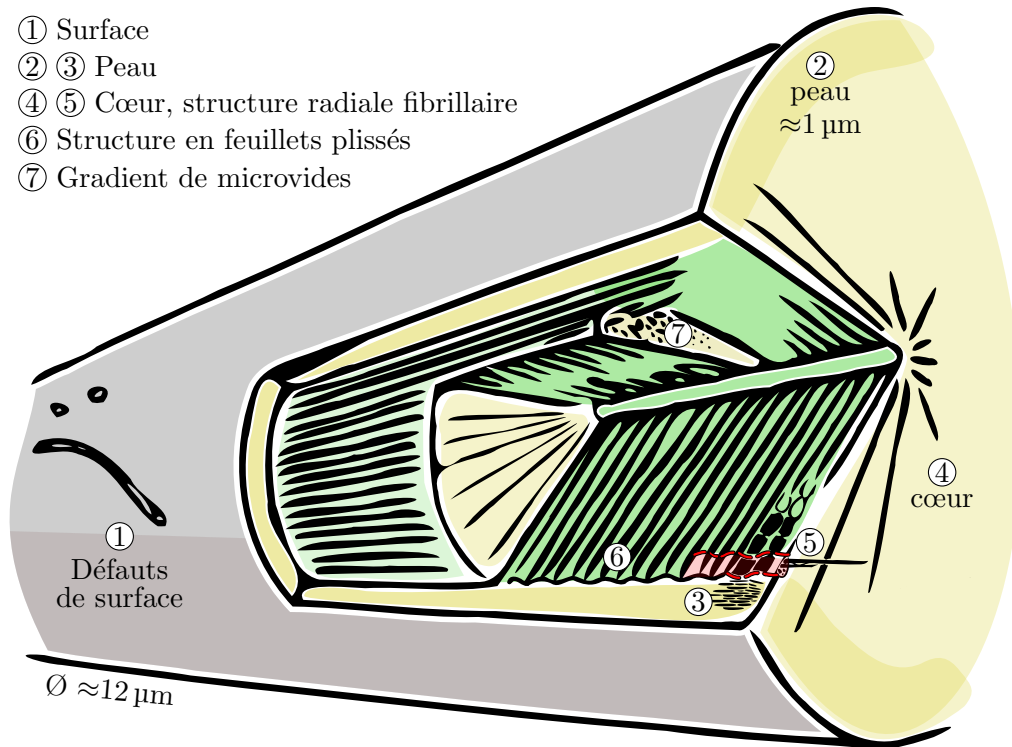


FIGURE 4.2 – Schéma récapitulatif de la structure fibrillaire multi-échelle de la fibre para-aramide. D'après WOLLBRETT-BLITZ (2014) et RICHARD (2021). © Joannès

#### 4.2.2 Comportement thermo-mécanique longitudinal en chargement monotone et cyclique

Comme cela est visible sur la FIGURE 4.2, la fibre de Kevlar<sup>®</sup> 29 présente une anisotropie très marquée. Par la mise en œuvre de multiples techniques d'analyses complémentaires, les travaux de thèse de Judith WOLLBRETT-BLITZ (WOLLBRETT-BLITZ, 2014) ont permis de relier les mécanismes internes au comportement mécanique de la fibre unitaire de Kevlar<sup>®</sup> 29. Ainsi, la FIGURE 4.3 reproduit une courbe typique de montée en charge d'une fibre unitaire de Kevlar<sup>®</sup> 29 en y associant les principaux résultats d'analyses obtenus.

A la mise en charge, le glissement des chaînes et la mise en place des macromolécules se traduit par l'effacement des contraintes internes<sup>6</sup> de compression et l'élongation des liaisons transverses débute. Les chaînes macromoléculaires sont sollicitées en compression et les cycles aromatiques en traction. Entre 1.5% et 2% de déformation nominale, l'élongation du squelette carboné engendre une réorganisation macroscopique des chaînes. Cela se traduit par une augmentation significative du module tangent qui passe de 84 GPa en pied de courbe à plus de 95 GPa avant la rupture.

En condition d'usage au sein du pneumatique, la fibre d'aramide endure des cycles thermo-mécaniques répétés qui peuvent conduire à une altération des performances de par l'altération de la microstructure. Dans WOLLBRETT-BLITZ (2014), les essais

6. La micro-spectroscopie Raman semble mettre en évidence la présence de contraintes résiduelles engendrées par le procédé de mise en œuvre.

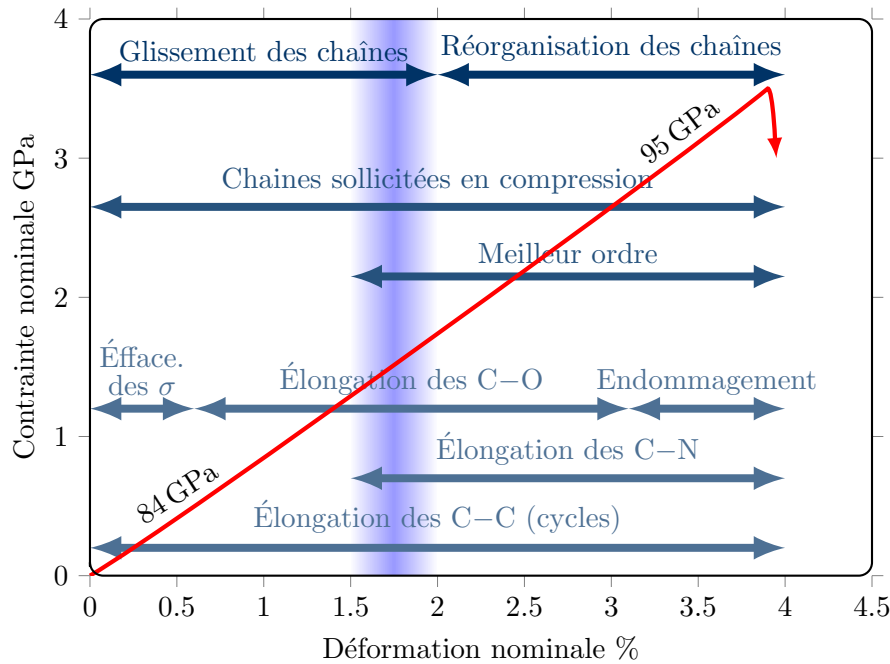


FIGURE 4.3 – Synthèse des micro- et macro-mécanismes de déformation au sein de la fibre d'aramide en fonction de la déformation nominale macroscopique lors d'un essai de traction monotone sur une fibre de Kevlar® 29. De bas en haut, les mécanismes regroupés par couleurs : à l'échelle de la liaison atomique, à l'échelle de plusieurs liaisons (mouvements collectifs) et à l'échelle macroscopique de la fibre unitaire. La zone verticale bleue indique un rupture de pente sur la courbe de traction. D'après WOLLBRETT-BLITZ (2014).

longitudinaux cycliques ont permis de mettre en avant la dissipation énergétique et y relier les mouvements moléculaires associés. Les essais menés à différentes contraintes maximales ont permis de déceler une contrainte seuil entre 1200 MPa et 1800 MPa. Ce seuil correspond à la zone de rupture de pente observé lors d'un essai de traction monotone (FIGURE 4.3). En-dessous du seuil, seul le module longitudinal est modifié par le cyclage mécanique (augmentation d'environ 15%). Au dessus du seuil, le module longitudinal tangent augmente davantage (30%) et une légère augmentation de la contrainte à rupture est également observé (14%) et ce, indépendamment de la contrainte maximale appliquée. La différence de comportement observée en-deçà et au-delà du seuil peut être associée aux mouvements moléculaires en jeu. En dessous du seuil, la compression des chaînes est le mécanisme majoritaire et hormis l'augmentation du module tangent, les propriétés mécaniques longitudinales ne sont pas affectées. Ce phénomène est associé à une dissipation énergétique partiellement recouvrable. Au dessus du seuil, l'élongation des chaînes apparaît comme un processus favorable aux propriétés mécaniques longitudinales mais limite les mouvements moléculaires induisant une diminution de l'énergie dissipée.

Le travail de thèse de Clotilde RICHARD (RICHARD, 2021) a permis de corroborer ces analyses et les compléter. RICHARD (2021) a suivi l'essai de traction *in situ* sous MEB via un dispositif de l'École Supérieure de Physique et de Chimie Industrielles de la ville de

Paris partenaire de l'étude. À partir d'une déformation, évaluée proche de la déformation à rupture de la fibre, il est possible d'observer l'initiation de fissures transverses, réparties sur toute la longueur sollicitée. Le processus de fissuration paraît relativement lent et stable. La rupture finale de la fibre semble systématiquement correspondre à une ouverture de l'ordre de  $2\ \mu\text{m}$  à  $3\ \mu\text{m}$  de ces fissures. La rupture est par ailleurs très fibrillaire. Le caractère fragile apparent de la fibre correspond en réalité à un endommagement généralisé qui se développe bien en amont de la rupture.

### 4.2.3 Apport du MEB-FIB (*Focus Ion Beam*)

Les microscopes électroniques à balayage équipés d'une sonde ionique focalisée (MEB-FIB) sont des instruments particulièrement propices à l'analyse de la morphologie et de la microstructure des fibres unitaires. Le faisceau focalisé d'ion Gallium permet notamment de sectionner les fibres en révélant la microstructure sous-jacente. Dans le cadre du stage de DELCROIX (2016), nous avons pu accéder au MEB-FIB du laboratoire MSS-Mat<sup>7</sup>. Plusieurs fibres de para-aramide ont ainsi pu être observées après avoir été « découpées » par le faisceau ionique. La FIGURE 4.4 présente l'une des sections réalisées avec une mise en évidence de la structure radiale. Ce travail exploratoire a permis de vérifier le potentiel de la technique pour pré-entailler la fibre comme dans HERRÁEZ *et al.* (2016) ou plus récemment AHIN *et al.* (2020). Le challenge est grand mais mieux qu'une entaille, le micro-usinage permettrait de mieux appréhender les interactions entre le cœur et la peau des fibres de para-aramide. Nul doute que les prochaines avancées et découvertes sur les fibres viendront par la voie de l'observation aux échelles les plus fines ; observations rendues possibles par de nouveaux instruments comme le MEB-FIB.

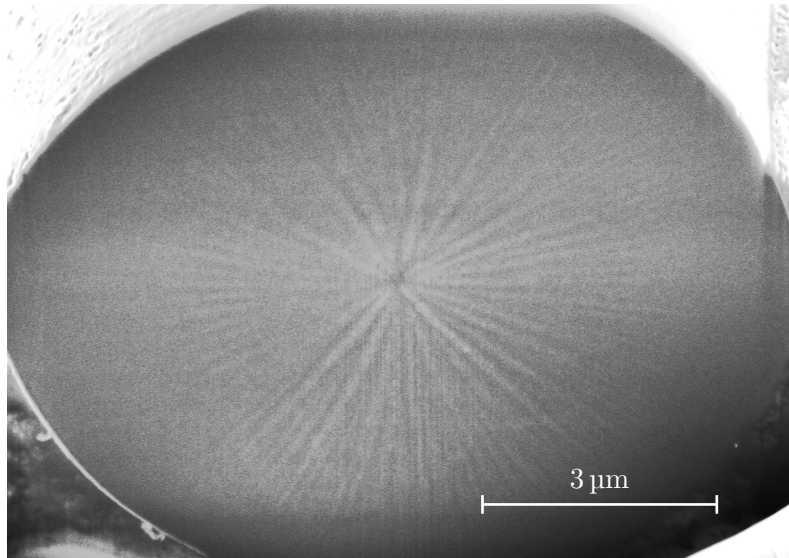


FIGURE 4.4 – Section transversale d'une fibre de para-aramide observée au MEB après découpe au FIB. Cette technique met clairement en évidence la structure radiale.

<sup>7</sup>. Laboratoire de Mécanique des Sols, Structures et Matériaux de CentraleSupélec aujourd'hui situé à Gif-sur-Yvette

### 4.3 Accéder aux propriétés anisotropes des fibres

Comme nous venons de le voir, les sollicitations longitudinales apparaissent plutôt favorables à la fibre d'aramide mais les chargements en service sont complexes et multi-axiaux. Il est donc fondamental de ne pas s'en tenir aux observations en tension longitudinale pour raisonner. Si le volet « matériau » précédent a permis de mettre en lumière les relations microstructures-propriétés longitudinales, les propriétés anisotropes<sup>8</sup> sont ici abordées sous l'angle de la « mécanique ».

Aussi, nous nous intéressons dans cette section à la mise en œuvre d'un essai de compression diamétrale à l'échelle de la fibre unitaire. Cet essai a permis de caractériser les propriétés transverses de la fibre de para-aramide et à fait l'objet de la publication WOLLBRETT-BLITZ *et al.* (2016) dont la présente section s'inspire.

#### 4.3.1 L'essai Brésilien de compression diamétrale appliqué à une fibre unitaire

L'essai Brésilien décrit au chapitre précédent pour un jonc de 8 mm de diamètre est ici appliqué à une fibre unitaire 500 à 600 fois plus fine. Un état de l'art de la compression diamétrale sur fibre unitaire est donné dans WOLLBRETT-BLITZ *et al.* (2016). Depuis la seconde moitié des années 60, les ingénieuses solutions expérimentales proposées par les pionniers, n'ont cessées d'être améliorées. Les publications sur ce thème sont plutôt rares et plus encore davantage, celles qui font état d'une innovation expérimentale permettant de réduire les nombreuses sources d'incertitudes. Récemment, PLACET *et al.* (2020) ont présenté un dispositif original basé sur un système micro-mécatronique associé à des mesures optiques à l'échelle microscopique.

Dans le cadre des travaux de Judith WOLLBRETT-BLITZ, les expérimentations ont été menées au laboratoire SIMM de l'École Supérieure de Physique et de Chimie Industrielles de la ville de Paris, partenaire sur la thématique « aramide » depuis 2010. Simple en apparence, l'essai de compression diamétrale est un essai particulièrement exigeant. En effet, (i) manipuler des fibres aussi souples et petites est ardu, (ii) assurer le parallélisme des plateaux et la mesure précise du déplacement est un exercice délicat, tout comme (iii) connaître la géométrie exacte de la fibre dans la section comprimée. Le dispositif procède d'un équipement initialement développé pour étudier l'adhésion (*tack test*). Il a été adapté dans le cadre du travail de thèse de Judith WOLLBRETT-BLITZ pour pouvoir effectuer ces essais de compression diamétrale sur fibre unitaire. Le montage expérimental a par ailleurs fait l'objet d'améliorations<sup>9</sup> au cours des travaux de thèse de Clotilde RICHARD (RICHARD, 2021).

La fibre à tester est déposée et fixée à l'aide d'un adhésif, sur un disque de saphir (encastrée dans une lame métallique). Sous cette lame, se trouve un poinçon en inox de 1 mm de diamètre, puis une cellule de charge. L'ensemble poinçon/cellule est contrôlé par un moteur central qui permet de faire monter le poinçon jusqu'à la fibre et de la

8. Dans le cadre de ce chapitre, par « anisotrope », nous entendons essentiellement « transverse ».

9. Résolution de la caméra et perfectionnement des poinçons.

compresser sur la lame de saphir. La position du poinçon est mesurée à l'aide d'une fibre optique située à proximité de la lame de saphir. Trois moteurs latéraux permettent de déplacer le plateau où sont placés la lame de saphir et l'échantillon et assurent le parallélisme. Une caméra est placée au-dessus du dispositif; elle permet d'établir ce parallélisme et visualiser la fibre au cours de l'essai à travers la lame de saphir. La conception de l'appareil a été pensée de manière à assurer un cycle de compression (chargement/déchargement) en évitant toute dérive de déplacement au cours de la procédure expérimentale.

La FIGURE 4.5 illustre le résultat d'un essai de compression diamétrale typique sur une fibre de Kevlar<sup>®</sup> 29. Une mesure systématique de la complaisance du dispositif est réalisée avant et après essai. Cette mesure permet de corriger le signal de déplacement mais également vérifier qu'aucune dérive ne s'est produite durant l'essai sur fibre. Si les deux complaisances sont superposées comme sur la FIGURE 4.5, les données sont validées. Ces essais ont permis de déterminer une limite d'élasticité expérimentale de  $0.25 \text{ N mm}^{-1}$ , à partir de laquelle une déformation résiduelle transverse est observable sur la fibre.

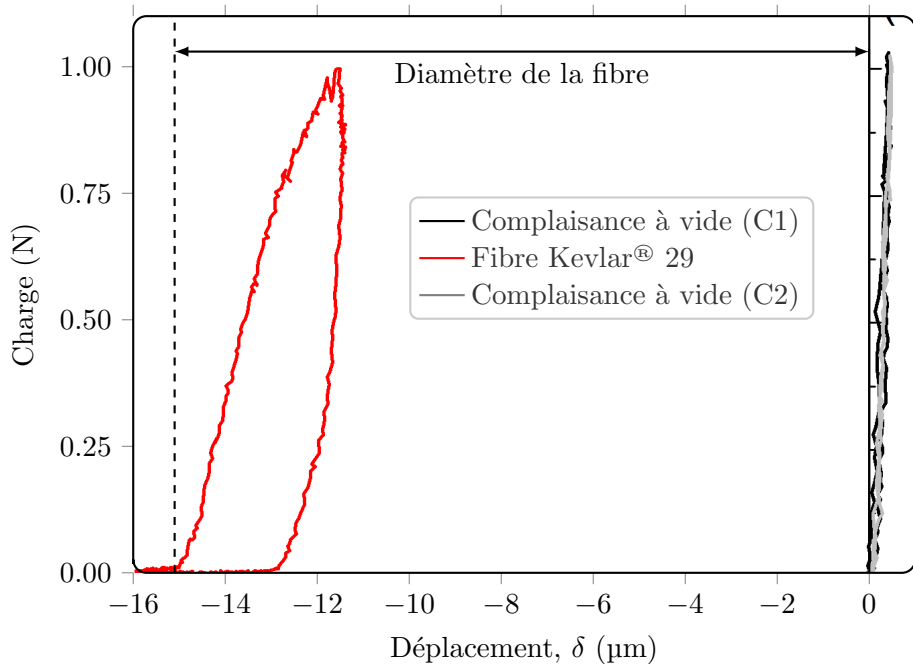


FIGURE 4.5 – Protocole expérimental pour la compression diamétrale : premier test de complaisance (C1) à vide, compression de la fibre puis second test de complaisance (C2) à vide.

Avec l'hypothèse d'une structure homogène, élastique et isotrope transverse, des modèles analytiques peuvent être utilisés pour déterminer le module élastique transverse de la fibre. Bien que les résultats puissent varier en fonction des hypothèses, notamment sur le contact, la conclusion est sans appel :  $E_L \gg E_T$ . Il est cependant délicat de donner une valeur sans s'intéresser à la sensibilité du résultat vis-à-vis des très nombreux paramètres en jeu pendant l'essai : à commencer par (i) le parallélisme entre les plateaux, (ii) la géométrie initiale de la fibre comprimée, (iii) la géométrie et le type de contact et

(iv) les propriétés élastiques du matériau nécessaires à l'utilisation des modèles, pour ne citer que les principaux paramètres. Comme nous le voyons dans les paragraphes à venir, le dépouillement d'un tel essai gagne à être mené à l'aide de l'outil numérique, rendu largement accessible aujourd'hui.

### 4.3.2 L'indispensable expérimentation numérique en mécanique expérimentale

Les modèles théoriques proposés dans la littérature pour analyser l'essai de compression diamétrale sont construits autour d'hypothèses assez fortes. Comme nous venons de le signifier, il est utile de se tourner vers la modélisation numérique pour évaluer la pertinence des hypothèses et de les confronter aux résultats expérimentaux. Les analyses de sensibilité offrent par ailleurs la possibilité de porter nos efforts sur les paramètres dominants, qu'ils soient d'ordre géométrique ou matériau.

Grâce à une analyse par éléments finis reportée dans (WOLLBRETT-BLITZ *et al.* 2016), nous avons pu montrer qu'une structure cœur-peau est nécessaire pour reproduire le comportement de la fibre de Kevlar<sup>®</sup> 29 dans le domaine élastique. En effet, considérer la fibre comme un matériau homogène ne permet pas de reproduire correctement la réponse des essais expérimentaux. Il s'avère alors nécessaire de considérer un matériau biphasique avec une peau évaluée à 1  $\mu\text{m}$ , comme cela peut être parfois observé au MEB, pour un diamètre apparent d'environ 14  $\mu\text{m}$ . Une simulation acceptable est obtenue en considérant un module transverse de cœur de 3 GPa et un module transverse de peau dix fois plus faible. Il est intéressant de noter que la valeur de 3 GPa obtenue pour le cœur est très proche de la valeur rapportée par GRUJICIC *et al.* (2013) en utilisant la simulation moléculaire. En outre, il est intéressant de noter la robustesse des solutions obtenues. En faisant varier les modules de la peau et du cœur autour des valeurs optimisées, il est très difficile de maintenir un bon accord force-déplacement. De même, la valeur obtenue pour le cœur est relativement insensible à la variation d'épaisseur de la peau. Une variation de 10 % de l'épaisseur de la peau n'induit qu'une variation de 5 % sur la prédiction du déplacement (à  $0.25 \text{ N mm}^{-1}$ ), ce qui est typiquement de l'ordre de grandeur de la dispersion expérimentale.

Dans le même esprit, RICHARD (2021) a pu étudier plus spécialement l'ellipticité des fibres de para-aramide. Des mesures expérimentales ont montré une différence entre le grand axe et le petit axe de l'ordre de 15 %. Cette valeur a pu être introduite dans le modèle numérique pour établir que la variation induite sur la réponse est du même ordre de grandeur que le bruit expérimental sur le premier micromètre de compression. De multiples autres paramètres ont été testés et nous avons *in fine* pu conclure que la valeur obtenue pour le module transverse du cœur est relativement robuste. Nous n'en dirons pas autant des propriétés de la zone de peau qui reflète en réalité une mise en contact complexe. Il faut toutefois souligner que le parallélisme entre les plateaux était considéré parfait dans toutes les simulations conduites mais que l'influence de ce paramètre est très certainement grande comme cela a été reporté pour des essais à plus grande échelle. Compte tenu du

dispositif utilisé, le parallélisme est méthodiquement ajusté par l'observation des franges d'interférences qui sont elles-mêmes très sensibles à l'alignement.

Au delà des propriétés élastiques anisotropes, le modèle numérique permet d'accéder à la complexité des champs de déformations et de contraintes dans la section transverse de la fibre. L'étude des champs de contraintes à la limite élastique ( $0.25 \text{ N mm}^{-1}$ ) a permis de faire apparaître une forte hétérogénéité au sein de la fibre comme cela est visible sur la FIGURE 4.6. L'axe de compression comprend les contraintes en absolu les plus importantes. L'interface cœur-peau sur ce même axe apparaît aussi une zone particulièrement critique.

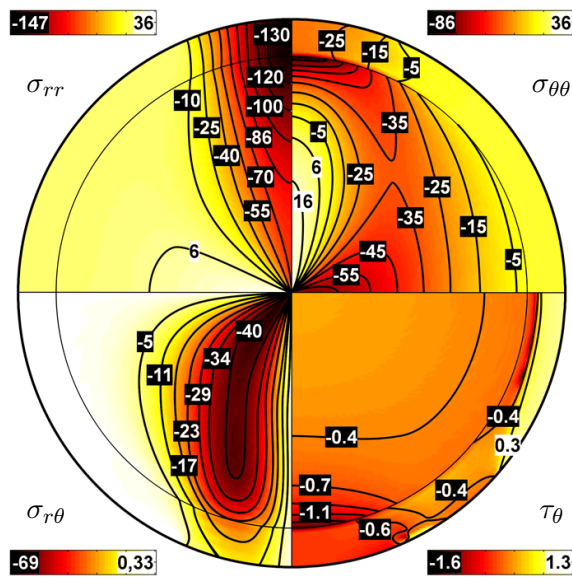


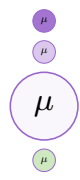
FIGURE 4.6 – Champs de contraintes obtenus en élasticité linéaire pour une charge de  $0.25 \text{ N mm}^{-1}$ .  $\tau_\theta$  désigne la triaxialité des contraintes.

Bien que complexes ces essais de compression diamétrale apportent une très grande quantité d'information et permettent d'orienter nos observations. Les images de la fibre prises lors de la compression diamétrale sont également une source de données intéressantes à exploiter davantage. Les modèles au delà du domaine élastique nécessitent en effet plus de certitudes sur les mécanismes à prendre en considération.

#### 4.4 Focus sur la distribution des propriétés à rupture

De l'aramide des sections précédentes, nous poursuivons ce chapitre avec la fibre noire, régnant presque sans partage sur les applications à hautes performances mécaniques spécifiques<sup>10</sup>. Aussi emblématique qu'elle soit, la fibre de carbone ne représente qu'à peine un quart du volume des fibres synthétiques utilisées. Elle reste néanmoins indispensable pour des applications comme le stockage embarqué hyperbare de l'hydrogène dont il est question maintenant.

10. Au sens des « propriétés spécifiques », i.e. ramenées à la masse volumique.



La quantité d'intérêt est ici la résistance de la fibre, quantifiée via une force voire une contrainte à rupture. Cette résistance est ensuite utilisée dans une modélisation multi-échelles visant à prédire le comportement et la durabilité des réservoirs, ou de toute autre structure exploitant les propriétés du carbone. Il n'est cependant pas approprié de décrire cette résistance par une valeur moyenne ou médiane, car d'une part, elle présente une dispersion considérable et d'autre part, la résistance moyenne diminue avec la longueur de la fibre considérée. La dispersion et la dépendance à la longueur sont dues à la distribution des défauts dans les fibres. Compte tenu de leur très faible dimension transverse, des dizaines de milliers de fibres participent à la tenue mécanique de chaque section du composite<sup>11</sup>. Représenter la réponse stochastique d'une population aussi importante nécessite de mettre en place des outils appropriés de caractérisation et d'analyse des résultats.

Les techniques disponibles pour accéder aux distributions à rupture des fibres ne sont pas nombreuses. En dehors des essais de traction mono-filamentaires dont il sera question ici, il est possible de recourir à la traction sur mèche, aux tests de multi-fragmentations ou à une caractérisation *in-situ* (MESQUITA *et al.* 2022). Ces trois techniques sont séduisantes mais présentent plusieurs inconvénients :

- (i) Grâce à l'émission acoustique, la traction sur mèche permet en théorie de recueillir une très grande quantité de données permettant ainsi de construire la distribution à rupture sur un seul essai. Cependant, si l'alignement des filaments n'est pas homogène et si des frottements subsistent au sein de la mèche, la charge réelle vue par les fibres est variable. Il est par ailleurs impossible de remonter aux contraintes si ce n'est par une moyenne. Les longueurs de jauge considérées sont très grandes, tout comme les incertitudes...
- (ii) Les tests de multi-fragmentations sont attrayant à plusieurs titres : maîtrise de l'alignement, comportement de la fibre plongée dans une matrice<sup>12</sup>, la possibilité sur un seul essai de remonter à des distributions à rupture pour des longueurs de jauges très petites. Outre la difficulté de mise en œuvre, le principal inconvénient de cette technique réside dans la non-représentativité des résultats obtenus. Comme nous le verrons plus tard, une seule fibre, voire même quelques unes, ne peuvent pas représenter la population.
- (iii) Enfin, la caractérisation *in-situ*, sous-entendu en tomographie aux rayons X, ne présente qu'un inconvénient majeure : sa technicité tant en préparation qu'en dépouillement, en passant par l'accessibilité des essais eux-mêmes.

L'essai de traction mono-filamentaire n'est cependant pas exempt d'inconvénients ou de difficultés. Le principal procès qui lui est fait concerne la pertinence des résultats obtenus avec des fibres qui se cassent à l'air libre<sup>13</sup> et non immergées dans une matrice.

---

11. Plus de 12 700 filaments sont contenus dans chaque millimètre carré de section, en considérant une fraction volumique de 60 % et un diamètre moyen apparent de 5  $\mu\text{m}$  par fibre.

12. Cependant pas nécessairement la matrice utilisée dans le composite, notamment dans le cas où elle ne présenterait pas les propriétés optiques nécessaires.

13. Le même problème existe pour les essais sur mèches.



Faire un état des lieux des techniques et confronter ces méthodes était l'un des enjeux du programme ITN FiBreMoD, que j'ai piloté côté École Nationale Supérieure des Mines de Paris. Le travail illustré ici dans le cadre du troisième pilier que sont les « méthodes numériques », correspond plus spécifiquement aux contributions de Faisal ISLAM (ISLAM, 2020). Comme nous le verrons plus en détail dans la quatrième et dernière section de ce chapitre, la distribution à rupture est généralement exprimée sous la forme d'une loi de Weibull à deux paramètres : le *paramètre de forme*, ou *module de Weibull*<sup>14</sup>, qui donne une idée de la dispersion de la taille des défauts dans le matériau, et le paramètre d'échelle qui représente la résistance à laquelle 63.2% des fibres cèdent. En ne considérant que la fibre de carbone T700, les travaux publiés dans la littérature ne s'accordent pas sur les valeurs de ces paramètres. La FIGURE 4.7, publiée dans JOANNÈS, ISLAM et LAIARINANDRASANA (2020), permet de prendre conscience de cet état de fait.

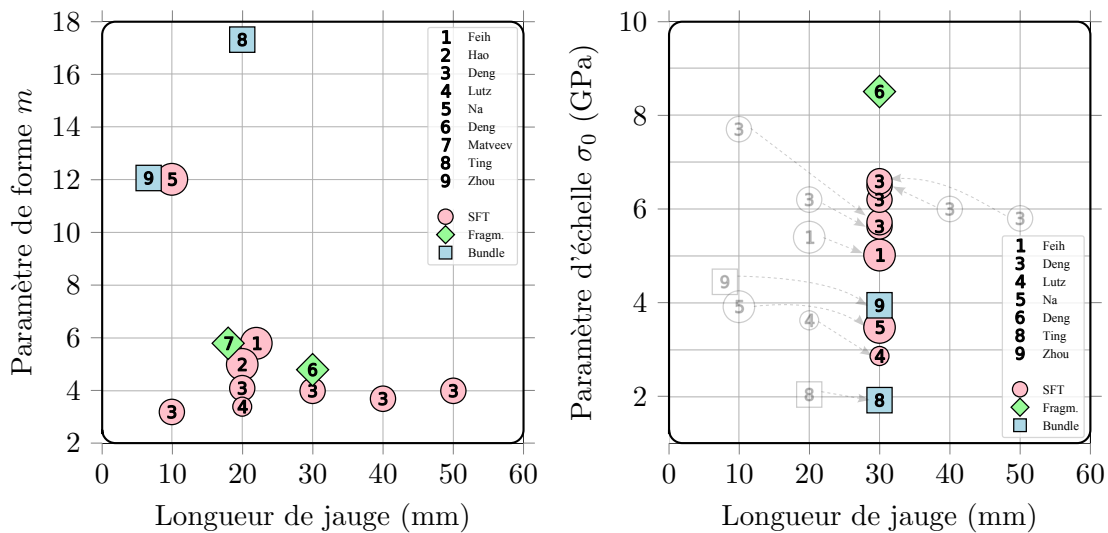


FIGURE 4.7 – Valeurs des paramètres de Weibull pour les fibres de carbone T700 publiées dans la littérature. Se référer à JOANNÈS, ISLAM et LAIARINANDRASANA (2020) pour les références concernées. Les marqueurs en forme de cercle, de losange et de carré représentent respectivement les résultats des essais en traction sur fibres individuelles, des essais de multi-fragmentation et des essais sur mèches. La taille des cercles est proportionnelle à la taille de l'échantillon testé. Les valeurs du paramètre d'échelle ont été normalisées pour une longueur de jauge de 30 mm.

Il est clair que plus la longueur de jauge est faible, plus les variations sont grandes. Le « modélisateur », que nous sommes *in fine*, s'interroge sur la valeur des paramètres à considérer. Ce n'est que la première question d'une série d'autres que je cherche à aborder de manière pragmatique depuis quelques années. Comment distinguer la part de variabilité qui provient du matériau et celle inhérente aux incertitudes de l'expérience elle-même ? Quelle taille d'échantillon faut-il considérer pour diminuer les incertitudes sur la distribution de la résistance<sup>15</sup> à rupture ? Il convient également de se questionner sur

14. Plus il est faible, plus la dispersion est importante.

15. La notion de *contrainte à rupture* d'une fibre est couramment employée ; elle doit ici correspondre à la grandeur mécanique maniée en modélisation.

la représentativité des tests réalisés. Il s'agit là de trois zones d'ombre que les « méthodes numériques » peuvent contribuer à éclaircir.

#### 4.4.1 Remonter aux sources des incertitudes expérimentales

Dans ISLAM, JOANNÈS et LAIARINANDRASANA (2019), nous nous sommes intéressés aux différentes sources d'erreurs existantes lors d'un essai de traction sur mono-filament. Nous nous sommes focalisés sur les limitations expérimentales; leurs effets sur la résistance à la traction des fibres ont été modélisés analytiquement. Ce travail a permis d'évaluer l'incertitude sur la résistance mesurée expérimentalement et d'analyser la contribution de chacun des paramètres considérés en fonction de la longueur de jauge. La FIGURE 4.8 révèle ainsi les principaux paramètres contributeurs. Pour une longueur de jauge supérieure à 10 mm, la morphologie de la fibre ainsi que la mesure de la charge sont à considérer attentivement. Pour une longueur de jauge inférieure à 10 mm<sup>16</sup>, le mauvais alignement de la fibre devient la préoccupation principale suivi par la mesure de l'allongement.

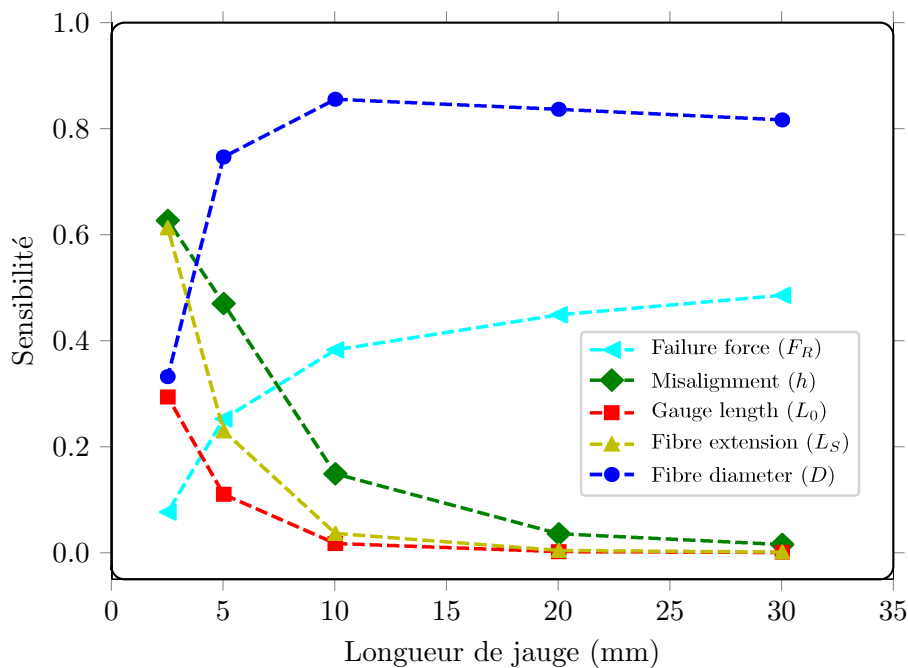


FIGURE 4.8 – Sensibilité (relative) des différents paramètres contribuant aux incertitudes expérimentales dans l'établissement de la résistance à la traction de fibres, à différentes longueurs de jauge (ISLAM, JOANNÈS et LAIARINANDRASANA, 2019).

Améliorer les dispositifs est essentiel mais c'est bien toute la « chaîne de valeur » qu'il convient de considérer.

16. Dans le cadre des travaux de modélisation sur réservoir, nous utilisons une longueur de jauge à 4 mm. Bien des auteurs s'évertuent à extrapoler les paramètres de la distribution de Weibull en deçà du millimètre; au regard de ces résultats, nous ne pouvons que nous interroger sur la pertinence de ces extrapolations.

#### 4.4.2 Évaluer l'influence de l'échantillonnage

*Nous partîmes cinq cents ; mais par un prompt renfort  
Nous nous vîmes trois mille en arrivant au port<sup>17</sup>, ...*

Ce début du récit de la bataille de Rodrigue illustre parfaitement les enjeux de l'échantillonnage. Bien des travaux se limitent à deux ou trois dizaines de résultats d'essais pour avancer des conclusions quant aux propriétés à rupture des fibres. Pour de nombreux objectifs, à commencer par l'évaluation des risques de défaillance, ce n'est pas suffisant. Pour s'en convaincre, il suffit maintenant de quantifier les incertitudes liées à la taille de l'échantillon. Ces incertitudes ne sont jamais mentionnées dans la littérature et pourtant, elles peuvent représenter la majeure contribution quant à l'évaluation des paramètres de la distribution.

Dans JOANNÈS, ISLAM et LAIARINANDRASANA (2020), nous avons utilisé des techniques de *bootstrap* paramétrées pour évaluer l'influence de l'échantillonnage sur la quantification des paramètres de Weibull. L'utilisation d'une distribution de Weibull à deux paramètres peut être discutée, l'objectif était ici de se placer dans les conditions d'analyses habituellement pratiqués par la communauté. La FIGURE 4.9 présente trois graphiques des probabilités à rupture cumulées, mettant en évidence les incertitudes relatives aux essais expérimentaux (graphique central) et de l'échantillonnage (graphique de droite). Il est évident qu'avec 30 mesures, l'incertitude liée à l'échantillonnage est très importante.

Ces résultats permettent d'évaluer les distributions des paramètres de Weibull et constater que les grandes variabilités observées dans la littérature (FIGURE 4.7) peuvent en grande partie être attribuées à la taille de l'échantillon considéré. Diminuer les incertitudes passe donc par la nécessité de conduire davantage de tests. Le cheminement est simple à formuler, mais complexe à mettre en œuvre. En effet, en première approximation<sup>18</sup>, diviser par deux l'amplitude de l'intervalle de confiance nécessite de multiplier par  $2^2 = 4$  la taille de l'échantillon ; diviser par trois cette amplitude, nécessite de considérer un échantillon de  $3^2 = 9$  fibres. De 30, il faudrait alors passer à plus de 270 fibres testées, une véritable épreuve pour qui a déjà pratiqué ces essais. Nous y reviendrons pour le dernier pilier de ce chapitre, en toute dernière section. D'autres questions se posent quant à la représentativité des essais.

#### 4.4.3 Les épreuves de la représentativité, répétabilité et reproductibilité

Les tests sur mono-filaments impliquent des étapes de préparation manuelles particulièrement délicates. L'influence de l'opérateur est également à considérer. Nous avons d'ores-et-déjà pu aborder la question de la *répétabilité* qui consiste à évaluer l'incertitude expérimentale pour une même fibre testée. L'action de l'opérateur était notamment prise en considération via le paramètre d'alignement de la fibre, l'évaluation de la longueur initiale et éventuellement les mesures morphologiques. La *reproductibilité*

17. Récit de Rodrigue, Pierre Corneille, Le Cid, IV, 3

18. Observations empiriques.

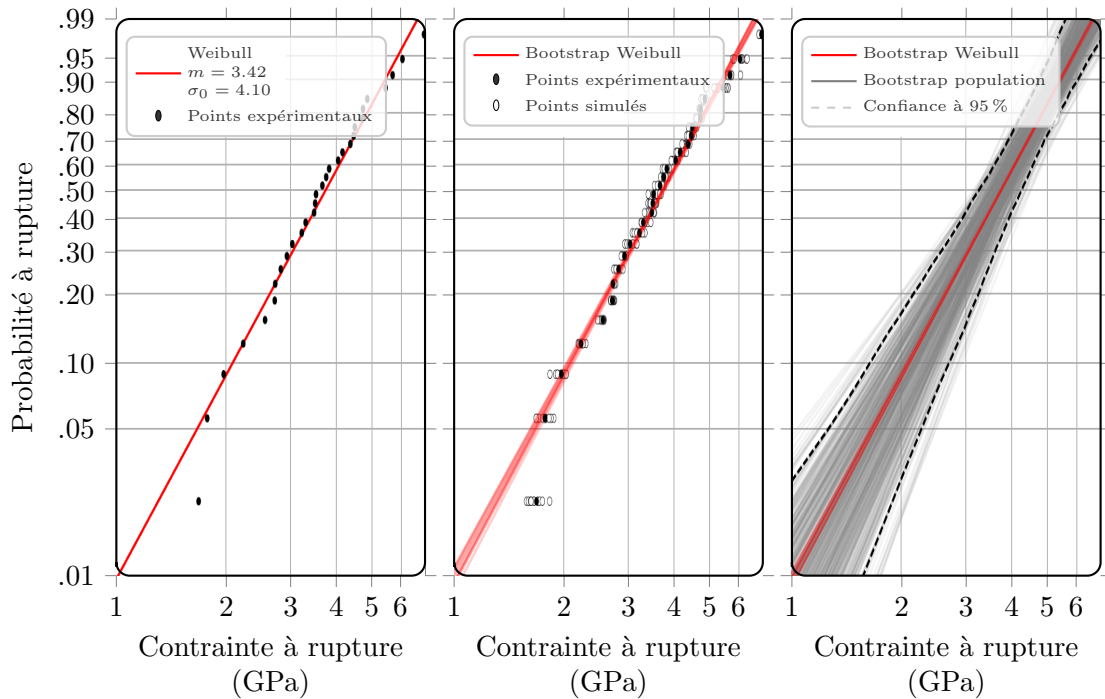
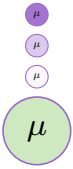


FIGURE 4.9 – Probabilités à rupture cumulées pour un jeu de 30 tractions sur monofilaments de 30 mm de longueur. Le graphique de gauche est celui habituellement rapporté dans la littérature. Celui du centre prend en compte l’incertitude expérimentale et celui de droite l’incertitude liée à la taille de l’échantillon (JOANNÈS, ISLAM et LAIARINANDRASANA, 2020).

correspond à la variation des résultats pouvant intervenir entre opérateurs. Pour deux échantillons testés avec les mêmes moyens mais provenant de deux opérateurs différents, la question posée est donc ainsi formulée : les différences observées entre les résultats sont-elles significatives ? Un *test de validité d’hypothèse* est nécessaire pour statuer sur la réponse. C’est le seuil de signification qui nous permet alors de juger. Il faut néanmoins souligner la difficulté associée : le graphique de droite de la FIGURE 4.9 nous montre clairement que pour une même population, des échantillons de 30 fibres peuvent présenter des variations très importantes et ce, en minimisant l’effet de l’opérateur.

D’autres questions se posent quant à la *représentativité* des résultats. Dans le travail de thèse d’Ashok RAJPUROHIT (RAJPUROHIT, 2020), nous nous sommes penchés sur les différences entre lots (bobines) d’une même fibre ainsi qu’à la pertinence de tester les fibres sur bobines ou après tissage. Ces sujets sont d’un grand intérêt pour mieux comprendre les variabilité expérimentales observées mais ne sont jamais traités dans la littérature sans être confronté aux limitations de la taille des échantillons. Bien du travail reste à mener sur ces questions. Les premiers résultats semblent montrer que l’effet des lots ou du tissage sur les propriétés à rupture, bien que décelable, est relativement faible.



## 4.5 Du bon usage de la distribution de Weibull

Dans son *History of Strength of Materials : With a Brief Account of the History of Theory of Elasticity and Theory of Structures* (1953), Stephen TIMOSHENKO nous apprend que LÉONARD DE VINCI fut l'un des premiers à s'intéresser à la rupture des matériaux, du moins en mettant en œuvre une véritable démarche scientifique. Les expériences de LÉONARD DE VINCI ont révélé que la résistance de fils de fer était inversement corrélée à leur longueur : plus les fils étaient courts, plus la résistance était grande. Bien des années après, GRIFFITH (1921) a suggéré que cette dépendance s'explique par la présence de défauts microscopiques. La résistance d'une fibre est ainsi couramment comparée à celle d'une chaîne : le plus gros défaut ou le maillon le plus faible pilote la rupture. C'est en basant son raisonnement sur ces mêmes observations expérimentales que WEIBULL (1951) proposa une loi de distribution polyvalente capable de représenter la probabilité de défaillance des matériaux. Cette *loi de Weibull*<sup>19</sup> est très utilisée pour caractériser la distribution des propriétés à rupture des fibres. Aussi, cette dernière section vise à illustrer les « approches stochastiques », quatrième pilier de la démarche. Après quelques considérations sur la distribution de Weibull, nous nous pencherons plus spécifiquement sur la probabilité de rupture et sa détermination.

### 4.5.1 Distribution de Weibull et taille de l'échantillon

Pour les fibres fragiles à section  $A$  constante et de longueur  $\ell$ , Waloddi WEIBULL a proposé une distribution qui peut se mettre sous la forme de l'Eq. (4.1).

$$P_R(\sigma, \ell) = 1 - \exp \left[ -\ell A \left( \frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad \text{où} \quad A = \frac{\pi D^2}{4} \quad (4.1)$$

Les paramètres  $m$  et  $\sigma_0$  ont déjà été présentés. Le paramètre  $\sigma_u$  est un seuil en deçà duquel la probabilité de rupture est nulle. L'Eq. (4.1) correspond donc à une version à trois paramètres et il est habituel de faire l'hypothèse  $\sigma_u = 0$ , ce qui conduit à la version à deux paramètres utilisée très couramment<sup>20</sup>.

Comme nous avons pu le voir préalablement, l'incertitude sur la probabilité à rupture est intimement liée à la taille de l'échantillon testé. Tout en prenant garde aux différentes sources d'incertitudes liées au dispositif expérimental, il convient donc d'augmenter significativement le nombre de fibres testées. Dans ISLAM, JOANNÈS, BUCKNELL *et al.* (2020), en collaboration avec l'entreprise Dia-Stron, l'utilisation d'un dispositif automatisé a permis de publier, pour la première fois, des résultats statistiques sur la T700 impliquant plus de 350 fibres testées (à 30 mm de longueur de jauge). Ce n'est pas tant les résultats

19. Il faut noter que la fonction statistique que l'on croit généralement capable de décrire le comportement du *maillon faible* est la distribution de Weibull. Ce n'est pas toujours le cas, car il existe d'autres exigences, outre le comportement du maillon faible, pour obtenir une telle distribution. TODINOV (2009) a par exemple prouvé que sa formulation mathématique n'est correcte que si la probabilité qu'un défaut devienne critique est une loi de puissance de la contrainte appliquée.

20. Version notamment mise en œuvre sur la FIGURE 4.9.

obtenus que leur interprétation dont il est question ici. La FIGURE 4.10 présente les graphiques de Weibull associés à ces expérimentations.

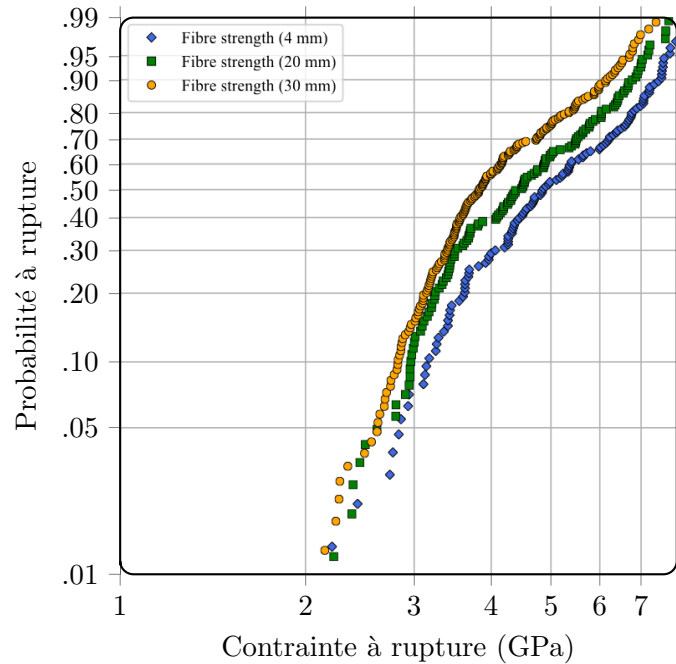


FIGURE 4.10 – Probabilités à rupture cumulées pour trois longueurs de jauge : 4 mm, 20 mm et 30 mm. Le nombre de fibres testées est très supérieur à ce qu’il est habituellement possible de recueillir, plus de 350 valeurs pour les tests à 30 mm de longueur de jauge (ISLAM, JOANNÈS, BUCKNELL *et al.* 2020).

La première constatation est que les points expérimentaux ne s’alignent plus du tout comme c’était le cas sur la FIGURE 4.9 avec 30 fibres testées. Ces non-linéarités sont loin d’être inédites et beaucoup d’hypothèses sont avancées dans la littérature par la néanmoins « petite » communauté des chercheurs intéressés à ces questions. Le « modélisateur » pourrait être tenté d’ajuster une loi de Weibull à trois paramètres sur ces données, en introduisant alors un seuil  $\sigma_u$  proche de 2. Cela marche très bien mais c’est se tromper d’objectif ! Il n’est pas question de prédire les résultats expérimentaux mais plutôt d’inférer la probabilité à rupture de la population de fibres, pour ensuite pouvoir prédire la défaillance des structures. Les « mécaniciens » pourraient être tentés d’y voir la présence de plusieurs « mécanismes » et alors recourir une loi de Weibull modifiée en proposant une approche multimodale. Cela n’est pertinent qu’avec le support d’observations de ces différents mécanismes. Une opération bien difficile à conduire avec des fibres en carbone qui, suite à l’onde de choc de la première rupture, se rompent en de multiples endroits et ne sont pas récupérables pour des analyses post-mortem. Quelques auteurs, plongeant les fibres dans un milieu absorbant, ont néanmoins pu rapporter qu’un seul mécanisme semble être à l’origine des ruptures en traction sur la T700. L’explication de la principale origine de ces non-linéarités ne peut être donnée que par l’opérateur, qui constate que certains échantillons préparés céderont lors des manipulations avant d’avoir pu être testés. Bon nombre de fibres ne pourront pas non plus être extraites et ces données ne sont donc pas

accessibles. Il existe un biais dans les données présentées, un *effet de présélection*, qui se traduit par une troncature de la distribution de Weibull (BERGER et JEULIN, 2003).

#### 4.5.2 Effet de présélection, apport de l'approche bayésienne

L'effet de présélection est connu mais bien trop rarement invoqué pour expliquer les non-linéarités observées sur les résultats expérimentaux. L'*approche bayésienne* est alors fondamentale pour inférer la probabilité à rupture des fibres. Comme le dit Bradley EFRON<sup>21</sup> (EFRON, 2005), « le débat bayésien-fréquentiste reflète deux attitudes différentes à l'égard de la démarche scientifique, toutes deux tout à fait légitimes. » La statistique bayésienne consiste à utiliser toutes les informations à notre disposition pour établir les probabilités souhaitées. En particulier, la probabilité à rupture d'une fibre est en réalité la probabilité que la fibre se rompe durant l'essai de traction, étant donné que la fibre a survécu à son extraction. C'est une probabilité conditionnelle qui permet de réécrire  $P_R(\sigma, \ell)$  (4.2) en introduisant un seuil de troncature  $\sigma_r$  comme dans BERGER et JEULIN (2003).

$$P_R(\sigma, \ell) = 1 - \exp \left[ -\ell A \frac{(\sigma - \sigma_u)^m - (\sigma_r - \sigma_u)^m}{\sigma_0^m} \right] \quad (4.2)$$

Dans le travail de thèse de Faisal ISLAM (ISLAM, 2020), nous avons proposé de poser  $\sigma_u = (1 - \omega) \sigma_r$  avec  $\omega$  variant de 0 à 1. La valeur de  $\omega$  est bien entendue inconnue mais il est envisageable de l'estimer à partir de la connaissance du nombre de fibres rompues durant la préparation, extraction comprise. Ce paramètre suit lui aussi une loi de probabilité et la meilleure façon de s'en convaincre est de considérer ce jeu ancestral existant en de multiples déclinaisons : le *Mikado* (FIGURE 4.11). Plus la baguette à extraire est enchevêtrée, plus le risque sera grand de faire bouger ses voisines et ce, quelle que soit sa valeur. Il n'est pas avéré que les fibres les plus résistantes s'extraitent facilement. Du fait de la friction, une fibre résistante peut tout simplement se rompre alors qu'une fibre plus faible, non enchevêtrée, sera testée avec succès.

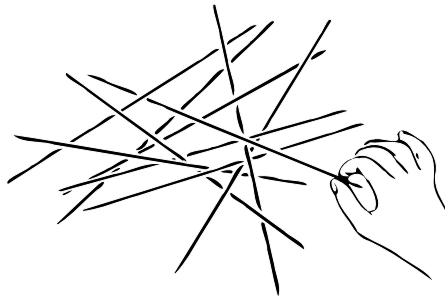


FIGURE 4.11 – L'extraction des fibres est à l'image du jeu de Mikado et doit être considérée comme la première étape du test de traction. © Joannès

21. Statisticien américain notamment célèbre pour avoir introduit les méthodes de ré-échantillonnage dites *méthodes de bootstrap* et évoquées plus haut dans ce chapitre.





# 5

## Projet de recherche

---

COP, DMP, DOI, FAIR, IdHAL, ORCID iD, etc. Ces dix dernières années, la recherche a connu de profondes mutations et en moins d'une génération, le métier de chercheur s'est complètement transformé. Sur un plan organisationnel, la recherche que nous menons aujourd'hui doit (i) s'inscrire dans des *Contrats d'Objectifs et de Performances*<sup>1</sup>, (ii) contribuer au partage et à l'interopérabilité des données générées<sup>2</sup> et encore (iii) connecter les individus à « travers les disciplines, les frontières et le temps »<sup>3</sup>. La révolution est réelle dans la manière de faire de la science et tout *projet de recherche* ne peut ignorer cette nouvelle destinée holistique. L'approche holistique nous invite notamment à élargir notre champs disciplinaire et à adopter une vision multi-échelle et pluri-sectorielle de nos travaux.

L'écosystème ainsi précisé, mon projet de recherche répond naturellement à la *proposition de valeur* présentée en introduction :

*Concevoir des structures composites plus sûres, plus fiables  
et plus performantes pour soutenir une mobilité durable.*

Cela se traduit par une démarche en « U » qui part de la structure, plonge au cœur du matériau puis remonte ensuite les échelles pour être force de proposition et d'innovation. Comme cela a pu être montré dans les chapitres précédents, l'origine microstructurale des comportements est un moteur pour mes travaux qui s'appuient sur une compréhension des transformations de la matière en service, en lien étroit avec ses propriétés d'usage. Durant ces dernières années, je me suis ingénié à bâtir un continuum entre les mécanismes qu'il est aujourd'hui possible d'observer aux échelles les plus fines et le comportement en service des structures.

---

1. Les COP assurent la convergence des travaux de recherche avec les priorités des pouvoirs publics et du monde socio-économique. Ils se déclinent en *feuille de route* et autres *programmation et orientation* des projets au niveau des laboratoires.

2. Le *Data Management Plan* (DMP), ou *Plan de Gestion des Données* (PGD) en français et les identifiants DOI sont des composantes essentielles de l'écosystème FAIR : *Findable, Accessible, Interoperable, Reusable*. Les résultats clefs de la recherche doivent correspondre à des données décrites et des outils pour les réutiliser.

3. Créer et maintenir à jour un profil en ligne est aujourd'hui un incontournable pour améliorer la visibilité et donner plus d'impact à nos résultats.

Mon projet de recherche s'inscrit naturellement dans le prolongement des thèmes développés dans ce mémoire et s'articule autour des trois échelles supports à mes activités. Pour souligner davantage cette **continuité entre les échelles**, le projet est ici présenté dans une dynamique de remontée, allant maintenant des constituants à la structure. Bien entendu, il est soutenu par la **pluridisciplinarité de la démarche** et ses quatre piliers. Ainsi, il s'agit de mettre en œuvre les moyens requis pour mieux connaître le *matériau* et mieux comprendre les interactions *mécaniques* présentes dans la microstructure et aux échelles supérieures. Avec le soutien des équipes techniques, cela implique le **développement d'expériences originales** mais également le recours aux *méthodes numériques* qui permettent ensuite d'alimenter les *approches stochastiques* nécessaires à l'évaluation des risques de défaillance.

Ainsi, ce chapitre vise à présenter les *activités clefs* du projet et se poursuit avec un focus sur le *pouvoir des données à l'échelle des renforts*. Qu'il s'agisse de la morphologie du matériau ou de son comportement mécanique, de nouvelles voies doivent être empruntées pour accroître nos connaissances sur les fibres. La description du projet continue par un objectif ambitieux mais accessible : la *juste évaluation des propriétés thermo-mécaniques* mésoscopiques. Comme nous avons pu le voir, il s'agit de relier les fluctuations morphologiques locales aux propriétés thermo-mécaniques, notamment transverses. La justesse et la fidélité des caractérisations et des prédictions nécessitent avant tout d'appréhender la complexité morphologique avec rationalité. Quels sont véritablement les paramètres pertinents qui impactent le comportement aux échelles supérieures ? Au delà d'une vision cohérente des phénomènes, c'est également une question d'*efficacité des transitions d'échelles* vers la structure, dernière activité clef abordée dans ce chapitre.

## 5.1 Le pouvoir des données à l'échelle des renforts

Le *monde des fibres* est passionnant et d'une grande richesse scientifique. Poursuivre son exploration nécessite des moyens d'expérimentation toujours plus poussés. Le comportement des fibres peut aujourd'hui être appréhendé aux échelles les plus fines grâce aux différentes techniques d'observation associées à des outils numériques performants. C'est là l'un des premiers enjeux du développement de mes activités *fibres* pour les années à venir. En particulier, le déploiement des mesures *in situ*, à l'échelle des renforts, est capital. Cela n'est pas sans conséquence sur le traitement des données qui passe d'un simple fichier temps-charge-allongement à une collection variée d'acquisitions, incluant des images 2D/3D ou des paramètres morphologiques et dimensionnels. La qualité et la pérennisation de ces données constitue un second enjeu pour mes activités de recherche.

### 5.1.1 Vers la mesure de la déformation *in-situ*

La déformation longitudinale lors d'un essai de traction sur fibre unitaire est généralement obtenue par la mesure du déplacement de la traverse. Si les corrections de complaisance permettent a priori de remonter à l'allongement effectif de la fibre, bien des

interrogations subsistent. En effet, les méthodes pour établir la complaisance du système intègrent de grandes sources d'incertitudes qui ne sont à ce jour, peu ou pas évaluées.

Par exemple, lorsque nous nous intéressons à des variations de raideur de quelques pour cent, le doute n'est pas permis quant à la (non-)linéarité de la complaisance sur la plage de sollicitation. Par ailleurs, pour de faibles longueurs de jauges, la fixation de la fibre joue un rôle non négligeable sur la mise en charge et bien des techniques n'en tiennent pas compte. L'objectif à l'échelle mono-filamentaire est bien de *séparer la part des variabilités provenant de la matière, des incertitudes inhérentes aux moyens techniques mis en œuvre*. Une autre question concerne l'hétérogénéité de la déformation le long des fibres. Il est clair que connaître avec une meilleure précision la déformation locale aiderait à comprendre l'apparition de certains phénomènes d'endommagement.

Malgré les dimensions micrométriques des renforts, développer des techniques pour ne plus intervenir en aveugle est un investissement profitable. Il doit néanmoins s'agir de moyens compatibles avec le volume d'essais nécessaire pour atteindre les incertitudes les plus faibles possibles. Si la microscopie électronique à balayage a de nombreux atouts, elle pâtit d'une complexité de mise en œuvre interdisant la multiplicité des tests. C'est une technique qui a toute sa place mais qui est à réserver pour les observations les plus délicates et localisées. Le moyen auquel je pense est davantage un instrument conventionnel « augmenté ». Conventionnel au sens d'habituel, compatible avec les séries de tests à réaliser et facilement accessible. Augmenté dans la mesure où il doit permettre d'imager avec une grande précision différentes positions sur la fibre en cours de test. La réalisation d'un tel dispositif est aujourd'hui rendue possible grâce aux progrès considérables accomplis ces dernières années en microscopie optique numérique. Cela ne fait cependant pas tout et un pilotage plus fin des dispositifs de mise en charge est également nécessaire. Les premières briques de ce nouvel instrument ont été testées avec succès dans la thèse de Clotilde RICHARD. Le potentiel semble bien présent et la voie relativement bien tracée pour acquérir des données de qualité et originales à l'échelle mono-filamentaire.

En association avec la détermination de l'allongement local, il est également essentiel de s'intéresser à la géométrie et à la morphologie interne de la fibre. Les mesures géométriques sont en effet trop rarement disponibles ou limitées à la détermination d'un *diamètre apparent* avec de nombreuses hypothèses sous-jacentes. Parmi les techniques disponibles pour accéder à la morphologie interne des fibres organiques, la tomographie optique super-résolutive est une voie prometteuse comme cela a pu être présenté par certains auteurs. L'intérêt est grand pour accroître nos connaissances sur le *matériau fibre*. Les nouvelles découvertes que nous pourrions faire, par exemple sur l'aramide, reposent en grande partie sur notre capacité à corréler la géométrie locale, la morphologie interne et la déformation en cours de sollicitation.

Si le challenge est grand pour les sollicitations longitudinales que nous venons d'évoquer, il l'est d'autant plus pour les sollicitations transverses. Le savoir sur

la déformation et les propriétés hors axe des fibres est encore trop fragmentaire. L'exploitation des images acquises durant l'essai de compression diamétrale doit pouvoir contribuer aux connaissances relatives à l'anisotropie constatée pour de nombreuses fibres. Quels qu'ils soient, ces essais doivent par ailleurs intégrer la dimension thermique et les couplages multi-physiques qui existent en conditions d'usage. Les expérimentations *in situ* sont donc un chantier déterminant pour mon projet de recherche.

### 5.1.2 La science ouverte ou le pouvoir des données

Explorer de nouveaux domaines de connaissance ne peut aujourd'hui se concevoir sans fournir un cadre pour pérenniser, valoriser et transmettre les résultats obtenus. Il y a quelques années, à l'occasion d'une opération *portes ouvertes* du laboratoire et d'une présentation que je donnais des moyens d'essais dédiés à la caractérisation thermomécanique des fibres unitaires, je fus particulièrement déconcerté par la remarque d'un visiteur. Alors que je venais de rappeler que voilà près d'une quarantaine d'années que le Centre des Matériaux, sous l'impulsion d'Anthony BUNSELL et de techniciens de talents, est une référence dans ce domaine, la remarque innocente fut presque ainsi formulée : « Compte tenu de cet historique et des moyens dont vous disposez, vous devez posséder une base de données incroyablement riche sur la plupart des fibres naturelles, artificielle et synthétiques ! Pourquoi continuer à caractériser des fibres qui sont aujourd'hui parfaitement connues ? » Il faisait notamment allusion aux travaux en cours sur la fibre de carbone T700 que je venais d'évoquer. Cette fibre, très répandue, existe en effet depuis le début des années 90 sur le marché et continue de faire l'objet d'études visant à caractériser sa résistance. Cette situation d'apparence paradoxale m'a interpellé et ouvert les yeux sur les enjeux inhérents aux résultats produits.

Vis-à-vis de la base de données, première partie de la remarque, j'aurai bien aimé répondre un oui franc et massif mais la réalité est un peu plus nuancée. La richesse du laboratoire sur ce thème repose sur deux aspects : une collection de travaux de thèse et de publications, d'une accessibilité relativement simple mais pas spécialement *ouverte* et concentrant la plupart des résultats de caractérisation ; un patrimoine culturel immatériel, comprenant les bonnes pratiques et les méthodes d'analyse. Souvent, les écrits du premier point ne donnent accès qu'à une statistique descriptive des données comme la médiane, la moyenne, la variance, etc. Il est par exemple très difficile de remonter aux résultats bruts pour les analyser différemment ou remonter aux distributions. Si les fichiers existent encore, ils sont souvent incomplets pour la description des conditions d'essais, rendant quasi-inexploitable leur contenu. Quant au deuxième point, il repose presque entièrement sur les compétences des permanents en poste.

A l'heure de cette analyse introspective, la thématique historique était loin – même en interne – de la base de données, ouverte et accessible de la *science ouverte* ! Un chantier s'ouvrait pour cette activité. Les résultats habituellement obtenus devaient maintenant s'inscrire dans une démarche plus large. Depuis cette visite, le chantier s'est progressivement mis en place. A commencer par une prise de conscience collective de notre

marge de progression vis-à-vis de la pérennité et du partage des précieuses données que nous produisons quotidiennement.

La quête du savoir est un questionnement permanent qui se construit à partir de connaissances antérieures – l'état de l'art – et s'enrichit des échanges entre pairs. Dans un contexte d'accessibilité mondialisée d'internet, la croissance exponentielle des données et leur diffusion rapide repoussent aujourd'hui les frontières de la connaissance. Sans rentrer dans le débat lié aux dérives possibles, la science ouverte est plus transparente, étayée par davantage de données, reproductible et par essence collaborative. Bien entendu, un juste équilibre entre confidentialité industrielle et partage de la connaissance académique doit être assuré. L'enseignant-chercheur que je suis se devait de monter dans le train et d'y emmener l'équipe à commencer par les doctorants. Cette démarche s'applique ici aux fibres mais c'est là un outil essentiel à maîtriser dans la conduite de tout projet de recherche.

## 5.2 Fluctuations morphologiques, vers une juste évaluation des propriétés thermo-mécaniques

A l'échelle mésoscopique, les mécanismes de transfert de charge sont intimement liés aux fluctuations morphologiques de la microstructure. Mieux appréhender cette complexité morphologique passe par une meilleure compréhension des phénomènes physiques et de leurs conséquences. C'est donc avant tout une affaire d'information pertinente et de rationalité dans la mise en œuvre des modèles. Parmi les activités abordées à l'échelle mésoscopique, la calibration des paramètres de modélisation reste aujourd'hui une difficulté qu'il convient de surmonter. Par ailleurs, au delà des propriétés effectives, la connaissance des champs locaux et de leur distribution est un atout formidable. Cette source d'information mérite une plus grande attention pour améliorer nos prédictions.

### 5.2.1 Calibrer avec efficacité les paramètres de la modélisation morphologique

Le modèle à champs moyens présenté au chapitre 3 exploite le couplage entre approches auto-cohérente généralisé (GSCS) et motifs morphologiques représentatifs (MRP). Il semble bénéficier d'une très grande polyvalence pour prendre en considération les nombreuses morphologies qu'il est possible d'observer sur des composites UD. Au delà du socle théorique, bien des questions restent aujourd'hui posées si car les récents travaux de Jennifer BLONDEL et Stéphane GILLET démontrent tout le potentiel de la méthode, ils apportent aussi leur lot de mystères à éclaircir.

La force de la stratégie adoptée est avant tout sa flexibilité y compris dans une version très simplifiée de 2 phases - 2 motifs, en transport-diffusion ou en élasticité linéaire. Quelle que soit la physique considérée, le pilotage morphologique de la version 2 phases - 2 motifs est assuré par trois paramètres : la fraction volumique de renfort dans le composite,  $f$ , la proportion du motif original direct,  $m$ , contenant lui-même une concentration  $c$  de renfort. Comme cela a été évoqué au chapitre 3, pour des questions de robustesse et

de stabilité nous proposons de poser  $c = f$ . La fraction de renfort étant connue, seul le paramètre  $m$  pilote alors la morphologie. Pour  $m = 1$ , le modèle correspond bien entendu à l'approche autocohérente généralisée originelle. Poser  $c = f$  est un compromis et nous avons pu montrer qu'il est alors possible de trouver une unique valeur de  $m$  pour prédire avec justesse  $\mu_{23}^{\text{eff}}$ ,  $k_{23}^{\text{eff}}$  et  $D_T^{\text{eff}}$  (cisaillement, compressibilité et diffusivité transverse) pour « une » distribution aléatoire de fibres. Le compromis trouvé pour  $m$  semble par ailleurs pertinent, quel que soit le contraste des propriétés entre les phases mais également dans une configuration incompressible. C'est une avancée certaine par rapport à d'autres approches dérivées des travaux d'Eshelby dont les capacités prédictives décrochent généralement dans ces deux dernières situations (CHRISTENSEN, 1990). La paramètre  $m$  dépend naturellement de  $f$  et une première série de questions concernent ce paramètre morphologique. Aussi, pour une microstructure donnée, la valeur de  $m$  est-elle conservée pour les autres propriétés élastiques hors-axe<sup>4</sup> ? Dans quelle mesure la valeur de  $m$  est impactée par la distribution des diamètres des fibres ? Par des zones d'exclusion autour des fibres ? Ou encore, par la présence de zones plus riches en matrice ?

L'exploration approfondie de la configuration 2 phases - 2 motifs reste donc à mener et son potentiel à exploiter. Pour certaines des questions évoquées plus haut, des développements sont à faire, en particulier pour prédire l'entière des propriétés élastiques. La question sur les zones d'exclusion nous conduit naturellement à comparer la capacité prédictive du modèle avec des arrangements hexagonaux de fibres. Les nombreuses expérimentations conduites jusqu'alors ont révélé que pour un arrangement hexagonal à 50% de renfort, la configuration 2 phases - 2 motifs semble atteindre ses limites alors qu'elle fonctionne très bien au delà et en deçà ; pourquoi et comment remédier à ce phénomène ? Une piste serait l'ajout d'un troisième motif de matrice qui permettrait d'« assouplir » le modèle et d'étendre ses capacités en « sablier » autour de la configuration originelle. Cela semble également nécessaire pour jouer avec des contrastes négatifs et s'intéresser aux porosités. Dans tous les cas, que nous ayons deux ou trois motifs nécessite d'établir une méthodologie pour identifier la fraction de ceux-ci à partir de simples images. Trouver le sens physique de la présence de ces motifs est indispensable pour progresser. Comme indiqué au chapitre 3, l'utilisation du covariogramme géométrique semble une voie intéressante.

L'exploration approfondie des capacités du modèle, évoquée ci-dessus, ne sera possible qu'avec l'aide d'outils numériques. Ils restent en effet indispensables pour simuler le comportement de microstructures à morphologies et propriétés parfaitement contrôlées. Si ces outils numériques existent aujourd'hui, leur perfectionnement est nécessaire pour couvrir l'ensemble des configurations évoquées. Bien entendu, il convient également de s'intéresser aux propriétés des matériaux physiques et cela passe avant tout par une évaluation correcte des incertitudes expérimentales. En alternative aux essais classiques, qui posent beaucoup de difficultés pour caractériser les propriétés transverses de cisaillement et de compressibilité, j'aspire à mettre à profit des approches indirectes

4. La capacité prédictive des propriétés longitudinales reste excellente quelle que soit la valeur de  $m$ .

sur des essais aux chargements locaux plus complexes. Le but à atteindre est un modèle simple dans son utilisation qui offre la possibilité de prédire avec une grande efficacité le comportement des microstructures réelles. Ce modèle doit enrichir localement la réponse du matériau dans la structure et ainsi améliorer la représentation des chemins de chargement.

### 5.2.2 Mieux exploiter la donnée des champs locaux

Si la quête des propriétés effectives est cruciale, s'intéresser au déclenchement de mécanismes inélastiques ou à l'endommagement nécessite une analyse plus fine des champs locaux. Accéder à ces champs locaux par éléments finis requiert des maillages très fins qui alourdissent le temps de simulation. Une piste d'amélioration serait d'exploiter la méthode- $p$  des éléments finis décrite au chapitre 2. Cette méthode permettrait de conserver un maillage grossier en adaptant les fonctions d'interpolation dans les zones à fort gradient. En outre, la méthode- $p$  est parfaitement appropriée pour automatiser le processus d'enrichissement local, la rendant compatible avec les nombreuses simulations à faire tourner. Les développements clefs seraient d'une part, la définition d'un indicateur permettant cet enrichissement local et d'autre part l'optimisation de la transformation géométrique de dilatation présentée au chapitre 2. Dans le cadre de mon projet de recherche, l'exploitation de la méthode- $p$  pour lier les échelles est assurément un atout.

Les méthodes à champs complets se prêtent bien à cette analyse mais il serait séduisant de pouvoir accéder à certaines propriétés statistiques des champs locaux via la méthode à champs moyens développée et détaillée au chapitre 3. L'intérêt est évident mais il y a là un paradoxe, dans le sens où l'homogénéisation opérée « gomme » les hétérogénéités à l'origine de la distribution des champs locaux. Néanmoins, en situant une zone d'intérêt à l'interface entre les fibres et la matrice, il est possible d'accéder à une moyenne, au sens des points homologues de BORNERT, STOLZ et ZAOUÏ (1996), qui mériterait d'être davantage étudiée.

Ainsi, dans un travail mené avec Eveline HERVÉ-LUANCO, nous nous sommes intéressés à la comparaison des champs locaux entre un arrangement hexagonal de renforts UD (MEF) et le modèle autocohérent généralisé originel ( $m = 1$ , GSCS). Les résultats sont présentés sur la FIGURE 5.1 pour un composite à 50 % de renfort en volume présentant un contraste des modules de compressibilité puis de cisaillement entre fibre et matrice de  $1 \times 10^5$ .

La ligne supérieure correspond à une pression hydrostatique et la ligne inférieure à un simple cisaillement. La contrainte équivalente de von Mises est tracée pour la matrice. L'échelle, qui importe peu, est la même pour l'ensemble des motifs de chaque ligne. La colonne de gauche correspond aux résultats issus du calcul à champs complets par éléments finis (MEF). La colonne de droite correspond aux résultats obtenus par la méthode à champs moyens (GSCS). La colonne centrale correspond quant à elle à une moyenne des calculs par éléments finis ((MEF)). Il est très intéressant de constater que nous

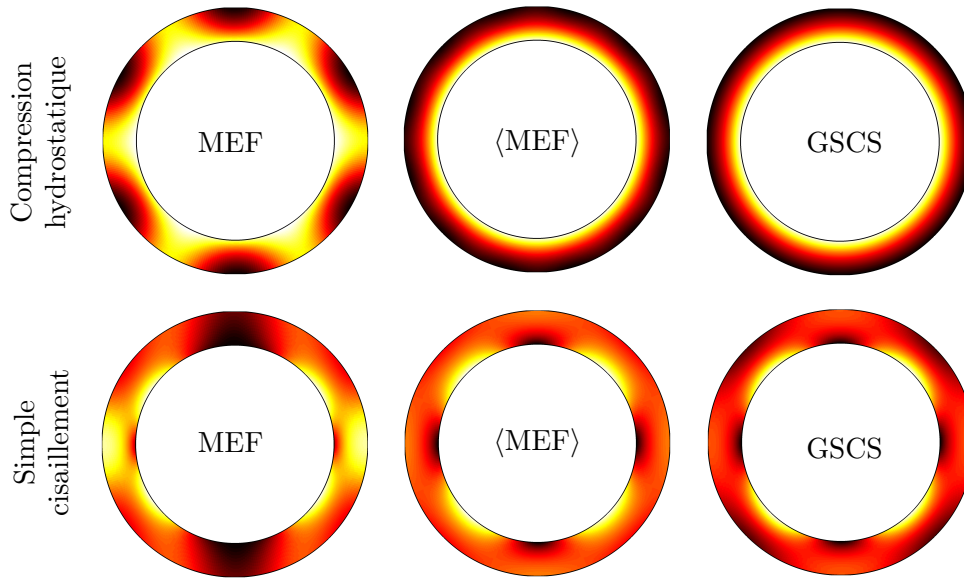


FIGURE 5.1 – Comparaison des champs locaux entre un arrangement hexagonal (MEF) et les résultats obtenus par la méthode autocohérente généralisée (GSCS). Un post-traitement appliqué sur les résultats numériques ( $\langle \text{MEF} \rangle$ ) permet de retrouver les résultats GSCS à l'interface fibre/matrice.

retrouvons, proche de l'interface, des résultats très similaires<sup>5</sup> entre la colonne centrale et la colonne de droite. Autrement dit, malgré des différences visibles qui apparaissent en s'éloignant de l'inclusion, l'approche GSCS permet bien de retrouver la moyenne des champs<sup>6</sup> à l'interface fibre/matrice obtenues avec la MEF. Est-il possible d'exploiter ces champs moyennés pour faire le chemin inverse ? Il s'agirait par exemple de pondérer le résultat GSCS avec l'information d'un covariogramme ou d'exploiter la distribution des distances inter-fibres pour tenter d'y parvenir. La voie est hasardeuse et la route est longue mais le résultat serait très profitable pour des calculs de structure.

### 5.3 Du matériau à la structure, efficacité des transitions d'échelles

C'est bien à la pleine échelle que nous souhaitons pouvoir prévenir les risques de défaillance des structures composites. Avec la généralisation des méthodes de conception numérique, « prédire » n'a jamais semblé être aussi accessible et pourtant, l'explosion quantitative des informations nécessaires pour traiter des événements rares contraint à adopter des stratégies de transitions d'échelles efficaces. Par ailleurs, de l'échelle la plus fine à la structure, si les approches probabilistes et stochastiques, indispensables à l'estimation des risques de défaillance, tirent pleinement profit de ces mégadonnées, elles sont aussi la source de temps de simulation prohibitifs. Les stratégies doivent donc être techniquement pertinentes et sobres numériquement pour pouvoir, par exemple, s'intéresser à la défaillance d'un réservoir hyperbare destiné au stockage

5. Et ce, malgré un écart d'environ 8% sur les propriétés effectives en cisaillement.

6. Il est évident que sur un motif hexagonal, selon la direction de cisaillement, les maximums et minimums locaux vont tourner.



embarqué de l'hydrogène. S'il est aujourd'hui possible de prédire avec justesse la pression d'éclatement, il y a encore du chemin à parcourir pour prédire la distribution observée expérimentalement.

### 5.3.1 Origine de la dispersion expérimentale à l'échelle 1:1

Au BAM, Georg MAIR et son équipe, avec qui le Centre des Matériaux collabore depuis une vingtaine d'années, mène des travaux à l'échelle 1:1 en testant de grandes populations de réservoirs. C'est une entreprise indispensable pour proposer des pistes d'optimisation des structures composites sous pression interne. Dans son livre, MAIR (2017) montre comment les normes et réglementations actuelles limitent les possibilités de réduire les coûts et la masse de telles structures. Les travaux du BAM sont basés sur l'évaluation probabiliste des risques de défaillance. Parmi les nombreuses données obtenues, figure la variance des pressions d'éclatement pour une même population de réservoirs. Pour l'analyse des risques de défaillance, cette information est capitale.

A ce jour, pour les raisons évoquées au chapitre 2, il n'est pas encore possible de prédire la dispersion expérimentale. Cependant, avant de s'évertuer à remanier les stratégies de simulation, il convient de s'intéresser à l'origine de ces dispersions. Il est nécessaire de bien distinguer ce qui provient du (ou des matériaux), de la structure (assemblage) et de l'expérience elle-même. C'est avant tout un travail d'analyse des données générées durant les tests. Il peut s'agir tout autant d'informations géométriques liées à la déformation ou de signaux acoustiques révélant la cinétique des endommagements avant la rupture. Compte tenu de la très grande quantité de données disponibles, le recours aux outils numériques est indispensable.

L'axe de travail envisagé couple l'exploitation des données expérimentales avec des simulations par éléments finis sur des jumeaux numériques. Il s'agit notamment de pouvoir définir les paramètres les plus influents. L'approche descendante, visant à partir de la structure pour la complexifier petit à petit ou l'approche ascendante, consistant à enrichir le matériau sont toutes deux complémentaires. Ces deux approches nécessitent de grandes ressources informatiques et le recours à des techniques d'analyses statistiques pour évaluer les corrélations éventuelles.

### 5.3.2 Approche ascendante, quantifier la variabilité matière

Dans le cadre de son travail de thèse, Martinus Putra WIDJAJA (WIDJAJA, 2020) a pu évaluer l'impact sur la résistance d'échantillons UD de deux paramètres matériaux : l'ondulation des fibres au sein de l'enveloppe composite ainsi que la fraction volumique de renfort. C'est un sujet mené en collaboration avec deux autres doctorants de l'ITN FiBreMoD, impliquant l'Imperial College of Science Technology and Medicine à Londres et Siemens Industry Software NV à Leuven. Grâce aux images du réservoir de type IV acquises par les instruments de l'University of Southampton, il fut ainsi possible de mesurer l'ondulation des fibres ainsi que la fraction volumique locale de renfort.

Si ce travail a montré l'influence non négligeable des deux paramètres sur les dispersions, il a également fait apparaître des pistes d'amélioration tant pour la modélisation que pour les tests à mettre en œuvre. En effet, le moyen expérimental de type « racetrack<sup>7</sup> » qui a été utilisé offre un potentiel très intéressant pour l'approche ascendante. Les résultats expérimentaux obtenus sur ce dispositif sont bien plus simples à analyser que les données provenant d'un réservoir. L'amélioration du dispositif et de son instrumentation devrait permettre d'y voir plus clair quant à l'influence des paramètres sur les dispersions observées.

### 5.3.3 Simulations à haute fidélité et risque de défaillance

D'un point de vue pratique, le risque de défaillance d'un réservoir en service peut s'interpréter, de manière plus optimiste, comme une probabilité de survie à un instant donné. Probabilité qui dépend bien entendu de l'histoire du réservoir. En effet, la survenue d'une défaillance est tout autant liée aux propriétés intrinsèques de l'enveloppe composite<sup>8</sup> qu'aux sollicitations<sup>9</sup> vues par celle-ci. Plusieurs questions sont aujourd'hui posées : la valeur moyenne supposée des « sollicitations ordinaires » est-elle bien représentative de celle rencontrée par les réservoirs ? Est-il nécessaire de prendre en considération les points singuliers ? Quel serait la périodicité requise pour travailler avec une moyenne glissante ? Répondre à ces questions implique à la fois de pouvoir suivre, au fil du temps, des paramètres comme la température de paroi du réservoir, la pression interne du gaz ou l'humidité ambiante, mais également de pouvoir simuler leur impact sur un jumeau numérique.

Comme nous avons pu le voir au chapitre 2, le jumeau numérique du réservoir peut tout à fait correspondre à un domaine élémentaire représentatif (anneau). Il faut néanmoins pour cela que l'endommagement de l'enveloppe composite sur le tronçon central soit considéré homogène et aléatoirement réparti jusqu'à localisation avant rupture. Simuler l'impact en probabilité de survie des sollicitations hydro-thermo-mécaniques ainsi que leur couplage requiert des ressources numériques considérables en l'état actuel du développement des modèles. Mon projet de recherche vise à imaginer des stratégies de *réduction de modèle* pertinentes pour parvenir à réaliser ces calculs en un temps compatible avec les objectifs visés. Une collaboration avec Pierre KERFRIDEN, chercheur au Centre des Matériaux et spécialiste de ces questions numériques, permettrait d'exploiter des techniques très profitables (KERFRIDEN, 2018). Une connaissance approfondie de la physique et des mécanismes à l'œuvre est tout autant nécessaire que celle liée aux techniques informatiques. Vis-à-vis des simulations à l'échelle 1:1, c'est une démarche vertueuse que de profiter de la réduction de modèle pour acquérir plus de données qui en retour permettent d'améliorer les modèles physiques.

---

7. Éprouvette en forme d'anneau du BAM (« NOL-Ring » modifié).

8. En faisant l'hypothèse que la défaillance n'est pas liée à un autre organe du réservoir.

9. Essentiellement le chargement hydro-thermo-mécanique ordinaire. Les sollicitations accidentelles ne conduisant pas à la rupture mais ayant un impact sur l'intégrité du réservoir sont à examiner expressément.

## 5.4 En conclusion, prenons un peu d'altitude

Pour revenir à la métaphore utilisée en préambule de ce document, la construction d'un projet de recherche est à l'image d'une expédition en montagne. La marche d'approche est souvent bien balisée, l'objectif à atteindre bien identifié mais la voie à emprunter dépend de très nombreuses conditions. Si la maîtrise de la technique est essentielle, elle ne suffit pas. Les facteurs de réussite sont variés, à commencer par une bonne préparation et l'identification des passages clefs. Le guide que je deviens, est le garant du parcours emprunté, de sa décomposition en tronçons mettant en œuvre des compétences spécifiques. Le guide est par essence celui qui conduit, qui accompagne et il ne faut pas oublier les compagnons de cordée. Comprendre où sont les zones de confort des partenaires est déterminant dans la réussite d'un projet. Dans une perspective de partage et de transfert de savoirs, il ne faut pas hésiter à discuter de ses doutes avec ses pairs. Enfin si l'aventure s'avère trop hasardeuse ou risquée, c'est de la responsabilité du guide de trouver la voie pour contourner l'obstacle.

Parmi les nombreuses choses que j'ai pu apprendre au cours de ces dernières années de pratique de la recherche, c'est que les rencontres et découvertes que l'on peut faire en cours de route sont aussi importantes que la destination. À Gaston REBUFFAT de conclure :

« Souvent une ascension est née d'un rêve,  
d'une exaltation, d'un désir spontané, parfois irraisonné :  
un joli nom, une forme, une histoire, un souvenir  
et nous voilà à l'ancre d'un sommet ;  
mais vient le temps où il doit devenir un calcul,  
le rapport précis entre le but et les moyens de l'alpiniste ;  
de ce rapport découle la décision.<sup>10</sup> »

---

10. G. REBUFFAT. *La montagne est mon domaine*. Hoëbeke, 2002



# Table des matières

---

<b>Avant-propos</b>	<b>iii</b>
<b>Préambule</b>	<b>v</b>
<b>Acronymes &amp; Symboles</b>	<b>x</b>
<b>I Notice individuelle &amp; Synthèse des activités de recherche</b>	<b>1</b>
<b>II Mémoire</b>	<b>73</b>
<b>1 Introduction générale</b>	<b>77</b>
1.1 Au cœur des transitions . . . . .	77
1.1.1 Un monde en pleine mutation . . . . .	77
1.1.2 Vers des mobilités plus durables avec les matériaux composites . .	79
1.1.3 Focus sur le stockage H <sub>2</sub> hyperbare, fonction à maîtriser pour la mobilité . . . . .	80
1.2 Des activités clefs par essence multi-échelles . . . . .	82
1.3 Prédire <i>où et quand va frapper l'orage</i> , une démarche structurée en 4 piliers	84
1.3.1 Atteindre des prévisions <i>fidèles et justes</i> , la qualité des données . .	84
1.3.2 Des prévisions localisées, le poids de l'environnement . . . . .	85
1.3.3 Les quantités d'intérêt, apport des modèles hiérarchiques et adaptatifs	85
1.3.4 Comment prendre une décision, notion de risque . . . . .	86
1.4 Organisation du mémoire . . . . .	86
<b>2 Dimensionnement des structures composites</b>	<b>89</b>
2.1 Contexte et enjeux des travaux menés à l'échelle des structures . . . . .	89
2.2 Diffusion hydro-thermique sur un équipement de distribution d'eau . . . .	90
2.2.1 Sorption d'eau dans un composite à matrice polyphthalamide . . . .	91
2.2.2 Une double dépendance pour la diffusivité . . . . .	95
2.2.3 Un outil prédictif à haute sensibilité locale . . . . .	96
2.2.4 Extension du modèle . . . . .	99
2.3 Inventer un train arrière innovant – aide à la décision via l'optimisation .	99

2.3.1	Souple en torsion, raide en flexion, recours à l'optimisation topologique de la section . . . . .	100
2.3.2	Une optimisation multi-critères . . . . .	103
2.3.3	Au delà de l'application « traverse » . . . . .	104
2.4	Assemblages – capturer les forts gradients avec la $p$ -FEM . . . . .	105
2.4.1	Méthode- $p$ et fonctions d'interpolation hiérarchique . . . . .	107
2.4.2	Capturer les fortes variations de la solution . . . . .	108
2.4.3	Une implémentation modulaire et ouverte . . . . .	109
2.5	Simulation échelle 1:1 de l'éclatement d'un réservoir composite type IV . .	110
2.5.1	Le recours à la simulation stochastique pour optimiser le suivi des réservoirs . . . . .	111
2.5.2	Stratégie adoptée – le concept SERFAIR . . . . .	113
2.5.3	Facteurs de sécurité : estimer la probabilité de défaillance . . . . .	114
<b>3</b>	<b>Fluctuations morphologiques transverses</b>	<b>117</b>
3.1	Contexte et enjeux des travaux menés à l'échelle de l' <i>unidirectionnel</i> . . .	117
3.2	De grandes fluctuations morphologiques . . . . .	118
3.2.1	Porosité à toutes les échelles . . . . .	119
3.2.2	Quantifier le désordre . . . . .	123
3.2.3	Mesurer le confinement matriciel . . . . .	124
3.3	Comportement et rupture sous sollicitations transverses . . . . .	126
3.3.1	L'essai Brésilien de compression diamétrale . . . . .	126
3.3.2	Accéder au comportement de la matrice confinée . . . . .	128
3.4	Modélisation <i>hiérarchique</i> du comportement . . . . .	132
3.4.1	Modèle auto-cohérent généralisé & motifs morphologiques représentatifs . . . . .	133
3.4.2	Extension du modèle à la mécanique . . . . .	136
3.5	Calibrer les modèles et quantifier les incertitudes . . . . .	138
3.5.1	Générer des microstructures virtuelles représentatives . . . . .	138
3.5.2	Calibrer les modèles : MEF <i>vs</i> FFT . . . . .	139
<b>4</b>	<b>Comportement des renforts fibreux</b>	<b>143</b>
4.1	Contexte et enjeux des travaux menés à l'échelle mono-filamentaire . . . .	143
4.2	Bien appréhender le comportement mono-filamentaire . . . . .	144
4.2.1	Morphologie et microstructure de la fibre para-aramide . . . . .	145
4.2.2	Comportement thermo-mécanique longitudinal en chargement monotone et cyclique . . . . .	147
4.2.3	Apport du MEB-FIB ( <i>Focus Ion Beam</i> ) . . . . .	149
4.3	Accéder aux propriétés anisotropes des fibres . . . . .	150
4.3.1	L'essai Brésilien de compression diamétrale appliqué à une fibre unitaire . . . . .	150
4.3.2	L'indispensable expérimentation numérique en mécanique expérimentale . . . . .	152

4.4	Focus sur la distribution des propriétés à rupture . . . . .	153
4.4.1	Remonter aux sources des incertitudes expérimentales . . . . .	156
4.4.2	Évaluer l'influence de l'échantillonnage . . . . .	157
4.4.3	Les épreuves de la représentativité, répétabilité et reproductibilité . . . . .	157
4.5	Du bon usage de la distribution de Weibull . . . . .	159
4.5.1	Distribution de Weibull et taille de l'échantillon . . . . .	159
4.5.2	Effet de présélection, apport de l'approche bayésienne . . . . .	161
<b>5</b>	<b>Projet de recherche</b>	<b>163</b>
5.1	Le pouvoir des données à l'échelle des renforts . . . . .	164
5.1.1	Vers la mesure de la déformation <i>in-situ</i> . . . . .	164
5.1.2	La <i>science ouverte</i> ou le pouvoir des données . . . . .	166
5.2	Fluctuations morphologiques, vers une juste évaluation des propriétés thermo-mécaniques . . . . .	167
5.2.1	Calibrer avec efficience les paramètres de la modélisation morphologique . . . . .	167
5.2.2	Mieux exploiter la donnée des champs locaux . . . . .	169
5.3	Du matériau à la structure, efficience des transitions d'échelles . . . . .	170
5.3.1	Origine de la dispersion expérimentale à l'échelle 1:1 . . . . .	171
5.3.2	Approche ascendante, quantifier la variabilité matière . . . . .	171
5.3.3	Simulations à haute fidélité et risque de défaillance . . . . .	172
5.4	En conclusion, prenons un peu d'altitude . . . . .	173
	<b>Table des matières</b>	<b>177</b>
	<b>Table bibliographique</b>	<b>179</b>





## Table bibliographique

---

Cette table bibliographique suit un classement par auteur et par année de publication. Les alias utilisés dans la *notice individuelle étendue* (premier tome) y sont rappelés et les « confer » en fin de références renvoient aux passages concernées dans le *mémoire*, second tome du document.

- Y. BENVENISTE. « Revisiting the Generalized Self-Consistent Scheme in Composites : Clarification of Some Aspects and a New Formulation ». Dans : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 56.10 (oct. 2008), p. 2984-3002. DOI : 10.1016/j.jmps.2008.06.006  
cf. p. 133. .... (BENVENISTE, 2008).
- M.-H. BERGER et D. JEULIN. « Statistical Analysis of the Failure Stresses of Ceramic Fibres : Dependence of the Weibull Parameters on the Gauge Length, Diameter Variation and Fluctuation of Defect Density ». Dans : *Journal of Materials Science* 38.13 (juil. 2003), p. 2913-2923. DOI : 10.1023/A:1024405123420  
cf. p. 161. .... (BERGER et JEULIN, 2003).
- J. BERSON, E. DUBE et J. VENEAU. « Barre Tubulaire de Torsion et Son Application à Une Traverse Pour Essieu de Véhicule Automobile ». EP2340950. Brevet européen. Juil. 2011  
cf. p. 99. .... (BERSON, DUBE et VENEAU, 2011a).
- J. BERSON, E. DUBE et J. VENEAU. « Barre Tubulaire de Torsion et Son Application à Une Traverse Pour Essieu de Véhicule Automobile ». FR2954921. Juil. 2011  
cf. p. 99. .... (BERSON, DUBE et VENEAU, 2011b).
- Z. BIENIAWSKI et I. HAWKES. « Suggested Methods for Determining Tensile Strength of Rock Materials ». Dans : *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences & Geomechanics Abstracts* 15.3 (juin 1978), p. 99-103. DOI : 10.1016/0148-9062(78)90003-7  
cf. p. 126. .... (BIENIAWSKI et HAWKES, 1978).
- H. BLADES. « Dry Jet Wet Spinning Process ». US3767756A. Oct. 1973  
cf. p. 145. .... (BLADES, 1973).

- S. BLASSIAU, A. BUNSELL et A. THIONNET. « Damage Accumulation Processes and Life Prediction in Unidirectional Composites ». Dans : *Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 463.2080 (avr. 2007), p. 1135-1152. DOI : 10.1098/rspa.2007.1817  
cf. p. 110. .... (BLASSIAU, A. BUNSELL et THIONNET, 2007).
- J. BLONDEL, S. JOANNÈS et E. HERVÉ-LUANCO. « Analytical Modelling of the Effect of Morphological Fluctuations on the Transverse Elastic Behaviour of Unidirectional Fibre Reinforced Composites ». Dans : *International Journal of Solids and Structures* 206 (2020), p. 436-455. DOI : 10.1016/j.ijsolstr.2020.06.001  
cf. p. 132, 133, 136. .... (BLONDEL, JOANNÈS et HERVÉ-LUANCO, 2020).  
**Citation connexe – alias – [art. 15].**
- J. BLONDEL. « Estimation du comportement élastique transverse de composites unidirectionnels, application à l'étude du rôle des fluctuations morphologiques locales ». (12/2016-11/2021, 59 mois ). Thèse de doctorat sous la direction d'Eveline Hervé-Luanco (HDR), co-encadrement Sébastien Joannès. Paris, France : Université de Recherche Paris Sciences et Lettres, nov. 2021  
cf. p. 108, 123, 132, 136, 137, 139, 140.....(BLONDEL, 2021).  
**Citation connexe – alias – [PhD. 14].**
- M. BORNERT, C. STOLZ et A. ZAOUI. « Morphologically Representative Pattern-Based Bounding in Elasticity ». Dans : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 44.3 (mar. 1996), p. 307-331. DOI : 10.1016/0022-5096(95)00083-6  
cf. p. 133, 169.....(BORNERT, STOLZ et ZAOUI, 1996).
- P. W. BRIDGMAN. « The Stress Distribution at the Neck of a Tension Specimen ». Dans : *Trans. ASME* 32 (1944), p. 553-574  
cf. p. 129.....(BRIDGMAN, 1944).
- A. R. BUNSELL, S. JOANNÈS et A. THIONNET. *Fundamentals of Fibre Reinforced Composite Materials*. (New edition). CRC Press, Taylor & Francis Group, mar. 2021. ISBN : 978-0-367-02373-7  
cf. p. 91, 110, 143. .... (A. R. BUNSELL, JOANNÈS et THIONNET, 2021).  
**Citation connexe – alias – [ouv. 2].**
- V. A. BURYACHENKO, N. J. PAGANO, R. Y. KIM et J. E. SPOWART. « Quantitative Description and Numerical Simulation of Random Microstructures of Composites and Their Effective Elastic Moduli ». Dans : *International Journal of Solids and Structures* 40.1 (jan. 2003), p. 47-72. DOI : 10.1016/S0020-7683(02)00462-6  
cf. p. 139. .... (BURYACHENKO, PAGANO, KIM et SPOWART, 2003).
- H.-A. CAYZAC. « Analyses expérimentale et numérique de l'endommagement matriciel d'un matériau composite : Cas d'un pultrudé thermoplastique renforcé de fibres de verre ». (12/2010-09/2014, 45 mois). Thèse de doctorat sous la direction de Lucien Laiarinandrasana (HDR), co-encadrement Sébastien Joannès. Paris, France : École Nationale Supérieure des Mines de Paris, sept. 2014

- cf. p. 99, 110, 121-123, 125-130, 132. .... (CAYZAC, 2014).  
**Citation connexe – alias – [PhD. 2].**
- C. CHISARI et C. AMADIO. « TOSCA : A Tool for Optimisation in Structural and Civil Engineering Analyses ». Dans : *International Journal of Advanced Structural Engineering* 10.4 (déc. 2018), p. 401-419. DOI : 10.1007/s40091-018-0205-1  
 cf. p. 103. .... (CHISARI et AMADIO, 2018).
- H. Y. CHOU, A. R. BUNSELL, G. MAIR et A. THIONNET. « Effect of the Loading Rate on Ultimate Strength of Composites. Application : Pressure Vessel Slow Burst Test ». Dans : *Composite Structures* 104 (oct. 2013), p. 144-153. DOI : 10.1016/j.compstruct.2013.04.003  
 cf. p. 113. .... (CHOU, BUNSELL, MAIR et THIONNET, 2013).
- R. M. CHRISTENSEN et K. H. LO. « Solutions for Effective Shear Properties in Three Phase Sphere and Cylinder Models ». Dans : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 27.4 (août 1979), p. 315-330. DOI : 10.1016/0022-5096(79)90032-2  
 cf. p. 133. .... (CHRISTENSEN et LO, 1979).
- R. M. CHRISTENSEN. *Mechanics of Composite Materials*. Wiley, sept. 1979. ISBN : 0471051675  
 cf. p. 126. .... (CHRISTENSEN, 1979).
- R. M. CHRISTENSEN. « A Critical Evaluation for a Class of Micro-Mechanics Models ». Dans : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 38.3 (jan. 1990), p. 379-404. DOI : 10.1016/0022-5096(90)90005-O  
 cf. p. 133, 168. .... (CHRISTENSEN, 1990).
- R. W. CLOUGH. « Early History of the Finite Element Method from the View Point of a Pioneer ». Dans : *International Journal for Numerical Methods in Engineering* 60.1 (2004), p. 283-287. DOI : 10.1002/nme.962  
 cf. p. 140. .... (CLOUGH, 2004).
- D. COHEN. « Influence of Filament Winding Parameters on Composite Vessel Quality and Strength ». Dans : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 28.12 (jan. 1997), p. 1035-1047. DOI : 10.1016/S1359-835X(97)00073-0  
 cf. p. 120. .... (COHEN, 1997).
- F. COTTIN et B. RIFFIER. « Barre Tubulaire de Torsion Ajouree de Vehicule Automobile ». WO2015092183. Brevet international. Juin 2015  
 cf. p. 99. .... (COTTIN et RIFFIER, 2015a).
- F. COTTIN et B. RIFFIER. « Barre Tubulaire de Torsion Ajouree de Vehicule Automobile ». FR3015372. Juin 2015  
 cf. p. 99. .... (COTTIN et RIFFIER, 2015b).
- J. CRANK. *The Mathematics of Diffusion*. Clarendon Press, 1956  
 cf. p. 92, 94. .... (CRANK, 1956).

- J. DELCROIX. *Fibre Aramide : Comportement Mécanique Multi-Axial et Effets de Coopérativité*. Stage M2 Sous La Direction Académique de Alba Marcellan et Sébastien Joannès. (février à août 2016). Michelin, 2016  
cf. p. 145, 149.....(DELCROIX, 2016).  
**Citation connexe – alias – [sta. 7].**
- M. G. DOBB et R. M. ROBSON. « Structural Characteristics of Aramid Fibre Variants ». Dans : *Journal of Materials Science* 25.1 (jan. 1990), p. 459-464. DOI : 10.1007/BF00714056  
cf. p. 146. .... (DOBB et ROBSON, 1990).
- G. DOLEV et O. ISHAI. « Mechanical Characterization of Adhesive Layer In-Situ and as Bulk Material ». Dans : *The Journal of Adhesion* 12.4 (oct. 1981), p. 283-294. DOI : 10.1080/00218468108071207  
cf. p. 128. .... (DOLEV et ISHAI, 1981).
- B. EFRON. « Bayesians, Frequentists, and Scientists ». Dans : *Journal of the American Statistical Association* 100.469 (mar. 2005), p. 1-5. DOI : 10.1198/016214505000000033  
cf. p. 161. .... (EFRON, 2005).
- H. A. ESCHENAUER et N. OLHOFF. « Topology Optimization of Continuum Structures : A Review ». Dans : *Applied Mechanics Reviews* 54.4 (juil. 2001), p. 331-390. DOI : 10.1115/1.1388075  
cf. p. 103. .... (ESCHENAUER et OLHOFF, 2001).
- E. M. R. FAIRBAIRN et F.-J. ULM. « A Tribute to Fernando L. L. B. Carneiro (1913-2001) Engineer and Scientist Who Invented the Brazilian Test ». Dans : *Materials and Structures* 35.3 (avr. 2002), p. 195-196. DOI : 10.1007/BF02533589  
cf. p. 126. .... (FAIRBAIRN et ULM, 2002).
- A. FICK. « Ueber Diffusion ». Dans : *Annalen der Physik* 170.1 (1855), p. 59-86. DOI : 10.1002/andp.18551700105  
cf. p. 92. .... (FICK, 1855).
- A. FICK. « On Liquid Diffusion ». Dans : *Journal of Membrane Science. The Early History of Membrane Science Selected Papers Celebrating Vol. 100* 100.1 (mar. 1995), p. 33-38. DOI : 10.1016/0376-7388(94)00230-V  
cf. p. 92. .... (FICK, 1995).
- M. FONTENOY et Y. ARTHUS-BERTRAND. *Bleu, un océan de solutions*. Paris : Belin, nov. 2020. ISBN : 978-2-410-02254-4  
cf. p. 90. .... (FONTENOY et ARTHUS-BERTRAND, 2020).
- J. GAO, Y. NIE, B. H. LIM, X. ZHAI, N. KEDIR et W. CHEN. « In-Situ Observation of Cutting-Induced Failure Processes of Single High-Performance Fibers inside a SEM ». Dans : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 131 (avr. 2020), p. 105767. DOI : 10.1016/j.compositesa.2020.105767  
cf. p. 146. .... (GAO, NIE, LIM, ZHAI, KEDIR et CHEN, 2020).

- E. GHOSSEIN et M. LÉVESQUE. « A Fully Automated Numerical Tool for a Comprehensive Validation of Homogenization Models and Its Application to Spherical Particles Reinforced Composites ». Dans : *International Journal of Solids and Structures* 49.11 (juin 2012), p. 1387-1398. DOI : 10.1016/j.ijsolstr.2012.02.021  
cf. p. 139, 140..... (GHOSSEIN et LÉVESQUE, 2012).
- S. GILLET. « Analyse de l'endommagement et critère en fatigue-fluage de polyamides renforcés ». (10/2016-03/2022, 65 mois). Thèse de doctorat sous la direction de Lucien Laiarinandrasana (HDR), co-encadrement Sébastien Joannès. Paris, France : Université de Recherche Paris Sciences et Lettres, mar. 2022  
cf. p. 123, 130..... (GILLET, 2022).  
**Citation connexe – alias – [PhD. 15].**
- A. A. GRIFFITH. « The Phenomena of Rupture and Flow in Solids ». Dans : *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical or Physical Character* 221 (1921), p. 163-198  
cf. p. 159..... (GRIFFITH, 1921).
- M. GRUJICIC, R. YAVARI, S. RAMASWAMI, J. S. SNIPES, C.-F. YEN et B. A. CHEESEMAN. « Molecular-Level Study of the Effect of Prior Axial Compression/Torsion on the Axial-Tensile Strength of PPTA Fibers ». Dans : *Journal of Materials Engineering and Performance* 22.11 (nov. 2013), p. 3269-3287. DOI : 10.1007/s11665-013-0648-2  
cf. p. 152. ... (GRUJICIC, YAVARI, RAMASWAMI, SNIPES, YEN et CHEESEMAN, 2013).
- T. HALCONRUY. *Les liaisons au sol*. ETAI. Oct. 1995. ISBN : 2-7268-8250-1  
cf. p. 100, 102. .... (HALCONRUY, 1995).
- M. HERRÁEZ, A. FERNÁNDEZ, C. S. LOPES et C. GONZÁLEZ. « Strength and Toughness of Structural Fibres for Composite Material Reinforcement ». Dans : *Philosophical Transactions of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 374.2071 (juil. 2016), p. 20150274. DOI : 10.1098/rsta.2015.0274  
cf. p. 149. .... (HERRÁEZ, FERNÁNDEZ, LOPES et GONZÁLEZ, 2016).
- E. HERVE et A. ZAOUI. « Elastic Behaviour of Multiply Coated Fibre-Reinforced Composites ». Dans : *International Journal of Engineering Science* 33.10 (août 1995), p. 1419-1433. DOI : 10.1016/0020-7225(95)00008-L  
cf. p. 133. .... (HERVE et ZAOUI, 1995).
- E. HERVE et A. ZAOUI. « N-Layered Inclusion-Based Micromechanical Modelling ». Dans : *International Journal of Engineering Science* 31.1 (jan. 1993), p. 1-10. DOI : 10.1016/0020-7225(93)90059-4  
cf. p. 133. .... (HERVE et ZAOUI, 1993).
- E. HERVÉ-LUANCO. « Elastic Behaviour of Multiply Coated Fibre-Reinforced Composites : Simplification of the (N+1)-Phase Model and Extension to Imperfect Interfaces ». Dans : *International Journal of Solids and Structures* 196-197 (juil. 2020), p. 10-25. DOI : 10.1016/j.ijsolstr.2020.03.013  
cf. p. 133..... (HERVÉ-LUANCO, 2020).

- E. HERVÉ-LUANCO. « Elastic Behavior of Composites Containing Multi-Layer Coated Particles with Imperfect Interface Bonding Conditions and Application to Size Effects and Mismatch in These Composites ». Dans : *International Journal of Solids and Structures* 51.15 (août 2014), p. 2865-2877. DOI : 10.1016/j.ijsolstr.2014.04.008  
cf. p. 134.....(HERVÉ-LUANCO, 2014).
- E. HERVÉ-LUANCO et S. JOANNÈS. « Multiscale Modelling of Transport Phenomena for Materials with N-Layered Embedded Fibres. Part I : Analytical and Numerical-Based Approaches ». Dans : *International Journal of Solids and Structures* 97-98 (oct. 2016), p. 625-636. DOI : 10.1016/j.ijsolstr.2016.05.015  
cf. p. 133, 134. .... (HERVÉ-LUANCO et JOANNÈS, 2016).  
**Citation connexe – alias – [art. 10].**
- T. HOURDOU. « Modélisation Numérique Du Revêtement d'isolation Thermique de Canalisation Sous-Marines ». Thèse en cours depuis 2019. Thèse de Doctorat Sous La Direction de Lucien Laiarinandrasana, Co-Encadrement Alain Thionnet et Cristian Ovalle-Rodas. Paris, France : Université de Recherche Paris Sciences et Lettres, 2022  
cf. p. 139.....(HOURDOU, 2022).
- IDDRI, FING, WWF~FRANCE et GREENIT.FR. *Livre Blanc Numérique et Environnement*. 2018  
cf. p. 79. .... (IDDRI, FING, WWF~FRANCE et GREENIT.FR, 2018).
- F. ISLAM. « Probabilistic Single Fibre Characterisation to Improve Stochastic Strength Modelling of Unidirectional Composites ». (03/2017-03/2020, 36 mois). Thèse de Doctorat Sous La Direction de Lucien Laiarinandrasana (HDR), Co-Encadrement Sébastien Joannès. Paris, France : Université de Recherche Paris Sciences et Lettres, juin 2020  
cf. p. 155, 161.....(ISLAM, 2020).  
**Citation connexe – alias – [PhD. 11].**
- F. ISLAM, S. JOANNÈS, S. BUCKNELL, Y. LERAY, A. R. BUNSELL et L. LAIARINANDRASANA. « Investigation of Tensile Strength and Dimensional Variation of T700 Carbon Fibres Using an Improved Experimental Setup ». Dans : *Journal of reinforced plastics and composites* 39.3-4 (fév. 2020). DOI : 10.1177/0731684419873712  
cf. p. 159, 160. .... (ISLAM, JOANNÈS, BUCKNELL, LERAY, BUNSELL et LAIARINANDRASANA, 2020).  
**Citation connexe – alias – [art. 16].**
- F. ISLAM, S. JOANNÈS et L. LAIARINANDRASANA. « Evaluation of Critical Parameters in Tensile Strength Measurement of Single Fibres ». Dans : *Journal of Composites Science* 3.3 (sept. 2019), p. 69. DOI : 10.3390/jcs3030069  
cf. p. 156. .... (ISLAM, JOANNÈS et LAIARINANDRASANA, 2019).  
**Citation connexe – alias – [art. 13].**

- S. JOANNÈS. « Caractérisation mécanique et outil d'aide au dimensionnement des collages structuraux ». Thèse de doctorat sous la direction de Jacques Renard (HDR). Paris, France : École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2007  
cf. p. 105, 108, 109, 128. .... (JOANNÈS, 2007).
- S. JOANNÈS. *Eco-Concevoir Avec Abaqus : Optimisation Topologique*. SIMULIA Regional User Meeting. Vélizy, France, nov. 2010  
cf. p. 103. .... (JOANNÈS, 2010).  
**Citation connexe – alias – [com. 1].**
- S. JOANNÈS et E. HERVÉ-LUANCO. « Multiscale Modelling of Transport Phenomena for Materials with N-Layered Embedded Fibres. Part II : Investigation of Fibre Packing Effects ». Dans : *International Journal of Solids and Structures* 97-98 (oct. 2016), p. 566-574. DOI : 10.1016/j.ijsolstr.2016.06.026  
cf. p. 133-136. .... (JOANNÈS et HERVÉ-LUANCO, 2016).  
**Citation connexe – alias – [art. 9].**
- S. JOANNÈS, F. ISLAM et L. LAIARINANDRASANA. « Uncertainty in Fibre Strength Characterisation Due to Uncertainty in Measurement and Sampling Randomness ». Dans : *Applied Composite Materials* 27.3 (juin 2020), p. 165-184. DOI : 10.1007/s10443-020-09803-9  
cf. p. 155, 157, 158. .... (JOANNÈS, ISLAM et LAIARINANDRASANA, 2020).  
**Citation connexe – alias – [art. 17].**
- S. JOANNÈS, L. MAZÉ et A. R. BUNSELL. « A Concentration-Dependent Diffusion Coefficient Model for Water Sorption in Composite ». Dans : *Composite Structures* 108 (fév. 2014), p. 111-118. DOI : 10.1016/j.compstruct.2013.09.007  
cf. p. 91, 96, 133. .... (JOANNÈS, MAZÉ et A. R. BUNSELL, 2014a).  
**Citation connexe – alias – [art. 4].**
- S. JOANNÈS, L. MAZÉ et A. R. BUNSELL. « A Simple Method for Modeling the Concentration-Dependent Water Sorption in Reinforced Polymeric Materials ». Dans : *Composites Part B : Engineering* 57 (fév. 2014), p. 219-227. DOI : 10.1016/j.compositesb.2013.10.004  
cf. p. 91, 96, 97, 133. .... (JOANNÈS, MAZÉ et A. R. BUNSELL, 2014b).  
**Citation connexe – alias – [art. 3].**
- S. JOANNÈS et J. RENARD. « Abaqus User Element for an Accurate Modeling of Adhesive Joints on Coarse Meshes ». Dans : *SSC 2009 - SIMULIA Customer Conference*. London, United Kingdom, mai 2009  
cf. p. 109. .... (JOANNÈS et RENARD, 2009).  
**Citation connexe – alias – [act. 3].**
- Y. JOLIFF, L. BELEC et J. F. CHAILAN. « Modified Water Diffusion Kinetics in an Unidirectional Glass/Fibre Composite Due to the Interphase Area : Experimental, Analytical and Numerical Approach ». Dans : *Composite Structures* 97 (mar. 2013), p. 296-303. DOI : 10.1016/j.compstruct.2012.09.044  
cf. p. 134. .... (JOLIFF, BELEC et CHAILAN, 2013).

- Y. JOLIFF, W. REKIK, L. BELEC et J. F. CHAILAN. « Study of the Moisture/Stress Effects on Glass Fibre/Epoxy Composite and the Impact of the Interphase Area ». Dans : *Composite Structures* 108 (fév. 2014), p. 876-885. DOI : 10.1016/j.compstruct.2013.10.001  
cf. p. 134. .... (JOLIFF, REKIK, BELEC et CHAILAN, 2014).
- P. KERFRIDEN. « Towards the next Generation of High-Fidelity Simulators for Online Computing : Adaptive Modelling through the Scales ». Thèse de doct. Jan. 2018  
cf. p. 172. .... (KERFRIDEN, 2018).
- W. F. KNOFF. « Mechanical Behavior of Respirable Fibrils of Kevlar Aramid Fibre, Glass, and Asbestos ». Dans : *The Journal of The Textile Institute* 84.1 (jan. 1993), p. 130-137. DOI : 10.1080/00405009308631253  
cf. p. 146. .... (KNOFF, 1993).
- L. KONOPASEK et J. W. S. HEARLE. « The Tensile Fatigue Behavior of Para-Oriented Aramid Fibers and Their Fracture Morphology ». Dans : *Journal of Applied Polymer Science* 21.10 (1977), p. 2791-2815. DOI : 10.1002/app.1977.070211017  
cf. p. 146. .... (KONOPASEK et HEARLE, 1977).
- M.-H. LAFITTE. « Caractérisation de la fibre aramide Kevlar 29 : étude du comportement et des propriétés mécaniques en tension et en torsion ». Thèse de doctorat. Paris, France : École Nationale Supérieure des Mines de Paris, juil. 1981  
cf. p. 145. .... (LAFITTE, 1981).
- L. LAIARINANDRASANA, E. GAUDICHET, S. OBERTI et C. DEVILLIERS. « Effects of Aging on the Creep Behaviour and Residual Lifetime Assessment of Polyvinyl Chloride (PVC) Pipes ». Dans : *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 88.2 (fév. 2011), p. 99-108. DOI : 10.1016/j.ijpvp.2011.01.002  
cf. p. 91. .... (LAIARINANDRASANA, GAUDICHET, OBERTI et DEVILLIERS, 2011).
- C. LANTUÉJOUL. « Ergodicity and Integral Range ». Dans : *Journal of Microscopy* 161.3 (1991), p. 387-403. DOI : 10.1111/j.1365-2818.1991.tb03099.x  
cf. p. 113. .... (LANTUÉJOUL, 1991).
- C. LARQUET. *Comportement Des Fibres Aramides Face à Des Sollicitations Thermomécaniques et Cycliques*. Stage M2 Sous La Direction Académique de Alba Marcellan et Sébastien Joannès. (février à août 2015). Michelin, 2015  
cf. p. 145. .... (LARQUET, 2015).  
**Citation connexe – alias – [sta. 4].**
- K.-G. LEE, R. BARTON JR. et J. M. SCHULTZ. « Structure and Property Development in Poly(p-Phenylene Terephthalamide) during Heat Treatment under Tension ». Dans : *Journal of Polymer Science Part B : Polymer Physics* 33.1 (1995), p. 1-14. DOI : 10.1002/polb.1995.090330101  
cf. p. 146. .... (LEE, BARTON JR. et SCHULTZ, 1995).



- L. LILLEHEDEN. « Mechanical Properties of Adhesives in Situ and in Bulk ». Dans : *International Journal of Adhesion and Adhesives* 14.1 (jan. 1994), p. 31-37. DOI : 10.1016/0143-7496(94)90018-3  
cf. p. 128. .... (LILLEHEDEN, 1994).
- B. D. LUBACHEVSKY. « How to Simulate Billiards and Similar Systems ». Dans : *Journal of Computational Physics* 94.2 (juin 1991), p. 255-283. DOI : 10.1016/0021-9991(91)90222-7  
cf. p. 139. .... (LUBACHEVSKY, 1991).
- B. D. LUBACHEVSKY et F. H. STILLINGER. « Geometric Properties of Random Disk Packings ». Dans : *Journal of Statistical Physics* 60.5 (sept. 1990), p. 561-583. DOI : 10.1007/BF01025983  
cf. p. 139. .... (LUBACHEVSKY et STILLINGER, 1990).
- G. MAIR. *Safety Assessment of Composite Cylinders for Gas Storage by Statistical Methods*. Springer. Oct. 2017. ISBN : 978-3-319-49710-5  
cf. p. 110, 171. .... (MAIR, 2017).
- G. MATHERON. *The Theory of Regionalized Variables and Its Applications*. Paris : Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1971  
cf. p. 123. .... (MATHERON, 1971).
- C. MATTHECK. *Design in Nature : Learning from Trees*. Springer. 1998. ISBN : 3-540-62937-8  
cf. p. 102. .... (MATTHECK, 1998).
- L. MAZÉ. « Etude et Modélisation Du Vieillissement Hygrothermique de Polyphthalamides Renforcés Fibres de Verre Courtes ». (10/2008-12/2012, 50 mois). Thèse de Doctorat Sous La Direction d'Anthony Bunsell (HDR), Co-Encadrement Sébastien Joannès. Paris, France : École Nationale Supérieure des Mines de Paris, déc. 2012  
cf. p. 91, 95, 97. .... (MAZÉ, 2012).  
**Citation connexe – alias – [PhD. 1].**
- M. MEHDIKHANI, L. GORBATIKH, I. VERPOEST et S. V. LOMOV. « Voids in Fiber-Reinforced Polymer Composites : A Review on Their Formation, Characteristics, and Effects on Mechanical Performance ». Dans : *Journal of Composite Materials* 53.12 (mai 2019), p. 1579-1669. DOI : 10.1177/0021998318772152  
cf. p. 119. .... (MEHDIKHANI, GORBATIKH, VERPOEST et LOMOV, 2019).
- F. MESQUITA, Y. SWOLFS, S. V. LOMOV et L. GORBATIKH. « In-Situ Synchrotron Computed Tomography Tensile Testing Observations of the Hybrid Effect : A Comparison with Theory ». Dans : *Composites Part B : Engineering* 235 (avr. 2022), p. 109765. DOI : 10.1016/j.compositesb.2022.109765  
cf. p. 154. .... (MESQUITA, SWOLFS, LOMOV et GORBATIKH, 2022).

- Z. A. MOHD ISHAK et J. P. BERRY. « Effect of Moisture Absorption on the Dynamic Mechanical Properties of Short Carbon Fiber Reinforced Nylon 6, 6 ». Dans : *Polymer Composites* 15.3 (1994), p. 223-230. DOI : 10.1002/pc.750150308  
cf. p. 96. .... (MOHD ISHAK et BERRY, 1994).
- J. MOIZIARD. *L'hydrogène, PAC'te Pour l'avenir*. 2011  
cf. p. 80. .... (MOIZIARD, 2011).
- R. J. MORGAN, C. O. PRUNEDA et W. J. STEELE. « The Relationship between the Physical Structure and the Microscopic Deformation and Failure Processes of Poly(p-Phenylene Terephthalamide) Fibers ». Dans : *Journal of Polymer Science : Polymer Physics Edition* 21.9 (1983), p. 1757-1783. DOI : 10.1002/pol.1983.180210913  
cf. p. 146. .... (MORGAN, PRUNEDA et STEELE, 1983).
- H. MOULINEC et P. SUQUET. « A Numerical Method for Computing the Overall Response of Nonlinear Composites with Complex Microstructure ». Dans : *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 157.1 (avr. 1998), p. 69-94. DOI : 10.1016/S0045-7825(97)00218-1  
cf. p. 140. .... (MOULINEC et SUQUET, 1998).
- H. MOULINEC et P. SUQUET. « A Fast Numerical Method for Computing the Linear and Nonlinear Mechanical Properties of Composites ». Dans : *Comptes Rendus de l'Académie des sciences. Série II. Mécanique, physique, chimie, astronomie* (avr. 1994)  
cf. p. 140. .... (MOULINEC et SUQUET, 1994).
- F. N'GUYEN. « Morphologie Mathématique Appliquée Au Développement d'outils de Maillage EF Automatiques Dans Le Cas de Microstructures Hétérogènes Bi et Multiphasées ». These de Doctorat. Lille 1, déc. 2014  
cf. p. 139. .... (N'GUYEN, 2014).
- M. PANAR, P. AVAKIAN, R. C. BLUME, K. H. GARDNER, T. D. GIERKE et H. H. YANG. « Morphology of Poly(p-Phenylene Terephthalamide) Fibers ». Dans : *Journal of Polymer Science : Polymer Physics Edition* 21.10 (1983), p. 1955-1969. DOI : 10.1002/pol.1983.180211006  
cf. p. 146. .... (PANAR, AVAKIAN, BLUME, GARDNER, GIERKE et YANG, 1983).
- E. PHONGPHINITTANA. « Assemblages composites-polymères après traitement par plasma atmosphérique du composite : caractérisation mécaniques et modélisation ». (10/2010-12/2014, 50 mois). Thèse de doctorat sous la direction de Jacques Renard (HDR), co-encadrement Sébastien Joannès. Paris, France : École Nationale Supérieure des Mines de Paris, déc. 2014  
cf. p. 108. .... (PHONGPHINITTANA, 2014).
- Citation connexe – alias – [PhD. 4].**
- A. PILATO. « Caractérisation Des Structures Composites Bobinées Épaisses, Application à l'étude Du Comportement de Réservoirs de Stockage d'hydrogène ». These de Doctorat. Bordeaux 1, déc. 2011  
cf. p. 120. .... (PILATO, 2011).

- V. PLACET, M. BLOT, T. WEEMAES, H. BERNOLLIN, G. LAURENT, F. AMIOT, C. CLÉVY et J. BEAUGRAND. « Transverse Compressive Properties of Natural Fibers Determined Using Micro Mechatronic Systems and 2D Full-Field Measurements ». Dans : *Materials Today : Proceedings*. 4th International Conference on Natural Fibers Smart Sustainable Materials, ICNF 2019 31 (jan. 2020), S303-S308. DOI : 10.1016/j.matpr.2020.01.383  
cf. p. 150. . . . (PLACET, BLOT, WEEMAES, BERNOLLIN, LAURENT, AMIOT, CLÉVY et BEAUGRAND, 2020).
- P.-A. POULET. « Effet de la variabilité microstructurale sur le comportement d'un composite UD verre/PA11 : de la caractérisation expérimentale à la modélisation multi-échelle ». (10/2013-11/2017, 49 mois). Thèse de doctorat sous la direction de Lucien Laiarinandrasana (HDR), co-encadrement Sébastien Joannès. Paris, France : Université de Recherche Paris Sciences et Lettres, nov. 2017  
cf. p. 110, 117, 123, 124, 129-131, 138-140. . . . . (POULET, 2017).  
**Citation connexe – alias – [PhD. 6].**
- R. PYRZ. « Microstructural Description of Composites, Statistical Methods ». Dans : *Mechanics of Microstructured Materials*. Sous la dir. de H. J. BÖHM. Vienna : Springer, 2004, p. 173-233. ISBN : 978-3-7091-2776-6  
cf. p. 123. . . . . (PYRZ, 2004).
- A. RAJPUROHIT. « Development of advanced carbon/glass fibre based hybrid composites ». (03/2017-04/2020, 37 mois). Thèse de doctorat sous la direction de Lucien Laiarinandrasana (HDR), co-encadrement Sébastien Joannès. Paris, France : Université de Recherche Paris Sciences et Lettres, 2020  
cf. p. 138, 158. . . . . (RAJPUROHIT, 2020).  
**Citation connexe – alias – [PhD. 10].**
- F. RASSELET. « Analyse et modélisation du comportement mécanique d'un composite renforcé de fibres de carbone, soumis à des chargements complexes ». (03/2014-09/2018, 54 mois). Thèse de doctorat sous la direction de Jacques Renard (HDR), co-encadrement Sébastien Joannès. Paris, France : Université de Recherche Paris Sciences et Lettres, sept. 2018  
cf. p. 123, 130. . . . . (RASSELET, 2018).  
**Citation connexe – alias – [PhD. 8].**
- S. REBOUILLAT, J. C. M. PENG et J. -B. DONNET. « Surface Structure of Kevlar Fiber Studied by Atomic Force Microscopy and Inverse Gas Chromatography ». Dans : *Polymer* 40.26 (déc. 1999), p. 7341-7350. DOI : 10.1016/S0032-3861(99)00040-3  
cf. p. 146. . . . . (REBOUILLAT, PENG et DONNET, 1999).
- D. REIS, B. VIAN et C. BAJON. *Le monde des fibres*. Belin. Paris, 2006. ISBN : 2-7011-3156-1  
cf. p. 102, 144. . . . . (REIS, VIAN et BAJON, 2006).

- C. RICHARD. « Compréhension à l'échelle filamentaire, des liens mise-en-oeuvre/structure/propriétés des fibres aramide ». (10/2018-06/2021, 33 mois). Thèse de doctorat sous la direction de Alba Marcellan (HDR), co-encadrement Sébastien Joannès. Paris, France : Université Pierre et Marie Curie - Sorbonne Universités, juin 2021  
cf. p. 99, 145-148, 150, 152. .... (RICHARD, 2021).  
**Citation connexe – alias – [PhD. 13].**
- B. D. RIPLEY. « Modelling Spatial Patterns ». Dans : *Journal of the Royal Statistical Society : Series B (Methodological)* 39.2 (1977), p. 172-192. DOI : 10.1111/j.2517-6161.1977.tb01615.x  
cf. p. 123. .... (RIPLEY, 1977).
- M. R. ROENBECK, E. J. SANDOZ-ROSADO, J. CLINE, V. WU, P. MOY, M. AFSHARI, D. REICHERT, S. R. LUSTIG et K. E. STRAWHECKER. « Probing the Internal Structures of Kevlar Fibers and Their Impacts on Mechanical Performance ». Dans : *Polymer* 128 (oct. 2017), p. 200-210. DOI : 10.1016/j.polymer.2017.09.039  
cf. p. 146. . (ROENBECK, SANDOZ-ROSADO, CLINE, WU, MOY, AFSHARI, REICHERT, LUSTIG et STRAWHECKER, 2017).
- J. ROJEK. « Effect of Voids in Thick-Walled Composite Pressure Vessels : Experimental Observations and Numerical Modelling ». (02/2017-03/2020, 37 mois). Thèse de Doctorat Sous La Direction d'Alain Thionnet (HDR), Co-Encadrement Sébastien Joannès. Paris, France : Université de Recherche Paris Sciences et Lettres, juin 2020  
cf. p. 110, 120, 121, 126, 138, 139. .... (ROJEK, 2020).  
**Citation connexe – alias – [PhD. 9].**
- K. AHIN, J. K. CLAWSON, J. SINGLETARY et I. CHASIOTIS. « Shear Strength of Homopolymer and Copolymer Aramid Fibers ». Dans : *Polymer* 186 (jan. 2020), p. 122034. DOI : 10.1016/j.polymer.2019.122034  
cf. p. 149. .... (AHIN, CLAWSON, SINGLETARY et CHASIOTIS, 2020).
- M. SCHNEIDER. « A Review of Nonlinear FFT-Based Computational Homogenization Methods ». Dans : *Acta Mechanica* 232.6 (juin 2021), p. 2051-2100. DOI : 10.1007/s00707-021-02962-1  
cf. p. 140. .... (SCHNEIDER, 2021).
- O. SIGMUND. « A 99 Line Topology Optimization Code Written in Matlab ». Dans : *Structural and Multidisciplinary Optimization* 21.2 (avr. 2001), p. 120-127. DOI : 10.1007/s001580050176  
cf. p. 103. .... (SIGMUND, 2001).
- B. SZABO et I. BABUSKA. *Finite Element Analysis*. Wiley. New York, 1991. ISBN : 9780471502739  
cf. p. 107. .... (SZABO et BABUSKA, 1991).

- S. TIMOSHENKO. *History of Strength of Materials : With a Brief Account of the History of Theory of Elasticity and Theory of Structures*. McGraw-Hill, 1953  
cf. p. 159. .... (TIMOSHENKO, 1953).
- M. T. TODINOV. « Is Weibull Distribution the Correct Model for Predicting Probability of Failure Initiated by Non-Interacting Flaws ? » Dans : *International Journal of Solids and Structures* 46.3 (fév. 2009), p. 887-901. DOI : 10.1016/j.ijsolstr.2008.09.033  
cf. p. 159. .... (TODINOV, 2009).
- D. VALENTIN, F. PARAY et B. GUETTA. « The Hygrothermal Behaviour of Glass Fibre Reinforced Pa66 Composites : A Study of the Effect of Water Absorption on Their Mechanical Properties ». Dans : *Journal of Materials Science* 22.1 (jan. 1987), p. 46-56. DOI : 10.1007/BF01160550  
cf. p. 96. .... (VALENTIN, PARAY et GUETTA, 1987).
- W. WEIBULL. « A Statistical Distribution Function of Wide Applicability ». Dans : *Journal of Applied Mechanics* (1951)  
cf. p. 159. .... (WEIBULL, 1951).
- Y. J. WEITSMAN. « Special Issues ». Dans : *Fluid Effects in Polymers and Polymeric Composites*. Sous la dir. d'Y. J. WEITSMAN. Mechanical Engineering Series. Boston, MA : Springer US, 2012, p. 163-171. ISBN : 978-1-4614-1059-1. DOI : 10.1007/978-1-4614-1059-1\_9  
cf. p. 95. .... (WEITSMAN, 2012).
- M. P. WIDJAJA. « Accumulation of Fibre Breaks under Time-Dependent Loading of CFRP Pressure Vessels ». (04/2017-12/2020, 44 mois). Thèse de Doctorat Sous La Direction d'Alain Thionnet (HDR), Co-Encadrement Sébastien Joannès. Paris, France : Université de Recherche Paris Sciences et Lettres, déc. 2020  
cf. p. 110, 113-115, 171. .... (WIDJAJA, 2020).  
**Citation connexe – alias – [PhD. 12].**
- F. WILLOT. « Fourier-Based Schemes for Computing the Mechanical Response of Composites with Accurate Local Fields ». Dans : *Comptes Rendus Mécanique* 343.3 (mar. 2015), p. 232-245. DOI : 10.1016/j.crme.2014.12.005  
cf. p. 140, 141. .... (WILLOT, 2015).
- J. WOLLBRETT-BLITZ. « Comportement mécanique longitudinal et transverse, micro-mécanismes de déformation et effet de la température sur la fibre Kevlar<sup>®</sup> 29 ». (10/2011-11/2014, 37 mois). Thèse de doctorat sous la direction de Jacques Renard (HDR), co-encadrement Sébastien Joannès et Alba Marcellan. Paris, France : École Nationale Supérieure des Mines de Paris, nov. 2014  
cf. p. 145-148. .... (WOLLBRETT-BLITZ, 2014).  
**Citation connexe – alias – [PhD. 3].**
- J. WOLLBRETT-BLITZ, S. JOANNÈS, R. BRUANT, C. LE CLERC, M. ROMERO DE LA OSA, A. R. BUNSELL et A. MARCELLAN. « Multiaxial Mechanical Behavior of Aramid Fibers and Identification of Skin/Core Structure from Single Fiber Transverse

Compression Testing ». Dans : *Journal of Polymer Science Part B : Polymer Physics* 54.3 (fév. 2016), p. 374-384. DOI : 10.1002/polb.23763

cf. p. 150, 152.....(WOLLBRETT-BLITZ, JOANNÈS, BRUANT, LE CLERC, ROMERO DE LA OSA, BUNSELL et MARCELLAN, 2016).

**Citation connexe – alias – [art. 7].**

P. ZUO et A. VASSILOPOULOS. « Review of Fatigue of Bulk Structural Adhesives and Thick Adhesive Joints ». Dans : *International Materials Reviews* 66.5 (2021), p. 313-338. DOI : 10.1080/09506608.2020.1845110

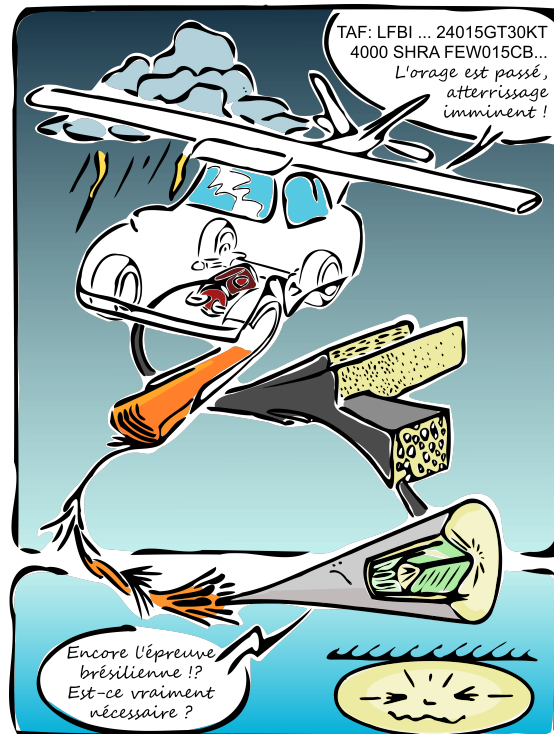
cf. p. 128.....(ZUO et VASSILOPOULOS, 2021).



## Résumé

Les travaux présentés dans ce mémoire portent sur le comportement et la durabilité des matériaux composites à renforts fibreux et matrices organiques. Ancrés dans le monde socio-économique avec une finalité industrielle escomptée, ces travaux sont destinés aux secteurs des transports et de l'énergie. Ils s'inscrivent dans un champ disciplinaire majoritairement mécanique, à la fois expérimental et numérique. De la structure à la microstructure, trois échelles sont abordées et constituent le support à trois thèmes de recherche imbriqués : (i) L'aide au dimensionnement, en comportement et en durée de vie, des structures en matériaux composites; (ii) l'impact des fluctuations morphologiques de la microstructure sur les propriétés thermo-mécaniques transverses et (iii) le comportement thermo-mécanique des renforts fibreux, à l'échelle mono-filamentaire.

*Des structures composites  
plus sûres, plus fiables  
et plus performantes  
pour soutenir  
une mobilité durable.*



## Abstract

The work presented in this document concerns the behaviour and durability of composite materials with fibrous reinforcements and organic matrices. Anchored in the socio-economic world with an expected industrial purpose, this work is intended for the transport and energy sectors. It is part of a mainly mechanical, experimental and numerical field. From the structure to the microstructure, three scales are approached and constitute the support for three intertwined research themes : (i) Assistance in the design of composite material structures in terms of behaviour and service life; (ii) the impact of morphological fluctuations of the microstructure on the transverse thermo-mechanical properties and (iii) the thermo-mechanical behaviour of fibrous reinforcements, on a mono-filament scale.