



UNIVERSITÉ DE LILLE UNITE MECANIQUE DE LILLE ÉCOLE DOCTORALE SCIENCES POUR L'INGÉNIEUR (SPI)

Thèse pour l'obtention du grade de docteur de l'Université de Lille Spécialité : Mécanique des solides, des Matériaux, des Structures et des Surfaces

Présentée par :

Christian KAMDEM SIGNE

Intitulé

CARACTERISATION ET MODELISATION DU COMPORTEMENT MECANIQUE DES STRUCTURES TISSEES AUX TEMPERATURES CRYOGENIQUES

Soutenue le 20 Juin 2019 devant le jury d'examen :

Jury

S. ALLAOUI	Professeur	Université de Reims	Président du Jury
N. AIT HOCINE	Professeur	INSA Centre Val de Loire	Rapporteur
F. LABESSE-JIED	Maître de Conférences HDR	, Université de Clermont	Rapporteur
V. GAUCHER	Professeur	Université de Lille	Examinateur
M. NAIT-ABDELAZIZ	Professeur	Université de Lille	Directeur de thèse
T. DELAMBRE	Ingénieur	Imattec	Invité
H. VERLEY	Ingénieur	Innocold	Invité

Amon Grand Père,

A toute ma famille,

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier la BPI France et la Région Hauts-de-France pour le financement de cette thèse issue du projet FUI CRYOBTURE.

Cette thèse a été effectuée à l'université de Lille au sein de l'Unité Mécanique de Lille (UML), sous la direction de M. Moussa Nait-Abdelaziz que je remercie pour son encadrement, son soutien, ses remarques enrichissantes, ses conseils et sa disponibilité durant ces trois années.

Je remercie M. Nourredine Ait-Hocine et Mme Florence Labesse-Jied d'avoir rapporté cette thèse. Merci également à M. Samir Allaoui et Mme Valérie Gaucher pour avoir accepté d'être examinateurs. Je remercie également M. Thierry Delambre et M. Hubert Verley qui m'ont honoré de leur présence dans mon jury.

Je remercie tous les partenaires industriels notamment Pronal, Imattec, Lenzing-Plastic, Innocold, Delannoy-frères, Uptex et Dunkerque-LNG impliqués dans le projet CRYOBTURE pour leur soutien, leur collaboration et leur grande sympathie durant ces trois années. J'ai eu l'occasion de participer à des différentes réunions en leur présence, au cours desquelles j'ai beaucoup appris sur fibres et sur le milieu offshore.

Je remercie mes collègues de bureau notamment Amil Derrouiche, Hamza Lamnii, Karim Kandhil, Reda Kadri, pour les diverses discussions autour de la machine à café, pour les moments partagés au sein de l'UML ou ailleurs.

Je tiens à remercier mes amis notamment Victor Simo, Amadou Assoumane, Hervé-Gael Kouamo, Hervé Kamdem, Linda Takou, Harrel Fikong, Borel Tagne, Oriane Kenfack ainsi que tous ceux que je n'ai pas cités, pour leurs encouragements et leur présence physique, morale lors de la soutenance.

Enfin j'exprime ma plus profonde reconnaissance à toute ma famille pour leur inestimable soutien morale et encouragements durant ces années, en particulier à mon grand-père à qui je dédie ce mémoire. Je remercie également Hélène ma fiancée pour sa très grande patience, son soutien et son affection à mon égard durant ces trois années.

CARACTERISATION ET MODELISATION DU COMPORTEMENT MECANIQUE DES STRUCTURES TISSEES AUX TEMPERATURES CRYOGENIQUES

Résumé - L'exploitation et l'utilisation du Gaz Naturel Liquéfié (GNL) connaît un essor croissant dans le monde, d'où un marché en forte expansion avec de nombreux projets d'installation de terminaux méthaniers. Ces installations de gaz naturel liquéfié qui ont la particularité de fonctionner à très basses températures (~ -160°C) pour faciliter son transport nécessitent cependant une maintenance continue sans coupure des vannes d'alimentation en amont ou en aval. Cette étude s'inscrit dans le cadre d'un projet FUI (Fond Unique Interministériel) nommé CRYOBTURE qui vise à concevoir et développer une nouvelle solution d'obturateur gonflable pour faciliter la maintenance des installations pipelines type GNL (Gaz Naturel Liquéfié) à -163°C. Cette solution serait obtenue à partir d'un ballon d'obturation formé de plusieurs couches matériaux composites textiles enduits à même d'obstruer le passage du GNL. Il s'agit donc de rechercher la composition idéale de ces structures tissées qui doivent présenter des caractéristiques mécaniques optimales et en adéquation avec les conditions de fonctionnement, notamment en termes de résistance à la rupture et de déformabilité. Dans un premier temps, il s'agit de caractériser le comportement mécanique en traction de certaines fibres textiles synthétiques aux températures cryogéniques. L'analyse des résultats obtenus a permis de discriminer certaines d'entre elles au regard de leurs propriétés mécaniques et ainsi à faire des choix qui ont été exploités pour l'élaboration des structures tissées. A partir de là, nous avons pu caractériser le comportement mécanique en traction à températures cryogéniques de quelques structures tissées enduites obtenues à partir des fibres précédentes. L'analyse des différents résultats a permis d'envisager plusieurs architectures quant à la conception de l'obturateur et ainsi proposer des choix sur les structures tissées pour chacune des couches composites de l'obturateur GNL.

Ces structures présentent en général un comportement orthotrope non linéaire. La modélisation d'un tel comportement nécessite de faire appel à des modèles spécifiques tels que celui de Fung. Nous avons pu ainsi simuler numériquement le comportement mécanique et thermique (en découplé) de l'obturateur modélisé en milieu GNL.

Les résultats de ce projet ont montré un certain nombre de limites mais ouvrent des perspectives en termes de transfert vers d'autres secteurs d'application requérant des supports flexibles soumis à des températures cryogéniques.

Mots Clés – Matériaux polymères, fibres textiles synthétiques, structures tissées enduites, composites, rupture, comportement mécanique en traction, propriétés mécaniques, températures cryogéniques, GNL (Gaz Naturel Liquéfié).

2

CHARACTERIZATION AND MODELING OF MECHANICAL BEHAVIOR WOVEN STRUCTURES AT CRYOGENICS TEMPERATURES

Abstract - The exploitation and use of Liquefied Natural Gas (LNG) is growing worldwide, resulting in a booming market with many LNG terminal installation projects. These liquefied natural gas installations, which operate at very low temperatures ($\sim -160 \circ C$) to facilitate its transport, however, require continuous maintenance without cutting the supply valves upstream or downstream. This study is a part of a global project funded by the government named CRYOBTURE which aims to design and develop a new solution of inflatable shutter to facilitate the maintenance of LNG (Liquefied Natural Gas) pipeline facilities. This solution would be obtained from a sealing balloon formed of several layers coated textile composite materials capable of obstructing the flow of LNG. Th question is therefore to find the ideal composition and combination of these woven structures which must have optimum mechanical properties and in adequacy with the operating conditions, in particular in terms of breaking strength and deformability. At first, the mechanical behavior in tension of certain synthetic textile fibers was investigated under cryogenic temperatures. The analysis of the obtained results made possible to discriminate some of them with regard to their mechanical properties and thus to make choices that were exploited for the elaboration of the woven structures. From there, we have been able to characterize the tensile mechanical behavior at cryogenic temperatures of some coated woven structures obtained from the previous fibers. The analysis of the various results allows us to consider several architectures for designing the shutter and thus to propose choices on the woven structures for each of the composite layers of the LNG shutter.

These structures generally exhibit nonlinear orthotropic behavior. Modeling such behavior requires the use of specific models such as Fung's. We were able to numerically simulate the mechanical and thermal behavior (decoupled) of the shutter in an LNG environment.

The results of this project have shown a number of limitations but open up prospects in terms of transfer to other application sectors requiring flexible supports subjected to cryogenic temperatures.

Keywords – Polymers materials, synthetic textile fibers, woven structures coated, composites, tensile mechanical behavior, failure, mechanicals properties, cryogenic temperatures, LNG (Liquefied Natural Gas).

Table des matières

LEXIQUE
SYMBOLES UTILISES 12
LISTE DES FIGURES
LISTE DES TABLEAUX
I INTRODUCTION GENERALE
I.1 Contexte
I.2 Recherche de solution technique de maintenance
I.3 Plan de l'étude
II COMPORTEMENT MECANIOUE DES POLYMERES AUX TEMPERATURES
CRYOGENIQUES : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE
II.1 Etat de l'art
II.2 Matériaux Polymères textiles
II.2.1 Généralités
II.2.2 Fabrication des fibres synthétiques et structures tissées
II 2.2.1 Exprication des fibres 36
II.2.2.2 Fabrication des structures tissées
II.3 Comportement mécanique des polymères à températures cryogéniques
II.3.1 Comportement mécanique en traction
II.3.2 Effet de la Tg sur les propriétés mécaniques
II.3.3 Mécanismes de rupture des polymères aux températures cryogéniques
II.3.3.1 Comportement à la rupture
II.3.3.2 Comportement au fluage
II.3.3.3 Comportement en fatigue
II.3.4 Matériaux composites tissés
II.4 Modélisation du comportement mécanique
II.4.1 Modèles analytiques
II.4.2 Modèles phénoménologiques
II.5 Bilan de l'étude Bibliographique

III	CARA	ACTI	ERISATION	MECANIQUE	DES	FIBRES	SYNTHETIQUES	A
TEN	IPERA T	TURE	ES CRYOGEN	IQUES	•••••			67
II	I.1 Des	script	ion des spécime	ens et protocoles exp	périmenta	ux		68
	III.1.1	Des	cription des dif	férents matériaux				68
	III.1.1	.1	Fibres Synthé	tiques				68
	III.1.1	.2	Fils élastiques	guipés				70
	III.1.2	Pro	tocole expérime	ental				72
Π	I.2 Rés	sultats	s des essais de c	caractérisation méca	nique			75
	III.2.1	Car	actérisation des	fibres : Traction U	niaxiale			75
	III.2.1	.1	Courbes Cont	raintes spécifiques -	déforma	tions		75
	III.2.1	.2	Caractérisatio	n des fils guipés				79
	III.2.1	.3	Courbes d'éve	olution des propriété	és mécani	ques en fonc	tion de la température	82
	III.2.2	Syn	thèse des résult	ats				84
II	I.3 Bila	an de	la caractérisation	on				85
IV	CARA	ACTI	ERISATION	MECANIQUE DI	ES STRU	JCTURES	TISSEES ENDUITE	S A
TEN	IPERAT	TURE	ES CRYOGEN	IQUES	•••••	••••••	•••••	89
IV	7.1 Des	script	ion des échantil	lons et protocoles e	xpérimen	taux		90
	IV.1.1	Des	cription des dif	férentes structures t	issées			90
	IV.1.1	1.1	Enveloppe int	érieure de l'obturate	eur : « la '	Vessie »		90
	IV.1.1	1.2	Enveloppe ex	térieure de l'obturat	eur			92
	a.	Gai	ne de contentio	n				94
	b.	Nap	pe tramée + ga	ine armée				94
	IV.1.2	Pro	tocole expérime	ental				95
IV	7.2 Rés	sultats	s des essais exp	érimentaux de carac	ctérisation	mécanique.		96
	IV.2.1	Car	actérisation en	traction des structur	es tissées	pour envelop	ppe interne (vessie)	97
	IV.2.1	l.1	Courbes contr	aintes-déformations	5			97
	IV.2.1	1.2	Energies de de	eformation				106
	IV.2.1	1.3	Discussions s	ur les propriétés mé	caniques.			108
	IV.2.1	1.4	Essais de Pela	ge	•••••			109
	IV.2.2	Car	actérisation en	traction des tissus p	our envel	oppe externe		111
	IV.2.2	2.1	Courbes contr	aintes-déformations	5			112
	IV.2.2	2.2	Energie de dé	formation				115
IV	7.3 Rup	pture	des polymères	et élastomères				117

IV.3.1	Courbes contraintes-déformations en traction
IV.3.2	Energie de déformation
IV.3.3	Essais sur éprouvettes entaillées
IV.3.4	Intégrale J
IV.4 Bila	n de la caractérisation
V MOD	ELISATION ET SIMULATION NUMERIQUE DU COMPORTEMENT
THERMOM	ECANIQUE DE L'OBTURATEUR EN MILIEU GNL135
V.1 Mod	délisation Multiphysique de l'obturateur GNL136
V.1.1	Modélisation géométrique (CAO)
V.1.2	Modélisation du contact entre les couches composites
V.1.3	Modélisation thermique : Températures cryogéniques
V.1.4	Modélisation Thermomécanique avec contact
V.2 Moo paramètres	délisation du comportement hyperélastique d'un composite orthotrope : Identification des du modèle de Fung
V.2.1	Modèle de Fung
V.2.2	Identification des paramètres
V.2.3	Validation du modèle
V.3 Ana	lyse du comportement mécanique de l'enveloppe intérieure de l'obturateur 153
V.3.1	Modélisation
V.3.2	Comportement mécanique de la vessie à température ambiante
V.3.3	Comportement mécanique de la vessie à -160°C160
V.3.4	Comparaison
VI CONC	CLUSIONS ET PERSPECTIVES 168
ANNEXE A	: SYNTHESE DES RESULTATS EXPERIMENTAUX SUR LES FIBRES
SYNTHETI(QUES
ANNEXE B :	RESULTATS D'ESSAIS MECANIQUES SUR LES FILS ELASTIQUES 177
ANNEXE C	CARACTERISATION MECANIQUE DES FILMS POLYMERES 181
ANNEXE I) : MISE EN PLAN DE LA VESSIE (ENVELOPPE EXTERNE DE
L'OBTURA	TEUR GNL)
REFERENC	ES

LEXIQUE

Fibre / Filament :

La définition ISO d'une fibre est la suivante : unité de matière caractérisée par sa finesse et sa flexibilité, et présentant un rapport longueur sur épaisseur élevé. En pratique, dans le cas des fibres synthétiques longues, le rapport entre la longueur et le diamètre varie de 100 à une valeur pratiquement infinie.

Le terme fibre est souvent utilisé indistinctement pour désigner soit le plus petit composant des câbles qui est le filament, d'un diamètre allant de quelques micromètres à quelques dizaines de micromètres, soit la forme sous laquelle il est produit, à savoir un assemblage de quelques centaines de filaments.

Force à rupture :

La force maximale (en N) appliquée en tension à une fibre et entraînant sa rupture. Elle est notée FR et elle est généralement obtenue sur la base de plusieurs essais de traction à rupture. La valeur considérée est la valeur moyenne FRmoy calculée d'après l'ensemble des FR mesurées ;

La force à rupture est souvent exprimée selon la valeur normalisée par la masse linéique de la structure : en N/tex ou cN/dTex.

Synonymes : résistance, ténacité (lorsqu'exprimée en N/tex)

Polyester :

De manière générale, les polyesters sont une famille de polymères contenant dans leur structure une liaison ester (-C=O-O-). Par abus de langage, il est fréquent que ce terme générique soit utilisé pour désigner un polyester en particulier : le polyéthylène téréphtalate, ou plus simplement PET, dont il sera question dans cette étude. Cependant d'autres polymères font partie de la famille des polyesters et notamment le polyéthylène naphthalate ou PEN.

On rencontre également parfois la dénomination PES pour les fibres en polyester. Cette dernière est cependant ambiguë car elle fait également référence au polyéther sulfone, qui est une résine thermoplastique.

9

Polymères à Cristaux Liquides (LCP) :

Ils sont rigides même à l'état liquide, et se trouve dans un état mésomorphe qui est un état intermédiaire entre l'état amorphe et l'état cristallin. Ils sont formés de macromolécules rigides, orientées, allongées et disposées en bâtonnets (fibres et fibrilles).

Tex :

Unité de masse linéique couramment utilisée dans l'industrie des textiles et des câbles. 1 tex =1 g/km. La valeur de tex des fils est notamment utilisée comme grandeur de normalisation. Une grandeur plus ancienne mais encore souvent utilisée dans l'industrie textile est le denier (1 denier =1 g/9000 m).

Shore :

Unité de mesure de la dureté des matériaux.

Guipage :

C'est un procédé né de la nécessité d'assembler ou combiner deux ou plusieurs fils. Le fil ainsi composé est constitué d'une partie centrale appelée « âme » et d'une partie périphérique appelée « couverture ». Très souvent l'âme est un fil élasthanne ou gomme naturelle qui donne au fil guipé ses caractéristiques élastiques. Et les couvertures sont des fils naturels (coton, laine, ...) ou des fils synthétiques (aramide, polyester, ...) enroulés sur l'âme. Il existe plusieurs techniques de guipage telles que :

- Guipage conventionnel pour produire des fils simples ou double guipé (1 ou 2 couvertures enroulées sur l'âme).
- Guipage par air pour produire des fils simplement entremêlés
- Guipage par air et double torsion, qui offre un fil plus résistant notamment utilisé en chaine lors d'un tissage.

Coefficient de torsion K :

La torsion d'un fils est caractérisée par le sens et le nombre de tours par mètre. La mesure de torsion s'effectue à l'aide d'un tensiomètre équipée d'une pince mobile permettant d'avoir une distorsion

jusqu'à la parallélisation des fibres suivie d'une torsion dans le sens inverse jusqu'à retrouver la longueur initiale.

$$K = T \sqrt{\frac{Titre (en Tex)}{1000}}$$
 Avec T : la torsion en nombre de tours par mètre indiqué par le tensiomètre.

SYMBOLES UTILISES

З	Déformation
ε_R	Déformation à rupture
F_R	Force à rupture
F _{R moy}	Force à rupture moyenne
σ	Contrainte
σ_R	Contrainte à rupture
T_g	Température de transition vitreuse
T_f	Température de fusion
PEBD	Polyéthylène Basse Densité
PEHD	Polyéthylène Haute Densité
PTFE	Poly tétra-fluoro-éthylène, son nom commercial est le Téflon.
UHMPE	Polyéthylène de masse molaire très élevée qui est un polyéthylène haute densité (PEHD)
caractéris	sé par une tenue à l'abrasion. Les fibres obtenues après étirage ont un grand module.
PET	Polyéthylène Téréphtalate
PEN	Polyéthylène Naphthalate
PAM	Polyamide
PU	Polyuréthane
Si	Silicone
GNL	Gaz Naturel Liquéfié
PBO	Polyphénylène Benzobisoxazole.
LCP	Liquid Cristal Polymers (Polymères à cristaux Liquide)
PC	Polycarbonate

PI Polyimide

LISTE DES FIGURES

Figure I.1:Exemple de conduite utilisée pour le transport de GNL
Figure I.2 : Chaine de GNL
Figure I.3: Terminal méthanier de Dunkerque LNG
Figure I.4 : Obturateur de canalisation (PRONAL) et insertion dans une conduite (image Peterson) 26
Figure I.5 : Schéma d'intégration du ballon avec une paroi textile dans un pipe (solution envisagée) 26
Figure II.1: Champs d'application du froid industriel et leurs contraintes
Figure II.2 : (a) Production et Consommation de GNL et (b) Principales zones de production de GNL
dans le monde. (Source TOTAL)
Figure II.3: Résistance mécanique des tissus sens chaine et sens trame à différentes températures telles
que -100°C, ambiante et +100°C. (Smithers et al., 2007)
Figure II.4: comportement mécanique en traction des fibres synthétique à température ambiante 35
Figure II.5 : Processus de fabrication des fibres synthétiques (exemple du filage à l'état fondu du
PET).(Herrera-Ramirez, 2004)
Figure II.6 : Schéma des tissus 2D : (a) Toile, (b) Sergé et (c) Satins
Figure II.7 : courbes contraintes-déformations à différentes températures pour le PPS (Yano and
Yamaoka, 1995)
Figure II.8 : courbes contraintes-déformations du PEN à 77K (azote liquide) avec variation du taux de
cristallinité. [4]
Figure II.9 : Courbes contraintes-déformations à 77K pour l'Upilex-S, l'Upilex-R et le Kapton
(Yamaoka et al., 1995)
Figure II.10 : Evolution des contraintes en compression et en traction des mousses de PU en fonction du
taux de fibres de verre à température ambiante et à -150°C. (Yu et al., 2015, 2014) 45
Figure II.11: Courbes contraintes-déformations nominales à 0.001/s en compression et à différentes
températures : (a) mousse PU pure, (b) mousse PU fibrée (PUF) et (c) mousse fibrée PIF. (Park et al.,
2016)
Figure II.12: Taux de déformation maximal et taux de recouvrement à 0.0001/s en compression et à
différentes températures pour les mousses PU pure, PU fibrées (PUF) et PIF fibrées. (Park et al., 2016).
Figure II.13 : (a) coefficient de perte « tan δ » et (b) coefficient de dilatation thermique « a » de quelques
polymères semi-cristallins en fonction des températures de transition vitreuse Tg
Figure II.14: (a) et (b) Eprouvette SEND d'une mousse PU, et (c) Evolution de la ténacité à la rupture
en fonction du taux de fibres de verre dans la mousse de PU à 25°C et à -150°C52

Figure III.1 : Principe du guipage
Figure III.2 : Bobines de fils élastiques (a) élasthanne PU guipée Polyamide, (b) Gomme naturelle
guipée Polyamide et (c) Spandex bicomposant pure72
Figure III.3 : Banc d'essai cryogénique et machine électromécanique disponible
Figure III.4: Enroulement des fils sur les mors dans l'enceinte : (a) T° ambiante et (b) T° cryogénique
(-163°C)
Figure III.5: Contraintes spécifiques - déformation de la fibre de type LCP HT (a) température ambiante,
(b) $T = -20^{\circ}C$, (c) $T = -80^{\circ}C$, (d) $T = -160^{\circ}C$
Figure III.6. Courbes d'évolution contraintes spécifiques - déformations en fonction des températures
des fibres (a) LCP HT et (b) PBO HM77
Figure III.7. Courbes d'évolution contraintes spécifiques - déformations en fonction des températures
des fibres (a) Aramide (Twaron 1012) et (b) Polyéthylène UHMPE78
Figure III.8. Courbes d'évolution contraintes spécifiques - déformations en fonction des températures
des fibres (a) Polyester PET et (b) PTFE Lucent
Figure III.9 : Evolution des courbes contraintes spécifiques – déformations en fonction de température
pour les fibres (a) Spandex bicomposant non guipé et (b) élasthanne PU guipée PA 80
Figure III.10 : Evolution des courbes Forces – déformations en fonction de température pour les fils (a)
Elasthanne PU guipé avec LCP HT et (b) Spandex bicomposant pur guipé LCP HT
Figure III.11 : Evolution de la ténacité moyenne aux températures suivantes : ambiante, -80°C, -160°C.
Figure III.12 : Evolution de l'allongement moyen à la rupture aux températures suivantes : ambiante, -
80°C et -160°C
Figure III.13 : Evolution de la Ténacité moyenne en fonction de la température

Figure IV.1: Paroi interne de l'obturateur GNL en forme biconique : « Vessie »
Figure IV.2: Structure de la paroi externe de l'obturateur GNL de forme biconique
Figure IV.3: Tissu Gaine de contention tissé en tubulaire
Figure IV.4: Tissu Nappe tramée + gaine armée tissée en tubulaire
Figure IV.5: Dispositif expérimental de traction
Figure IV.6: Géométrie des éprouvettes pour (a) tissus enduits et membranes pures de polymère ; (b)
tissu gaine de contention et gaine armée+ nappe tramée
Figure IV.7 : Contraintes-déformations pour le tissu « Toile PA HT + film PU contrecollé sur les 2
faces » aux températures (a) ambiante ; (b) -80°C et (c) -160°C
Figure IV.8: Evolution de la contrainte et de la déformation à la rupture en fonction de la température
du tissu « Toile PA HT + film PU contrecollé sur les 2 faces » (a) sens chaine et (b) sens trame 98
Figure IV.9 : Contraintes-déformations pour le tissu « toile PES HT+ film PU contrecollé sur les 2
faces » aux températures (a) ambiante ; (b) -80°C et (c) -160°C
Figure IV.10: Evolution de la contrainte et de la déformation à la rupture en fonction de la température
du tissu « Toile PES HT + film PU contrecollé sur les 2 faces » (a) sens chaine et (b) sens trame 100
Figure IV.11 : Contraintes-déformations pour le tissu « Toile PES HT+ film PU+ film PE/evoh/PE
contrecollé » aux températures (a) ambiante ; (b) -80°C et (c) -160°C101
Figure IV.12: Evolution de la contrainte et de la déformation à la rupture en fonction de la température
du tissu « Toile PES HT + film PU+ film PE/evoh/PE contrecollé » (a) sens chaine et (b) sens trame.
$Figure \ IV.13: Contraintes-déformations \ pour \ le \ tissu \ \ll \ Ripstop \ PES \ HT+ \ film \ PU \ + \ film \ PE/evoh/PE$
contrecollé » aux températures (a) ambiante ; (b) -80°C et (c) -160°C102
Figure IV.14: Evolution de la contrainte et de la déformation à la rupture en fonction de la température
du tissu « Ripstop PES HT + film PU+ film PE/evoh/PE contrecollé » (a) sens chaine et (b) sens trame.
Figure IV.15: Evolution de la limite élastique σy en fonction de la température du tissu « Ripstop PES
HT + film PU+ film PE/evoh/PE contrecollé »
Figure IV.16 : Contraintes-déformations pour le tissu « PEHD + film PEBD enduit sur les 2 faces » aux
températures (a) ambiante ; (b) -80°C et (c) -160°C 104
Figure IV.17 : Forces-déformations pour le « tissu PA enduit PE sur les 2 faces » aux températures : (a)
ambiante ; (b) -160°C
Figure IV.18 : Forces-déformations pour le « tissu PET enduit PE sur les 2 faces » aux températures :
(a) ambiante ; (b) -160°C
Figure IV.19 : Evolution de la densité d'énergie de déformation à la rupture en fonction de la
température pour chacune des structures tissées : (a) sens chaine et (b) sens trame107

Figure IV.20 : Eprouvette pour test de pelage	09
Figure IV.21 : (a) schéma d'un essai de pelage (b) spécimen « tissu toile PAHT+ film PU contrecollé	Ś»
de type « pantalon » et (c) Essai de pelage en température1	10
Figure IV.22 : Essais de pelage sur 50 mm de déplacement « tissu toile PAHT+ film PU contrecollé	ś»
aux températures : (a) Ambiante et (b) -160°C	10
Figure IV.23 : Contraintes-déformations vraies pour la gaine de contention à température : (a) ambian	ite
et (b) $T = -160^{\circ}C$	13
Figure IV.24 : Contraintes-déformations vraies pour la gaine armée+ Nappe tramée à température : ((a)
ambiante et (b) T= -160°C	14
Figure IV.25 : Evolution de la densité d'énergie de déformation à la rupture en fonction de	la
température pour chacune des structures tissées : (a) sens chaine et (b) sens trame	16
Figure IV.26 : Courbes contraintes-déformations vraies à différentes températures cryogéniques po	ur
(a) le PEBD, (b) le Silicone et (c) le PU	19
Figure IV.28 : Evolution de la densité d'énergie de déformation à la rupture en fonction de	la
température pour les matériaux : (a) PEBD, (b) Silicone et (c) PU 12	21
Figure IV.29 : Géométrie des éprouvettes doublement fissurée	21
Figure IV.29 : Coubes Forces-déplacement relatifs à l'éprouvette fissurée pour (a) le PEBD, (b)	le
Silicone et (c) le PU	23
Figure IV.30 : Energie élastique et plastique	25
Figure IV.31 : Modèle éléments finis d'un quart de l'éprouvette DENT 12	27
Figure IV.32 : Séquence d'images lors d'un essai de rupture à T= -80° C pour une éprouvette PU fissuré	ée.
	27
Figure IV.33 : Evolution de l'énergie de rupture « Intégrale critique Jc » en fonction de la températu	ire
(a) le PU, (b) le PEBD et (c) le silicone	29
Figure IV.34 : Comparaison entre les valeurs expérimentales et numériques des énergies de rupture	Jc
	29
Figure IV.35 : Comparaison des réponses mécaniques du tissu « toile PA HT+ film PU entrecollé su	ur
les 2 faces » avec et sans pli à -160°C (a) sens Chaine et (b) sens Trame	31
Figure V.1 : Configuration de la « STRUCTURE TISSÉE MULTICOUCHES »	36
Figure V.2 : Modélisation géométrique (2D) du système obturateur-Pipeline	38
Figure V.3 : Représentation géométrique de l'obturateur (a) état initial et (b) état gonflé	38
Figure V.4 : Contact modélisé des couches de l'obturateur GNL	40
Figure V.5 : Evolution de la température en régime transitoire	41
Figure V.6 : Evolution des contraintes de Von-Mises de l'obturateur	42
Figure V.8 : Evolution du rayon de l'obturateur en fonction de la pression	43
Figure V.9 : Evolution de la déformation principale maximale	43

Figure V.10 : Evolution thermique
Figure V.11 : Evolution de la température en fonction du temps aux points D, E, et F 145
Figure V.12 : Courbes contraintes vraies- élongations expérimentales et numériques pour le tissu gaine
de contention aux températures : (a) ambiante et (b) -160°C150
Figure V.13 : Courbes contraintes vraies- élongations expérimentales et numériques pour le tissu (gaine
armée+ nappe tramée) aux températures : (a) ambiante et (b) -160°C
Figure V.14 : Géométrie et composantes de la vessie
Figure V.15 : Maillage de l'enveloppe interne de l'obturateur
Figure V.16 : Conditions aux limites et champs de pression appliqués sur la vessie
$Figure \ V.17: Courbes \ expérimentales \ en \ contraintes \ vraies \ -déformations \ vraies \ du \ tissu \ « \ toile \ PAHT+$
film PU contrecollé » à température ambiante
Figure V.18 : Comparaison entre la réponse expérimentale et numérique en traction uniaxiale du tissu
« toile PAHT + film PU contrecollé » à température ambiante
Figure V.19 : Evolution de l'amplitude du déplacement total observée sur la vessie à température
ambiante
Figure V.20 : Courbe d'évolution du déplacement d'un point situé sur l'insert droit de la vessie en
fonction de la pression interne à température ambiante
Figure V.21 : Evolution de la déformation principale observée sur la vessie à température ambiante158
Figure V.22 : Courbe d'évolution des déformations principales observée sur la vessie en fonction de la
pression interne de gonflement à température ambiante
$Figure \ V.23: Courbes \ exp{\'e}rimentales \ en \ contraintes \ vraies \ -deformations \ vraies \ du \ tissu \ « \ toile \ PAHT+$
film PU contrecollé » à -163°C
Figure V.24 : Comparaison entre la réponse expérimentale et numérique en traction uniaxiale du tissu
« toile PAHT + film PU contrecollé » à température cryogénique (-163°C)
Figure V.25 : Evolution de l'amplitude du déplacement total observée sur la vessie à température
cryogénique (-163°C)
Figure V.26 : Courbe d'évolution du déplacement d'un point situé sur l'insert droit de la vessie en
fonction de la pression interne à température cryogénique (-163°C)
Figure V.27 : Evolution de la déformation principale observée sur la vessie à température cryogénique
(-163°C)
Figure V.28 : Courbe d'évolution des déformations principales observée sur la vessie en fonction de la
pression interne de gonflement à température cryogénique (-163°C)163
Figure V.29 : Banc d'essai de gonflement à température cryogénique (-163°C) 164
Figure V.30 : Evolution comparative des déformations principales max avec la pression de gonflement
de la vessie à température ambiante et à -163°C165

Figure A.1 : Contrainte spécifique-déformation du LCP HT (a) température ambiante, (b) T= -20 $^{\circ}$ C, (c)
T= -80° C, (d) T= -160° C
Figure A.2 : Contrainte spécifique-déformation du Polyester PET (a) température ambiante, (b) T= -
20°C, (c) T= -80°C, (d) T= -160°C174
Figure A.3 : Contrainte spécifique-déformation du Polyéthylène UHMPE (a) température ambiante, (b)
T= -20°C, (c) T= -80°C, (d) T= -160°C174
Figure A.4 : Contrainte spécifique-déformation de l'Aramide Twaron (a) température ambiante, (b) T=
-20°C, (c) T= -80°C, (d) T= -160°C
Figure A.5 : Contrainte spécifique-déformation du PBO HM (a) température ambiante, (b) T= -20 $^{\circ}$ C,
(c) $T = -80^{\circ}C$, (d) $T = -160^{\circ}C$
Figure A.6 : Contrainte spécifique-déformation du PTFE Lucent (a) température ambiante, (b) T= -
20° C, (c) T= -80°C, (d) T= -160°C

Figure B.1 : Contrainte spécifique-déformation du Spandex bicomposant Pure (a) température ambiante,
(b) $T = -20^{\circ}C$, (c) $T = -80^{\circ}C$, (d) $T = -160^{\circ}C$
Figure B.2 : Contrainte spécifique-déformation du fils élasthanne PU guipée polyamide PA (a)
température ambiante, (b) T= -20°C, (c) T= -80°C, (d) T= -160°C178
Figure B.3 : Contrainte spécifique-déformation du fils gomme naturelle guipée polyamide PA (a)
température ambiante, (b) T= -20°C 178
Figure B.4 : Forces-déformations du fils Elasthanne PU guipé LCP à température (a) ambiante ; (b)-
80°C ; (c) -120°C et (d) -160°C
Figure B.5 : Forces-déformations du fils Spandex bicomposant guipé LCP à température (a) ambiante ;
(b)-80°C ; (c) -120°C et (d) -160°C

Figure C.1 : Film Mixte (PEHD + PEBD) – PLL 125 (a) ambiante;(b) T= -100°C et (c) T= -160°C.184
Figure C.2 : Film PET Métallisé CIV 8 C 90 PP aux températures (a) ambiante;(b) T= -100°C et (c) T=
-160°C
Figure C.3 : Film ALU tissu PE – UV aux températures (a) T= -100°C et à (b) T= -160°C 185
Figure C.4 : Forces -déformation pour film TPE enduit sur PET non tissés (a) température ambiante, (b)
$T = -100^{\circ}C$, (c) $T = -160^{\circ}C$

LISTE DES TABLEAUX

Tableau II.1 : Caractéristiques classiques pour différents types de fibres. Comparaison avec l'acier.
(Vaseghi, 2004), (Stonor et al., 1999)
Tableau II.2 : Propriétés mécaniques du PPS (Yano and Yamaoka, 1995) 41
Tableau II.3. Propriétés mécaniques en traction des films polyimide
Tableau II.4. Propriétés mécaniques d'un film polyimide (SINTIMID) (Tschegg et al., 1991)
Tableau II.5 : Propriétés mécaniques en traction de certains polymères thermoplastiques à températures
cryogéniques. (Van de Voorde, 1976)
Tableau II.6 : Evolution du module d'élasticité en compression à différentes vitesses et différentes
températures. (Park et al., 2016)
Tableau II.7: Température minimale de fonctionnement de certains polymères. 50
Il ressort de ce tableau qu'il n'y a pas de matériau souple dont la température minimale d'utilisation
avoisine -160°C
Tableau II.8: Résistances à la rupture pour plusieurs polymères à différentes températures et
environnements avec une vitesse de déformation de $6 \times 10 - 6/s$

Tableau III.1: Description des fibres synthétiques	. 69
Tableau III.2 : Photographies des différentes fibres synthétiques	. 70
Tableau III.3 : Estimation moyenne de la durée totale d'un essai de traction	. 74
Tableau III.4. Caractéristiques mécaniques en traction uniaxiale des fibres synthétiques	aux
températures cryogéniques	. 85

Tableau IV.1 : Descriptifs des structures tissées pressenties pour la « vessie »
Tableau IV.2 : Densité d'énergie de déformation critique calculées pour les structures textiles enduites
ou contrecollées aux différentes températures dans le sens transversal et longitudinal107
Tableau IV.3 : synthèse des mesures pour les tests de pelage sur le tissu « toile PA HT + film PU
contrecollé sur les faces » aux différentes températures
Tableau IV.4 : Energie interne de déformation en fonction de la température dans le cas de la gaine de
contention
Tableau IV.5 : Energie interne de déformation en fonction de la température dans le cas de la (gaine
armée + nappe tramée)

Tableau V.1 : Propriétés Thermiques du caoutchouc SBR et acier Inox 316L	
Tableau V.2 : Paramètres du Modèle de Fung dans le cas du tissu gaine de contention au	x températures :
(a) ambiante et (b) -160°C	

Tableau V.3 : Paramètres du Modèle de Fung dans le cas du tissu (gaine armée + nappe tramée) aux
températures : (a) ambiante et (b) -160°C 152
Tableau V.4 : Paramètres du Modèle de Fung dans le cas du tissu « toile PAHT + film PU contrecollé »
à température ambiante
Tableau V.5 : Paramètres du Modèle de Fung dans le cas du tissu « toile PAHT + film PU contrecollé »
à température cryogénique (-163°C) 161
Tableau V.6 : Comparaison entre les valeurs numérique et expérimentale de la pression d'éclatement de
la vessie à température ambiante et à -163°C165

I INTRODUCTION GENERALE

I.1 Contexte

Le Gaz Naturel devient de plus en plus un enjeu majeur pour les producteurs et les entreprises pétrolières et cela grâce à ses nombreux avantages. C'est un gaz qui ne pollue presque pas étant donné sa composition chimique qui est le méthane (CH4) principalement et rejette moins de CO2 et moins de gaz à effet de serre que les autres énergies fossiles ; il permet d'atteindre dans de nouvelles centrales électriques des rendements très élevés grâce à des procédés comme la cogénération ou les cycles combinés avec une consommation énergétique et des émissions atmosphériques réduites.

Le transport du gaz naturel qui se fait soit sous forme gazeuse par des gazoducs ou alors sous forme liquide (GNL) par voie maritime par l'intermédiaires des méthaniers raccordés par des pipelines (Figure I.1), permet de valoriser d'importantes réserves éloignées des grandes zones de consommation.



Figure I.1: Exemple de conduite utilisée pour le transport de GNL.

La liquéfaction du gaz naturel se fait à une température avoisinant -163°C et à pression atmosphérique. Son volume initial est réduit d'environ 1/600, ce qui permet de transporter une grande quantité de GNL par des méthaniers d'un terminal à l'autre, ceux-ci étant situé près des zones de consommation. Depuis ces terminaux il est regazéifié et injecté dans les réseaux de distribution au fil de la demande. (Figure I.2 et I.3).



Figure I.2 : Chaine de GNL¹

¹ https://bfmbusiness.bfmtv.com/entreprise/total-et-le-gaz-une-approche-volontariste-dans-un-paysageenergetique-mondial-qui-change-890825.html



Figure I.3: Terminal méthanier de Dunkerque LNG²

À la suite d'une demande croissante du GNL (industriels, sociétés locales de distribution de gaz, centrales électriques...), la construction des terminaux méthaniers connait un essor ; depuis 2012 on compte environ 58 terminaux d'importation et d'exportation de GNL mis en service dans le monde parmi lesquels 4 en France (Dunkerque, Montoir de-Bretagne et 2 à Fos-sur-Mer).

La surveillance et la maintenance de toutes les conduites raccordées aux différents terminaux méthaniers est donc un enjeu crucial et important.

I.2 Recherche de solution technique de maintenance

Les canalisations d'acheminement de GNL sur les terminaux nécessitent parfois des opérations de maintenance. Et les interventions sur ces canalisations transportant des fluides cryogéniques obligent à des arrêts fréquents de la production pendant plusieurs jours voire des semaines selon le temps de maintenance avec des coûts élevés d'immobilisation, auxquels peuvent parfois s'ajouter des pénalités en cas de retard de rupture d'approvisionnement du réseau.

² http://cspdke.fr/membre/dunkerque-lng/

INTRODUCTION GENERALE

La perte de confinement du GNL est le risque principal pendant une intervention de maintenance car elle peut impacter :

- La sécurité des techniciens d'intervention (brûlure cryogénique, anoxie) ;
- La sécurité de l'environnement humain et naturel immédiat (création d'atmosphères explosives et inflammation, pouvant générer un accident majeur);
- L'environnement par le gaz naturel évaporé ayant un fort effet de serre ;
- La sécurité d'approvisionnement par un accident allongeant la durée d'interruption de l'exploitation et donc le déchargement de navires ou l'émission de gaz naturel vers les consommateurs.

Cela a également un impact économique conséquent sur les fournisseurs de GNL et sur l'opérateur.

Pour pallier à ces contraintes, l'idée serait d'utiliser un système d'obturateur étanche sous pression qui devrait être introduit dans les canalisations afin d'obstruer le passage du GNL à l'endroit précis où l'intervention doit avoir lieu sans toutefois couper l'alimentation en amont ou en aval. Cependant cet obturateur doit avoir une bonne résistance mécanique et une bonne isolation thermique à -163°C (température du GNL) tout en restant étanche. A notre connaissance, il n'en existe pas encore sur le marché industriel.

Les systèmes d'obturations par ballons gonflables qui existent sur le marché sont généralement composés d'un tissu de renfort en polyester ou aramide et enduit d'un caoutchouc (SBR ou NR) et sont parfaitement étanches mais ne peuvent résister mécaniquement à des températures inférieures à -80°C. Ils ne sont par conséquent pas adaptés pour fonctionner à des températures cryogéniques. (Cf. figure I.4).



Figure I.4 : Obturateur de canalisation (PRONAL)³ et insertion dans une conduite (image Peterson) Les ballons utilisés aujourd'hui sont mis en pression entre 1 et 1.5 bar avec des diamètres de section à obstruer variant de 8 à 44 pouces. Ils résistent à différentes classes de températures et de pression ; et ils sont qualifiés et garantis pour les pressions allant de la pression atmosphérique jusque 15 bars en fonctionnement et pour des températures variant de -29°C à 350°C, suivant la norme NF EN 1610.

Le projet CRYOBURE a donc été initié avec la collaboration de plusieurs partenaires industriels (Pronal, Imattec, Innocold, Lenzing Plastics, Uptex, et Dunkerque LNG), dans le but de développer une nouvelle solution en utilisant un ballon d'obturation conçu et fabriqué à partir des matériaux et structures textiles enduits qui pourra résister à -163°C tout en étant étanche et tout en conservant ses propriétés mécaniques (cf. figure I.5).



Figure I.5 : Schéma d'intégration du ballon avec une paroi textile dans un pipe (solution envisagée)

³ http://www.pronal.com/obturateur-de-canalisation-canalisation-vari-plug_cd1_27.html

INTRODUCTION GENERALE

Les résultats collatéraux de ce projet qui sont attendus pourraient concerner des applications nouvelles dans le domaine du froid industriel et de la cryogénie, comme par exemple les équipements de protection, les réservoirs souples résistant à des températures extrêmes, etc....

I.3 Plan de l'étude

Comme il a été souligné dans les paragraphes précédents, les problématiques liées à la maintenance des pipelines pour GNL nécessitent de développer de nouvelles solutions techniques permettant une intervention fiable et sans risques pour les opérateurs.

Cependant, cela passe par la construction d'une base de données matériaux et plus précisément de leurs propriétés mécaniques aux températures cryogéniques

Ainsi le comportement mécanique et les propriétés mécaniques à température cryogénique (~ -163°C) de certaines fibres synthétiques et structures tissées ne sont pas complètement connus, du fait qu'il n'existe pas assez d'applications dans le domaine cryogénique à l'exception des domaines militaire, aéronautique et spatial, mais dont les résultats sont très souvent confidentiels.

Les matériaux textiles susceptibles d'être utilisés pour la conception de la solution obturateur GNL sont beaucoup plus récents que les alliages métalliques utilisés dans la conception des réservoirs de stockage de GNL. Ils ne bénéficient donc pas comme ce dernier des connaissances accumulées durant des décennies de recherche sur le sujet.

Par ailleurs, la multiplicité des facteurs à prendre en compte pour étudier le comportement mécanique à températures cryogénique des fibres synthétiques (amplitudes et fréquences de sollicitations, type de matériau choisi, géométrie des structures, mécanismes de déformation et de rupture) est telle qu'il n'est pas raisonnable de considérer l'ensemble de ces facteurs au cours d'une seule thèse. Les études sont souvent limitées par le facteur économique : la caractérisation mécanique des matériaux aux températures cryogéniques passe nécessairement par des procédures expérimentales chronophages qui entrainent des coûts importants, et ce lorsque l'on dispose des équipements adéquats.

INTRODUCTION GENERALE

Le projet « Développement d'un ballon de sectionnement pour une canalisation GNL » : CRYOBTURE, vise à établir une méthodologie de conception et de développement d'un obturateur cryogénique.

Dans le cadre de ce projet, l'étude présentée ici s'est orientée tout d'abord vers une sélection de matériaux semblant présenter un fort potentiel pour cette application. En se basant sur une veille bibliographique préalable réalisée par le Consortium, le choix s'est porté sur quelques fibres synthétiques du type polymères à cristaux liquides (LCP), polyesters, aramides, polyéthylène fluoré et PBO (Polyphénylène Benzbisoxazole), puis sur des structures tissées enduits d'élastomère (silicone, Polyuréthane) ; qui à priori auraient de bonnes propriétés mécaniques aux températures cryogéniques. Une attention particulière s'est donc portée sur le comportement mécanique de chacune de ces fibres ainsi que des structures tissées et enduits (composites) conçues à partir de ces matériaux.

La synthèse de cette étude est présentée dans ce document selon le plan suivant.

Dans le **chapitre II**, nous présentons une synthèse bibliographique non exhaustive des connaissances disponibles à ce jour sur les matériaux textiles à base polymère et sur leurs comportements mécaniques aux températures ambiante et cryogénique. Ce chapitre abordera tout d'abord les observations sur le comportement des polymères aux températures cryogéniques, et particulièrement sur les familles de matériaux que nous avons présélectionnés. Ensuite nous nous focaliserons sur le comportement des fibres synthétiques, des structures tissées et composites aux températures cryogéniques. Enfin nous nous intéresserons aux aspects liés à la modélisation du comportement mécanique des structures tissées.

Les deux chapitres suivants s'attacheront à la description des protocoles expérimentaux mis en place et à l'analyse des résultats obtenus sur les matériaux et structures étudiés.

Ainsi, le **chapitre III** présentera les types d'essais effectués et les résultats de la caractérisation du comportement mécanique des fibres synthétiques à des températures variant de l'ambiante à -160°C.

Le **chapitre IV** décrira les caractérisations mécaniques effectuées sur les structures tissées enduits et sur des matériaux polymères sous forme de films. Une partie de ce chapitre abordera les aspects liés à la rupture en utilisant une approche mécanique de la rupture sur des matériaux tels que le polyuréthane (PU), le silicone (SI) et le polyéthylène basse densité (PEBD). Une analyse sera faite sur l'évolution du taux de restitution d'énergie à différentes températures et sur le comportement mécanique à ces températures. Les résultats obtenus seront comparés à des données disponibles dans la littérature.

Le **chapitre V** sera dédié à la modélisation et à la simulation numérique effectuées sur un obturateur type.

Enfin le **chapitre VI** présentera un bilan de l'ensemble des conclusions issues de ce travail replacées dans le cadre de l'application qui nous concerne ainsi que des différentes perspectives à envisager à ce travail.

II COMPORTEMENT MECANIQUE DES POLYMERES AUX TEMPERATURES CRYOGENIQUES : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Des publications autour du développement des matériaux textiles pour applications cryogéniques sont très peu diversifiées et principalement centrées dans le domaine des transports, de l'aérospatiale, l'aéronautique et la défense. Certains résultats bibliographiques montrent l'utilisation des matériaux composites à renforts verre ou carbone, imprégnés de résines thermodurcissables qui rendent les structures plus flexibles. Contrairement aux matériaux rigides (à l'exemple des métaux), la tenue mécanique des matériaux souples (polymères) aux températures cryogéniques a fait l'objet de peu de publications connues. Les exigences sont extrêmement sévères et compliquées pour les matériaux polymères dans ces applications uniques. Les matériaux polymères doivent posséder de bonnes propriétés mécaniques et physiques à des températures cryogéniques telles que l'hélium liquide (4,2 K), l'hydrogène liquide (20 K), l'azote liquide (77 K) et l'oxygène liquide (90 K) ; répondre aux exigences élevées des applications d'ingénierie cryogénique. Une étude bibliographique mettant en évidence les propriétés mécaniques et physiques aux températures ambiante et cryogénique des matériaux polymères est présentée.

Une partie du chapitre est dédiée à la description de quelques modèles (analytiques, phénoménologiques, statistiques ou encore numériques) de prédiction du comportement mécanique des polymères textiles et composites.
Etat de l'art II.1

Pour mieux comprendre la problématique du projet CRYOBTURE abordé partiellement en introduction générale, il faut tout d'abord remettre en contexte la notion de cryogénie, sachant que pour refroidir et maintenir un système aux très basses températures, il faut extraire de l'énergie en utilisant les fluides cryogéniques qui sont sélectionnés pour leur propriétés d'absorption de chaleur lorsqu'ils passent de la phase liquide à la phase gaz par des procédés industriels. Les fluides cryogéniques les plus fréquemment utilisés sont l'azote liquide entre 100 et 65K, l'hydrogène liquide entre 30 et 15K et l'hélium liquide entre 5 et 1K.

A température cryogénique, il existe peu de matériaux sur le marché du froid industriel qui conserveraient leurs propriétés mécaniques. (Cf figure II.1).



Figure II.1: Champs d'application du froid industriel et leurs contraintes.

Lorsqu'on regarde au niveau des fibres synthétiques ou structures tissées existant sur le marché, il n'existe pas de données transmises par les fabricants relatives aux basses températures inférieures à -80°C; et certaines fibres en dessous de ces températures voient leurs propriétés mécaniques se dégrader.

Π

La plupart des fibres techniques présentes sur le marché sont généralement utilisées pour des applications à chaud (de 100 à 300°C).

Depuis ces deux dernières décennies, la demande en consommation de GNL n'a cessé d'augmenter : environ 7% par an depuis l'an 2000 et de s'amplifier (presque 10% en 2012) avec une production d'environ 240 millions de tonnes. Et l'essor de cette filière, porté par l'éloignement entre les grandes régions de production et de consommation, est appelé à se poursuivre de façon très significative. En 2035, la production de GNL est estimée à 400 millions de tonnes et devrait peser pour environ 15% de l'offre gazière dans le monde. (Cf. figure II.2).



Figure II.2 : (a) Production et Consommation de GNL et (b) Principales zones de production de GNL dans le monde. (Source TOTAL).

Aujourd'hui, les principaux fournisseurs d'énergies fossiles (Total, Shell, ...) se tournent de plus en plus vers le GNL. On dénombre environ 90 terminaux méthaniers en opérations dans le monde avec 40 usines de production et compte tenu de la demande croissante, les chiffres pourraient tripler d'ici 2035⁴.

Des ballons d'obturations sont fabriqués pour faciliter les opérations de maintenance mais uniquement sur du gaz traditionnel (à température ambiante). Et ceux-ci sont réutilisables 2 ou 3 fois mais avec des risques en cas de défaillance. Le marché des obturateurs pour le gaz traditionnel et le pétrole pourrait être estimer à environ 50 millions d'euros par an sachant que le prix d'un ballon varie entre 1500 et 27000 euros selon la section de canalisation à obturer.

⁴https://www.total.com/fr/medias/actualite/communiques/20080421-etats-unis-inauguration-terminal-regazeification-sabine-pass-lng

Etant donné qu'il n'existe pas encore d'obturateurs dédiés au GNL, et le nombre important de terminaux méthaniers qui ne cessent de croitre, le nombre d'opérations de maintenance augmentent et entrainent des coûts importants dûs aux arrêts fréquents de la production estimés à environ 150 millions d'euros par an seulement pour les pertes.

II.2 Matériaux Polymères textiles

II.2.1 Généralités

Il existe un grand nombre de polymères produits industriellement sous forme de fibres textiles. La plupart de ces fibres servent de renfort dans les matériaux composites. D'un type de fibre à un autre, les propriétés, notamment mécaniques, diffèrent et en font des composants plus ou moins appropriés pour les obturateurs en fonction de l'application.

Selon une étude faite par la NASA en 2007 aux USA sur le développement d'un garage lunaire, les résultats des tests sur des structures tissées à basses températures (-100°C) ont montré que certaines fibres synthétiques ne perdent pas complètement leurs propriétés mécaniques en traction et en fatigue : il s'agit des fibres de PBO, des fibres de polymères à cristaux liquides (LCP) telles que le Vectran, des fibres d'aramide telles que le Kevlar, le Twaron, le Nomex, des fibres de polyéthylène fluoré telles que PTFE. (Cf figure II.3).



Figure II.3: Résistance mécanique des tissus sens chaine et sens trame à différentes températures telles que -100°C, ambiante et +100°C. (Smithers et al., 2007)

Cependant, nous ne disposons d'aucune information sur ces différentes fibres à -163°C. Il sera donc nécessaire d'identifier leurs propriétés mécaniques à ces températures.

Concernant les types de fibres synthétiques existant sur le marché du textile, une comparaison sur leur comportement en traction à température ambiante a été effectuée comme le montre la figure II.4. Parmi ces fibres, certaines ont un module élevé et sont les plus fabriquées au monde, leur prix est relativement faible comparé aux fibres suscitées : il s'agit des fibres de polyester PET et PEN. Elles présentent un bon compromis et sont utilisées aussi en milieu maritime.



Figure II.4: comportement mécanique en traction des fibres synthétique à température ambiante. (Lechat, 2007)

Il existe donc un large panorama de fibres synthétiques et différents facteurs peuvent être une limite à leur utilisation pour l'obturateur GNL. Le Tableau II-1 présente les ordres de grandeurs des caractéristiques mécaniques pertinentes vis à vis de l'application envisagée, pour les types de fibres précédentes en comparaison avec l'acier. Une synthèse des facteurs limitant leur utilisation est également proposée.

	Densité (g/cm³)	Module (GPa)	Résistance (GPa)	Prix relatif (résistance équivalente)	Facteurs limitant pour l'application
Acier	8	200	2 à 3	1	Densité élevée
Polypro.	0,9	4	0,3 à 0,5	1	Faible résistance à rupture ; Faible module ; Fluage excessif
Nylon	1,1	5	1	1,5 à 2	Module limité ; Perte des propriétés mécaniques en immersion
PET	1,4	15	1	1,5 à 2	Module moyen
PEN	1,3	25	1	5	Prix élevé ; Peu de données disponibles
Aramide	1,4	60 à 140	3	5	Mauvaise résistance à l'abrasion interne et externe ; Mauvaise résistance à la fatigue en compression
HMPE	1	100	4	4 à 5	Fluage important
Vectran	1,4	65	3	15 à 25	Prix élevé ; Peu de données disponibles
РВО	1,5	180 à 280	5	15 à 25	Prix très élevé ; Peu de données disponibles

Tableau II.1 : Caractéristiques classiques pour différents types de fibres. Comparaison avec l'acier. (Vaseghi, 2004), (Stonor et al., 1999).

Notre étude sera basée sur quelques-unes de ces fibres citées.

II.2.2 Fabrication des fibres synthétiques et structures tissées.

II.2.2.1 Fabrication des fibres

Les fibres synthétiques sont obtenues par assemblages d'un très grand nombre de filaments. Ces filaments ont un diamètre de quelques dizaines de microns. Ils sont fabriqués par filage, processus similaire à celui d'extrusion et qui consiste à transformer une masse visqueuse de polymère en un filament continu.

Selon le type de polymère utilisé, le procédé de fabrication varie. Pour les thermoplastiques (entre autres Polyesters et Polyamides), on parle de filage à l'état fondu : c'est directement le polymère fondu qui est mis en forme.

En amont du procédé, le polymère est introduit sous forme de granulés puis fondu ou bien la polymérisation est effectuée in situ en mélangeant les produits de la réaction sous vide et sous haute température.

Le polymère fondu est ensuite acheminé par un jeu de pression à l'aide de pompes vers la filière, plaque percée de capillaires, à travers laquelle le matériau est extrudé après avoir été filtré pour éliminer les éventuelles particules étrangères qui affecteraient la qualité des fibres.



Figure II.5 : Processus de fabrication des fibres synthétiques (exemple du filage à l'état fondu du PET).(Herrera-Ramirez, 2004)

Dans une production industrielle, une filière comporte plusieurs centaines de trous à travers lesquels sortent les filaments produits. Selon le type d'application, la forme de la section des trous de la filière peut varier mais elle est généralement cylindrique pour les fibres techniques.

En sortie de filière, les filaments formés se solidifient au contact de l'air, la solidification étant complétée par l'application d'un jet d'air à température ambiante perpendiculairement à la direction de filage.

Le filament ainsi produit passe ensuite à l'étape d'ensimage qui consiste à déposer une fine couche de substance chimique huileuse sur celui-ci, pour faciliter son passage sur les organes métalliques intervenant dans l'étape suivante de bobinage, et pour éliminer les éventuelles surcharges électrostatiques qui pourraient bouleverser l'alignement des filaments et ainsi nuire au bobinage.

L'ultime étape de bobinage est combinée avec l'étape d'étirage. Le filament ensimé est appelé par un mécanisme d'enroulement qui maintient sur celui-ci à une tension et une vitesse constante (environ 7000m/min). Ensuite repris par deux couples de cylindres qui permettent, grâce à des vitesses de rotation différentes, de l'étirer de plusieurs fois sa longueur initiale. Cette étape est déterminante pour les propriétés mécaniques finales des fibres car elle modifie leur microstructure en alignant les macromolécules au sein du filament, ce qui a des conséquences sur le module d'Young et la résistance à la rupture en traction.

On obtient donc après le procédé de filage-étirage un faisceau de filaments groupés dans une fibre pouvant mesurer plusieurs kilomètres de longueur et stocké sous forme de bobine.

II.2.2.2 Fabrication des structures tissées.

Le tissage est une technologie d'assemblage qui permet la production d'une étoffe par l'entrecroisement de deux nappes de fils orientés perpendiculairement. L'entrecroisement garantit à la préforme finale une bonne stabilité dimensionnelle et également de bonnes propriétés mécaniques.

Une structure tissée est un assemblage de plusieurs structures unidirectionnelles (fibres, mèches) liées entre elles par un mode de tissage bien défini. Elle est dite bidimensionnelle lorsqu'elle est formée de deux réseaux appelés « chaine » et « trame » entrecroisées perpendiculairement. Ce type de tissu est généralement utilisé dans le domaine technique comme renfort pour les matériaux composites car on recherche de bonnes propriétés mécaniques et thermique avec une bonne aptitude de mise en forme. Le mode de tissage et le choix des matériaux dépendent de l'application.

La « chaine » se définit comme étant un ensemble de fils parallèles à la direction du mouvement du tissu en cours de production. La « trame » est l'ensemble des fils perpendiculaires aux fils de chaine.

Un renfort fibreux est donc un tissu textile à base de fibres dont les propriétés mécaniques proviennent non seulement des caractéristiques des fibres mais aussi de l'architecture issu du procédé c'est-à-dire de la façon dont sont agencées les fibres constitutives. Pour s'assurer une réponse cohérente du tissu fibreux aux différentes sollicitations mécaniques, une maitrise des paramètres tels que le choix du matériau et le choix de l'architecture (taux volumique des fibres, orientation de celles-ci, maximisation de la continuité des fils du renfort, ondulation des structures) est importante.

En général, un tissu est caractérisé par son armure (façon dont les fils s'entrecroisent entre eux) et les densités en chaine et en trame. Il existe trois grandes familles d'armure : les toiles, les sergés et les satins, qui permettent d'obtenir des structures tissées avec des propriétés mécaniques différentes selon l'application envisagée. (Cf figure II.6).



Figure II.6 : Schéma des tissus 2D : (a) Toile, (b) Sergé et (c) Satins.

La différence entre ces trois configurations se situe au niveau de l'entrecroisement des fils. Pour la toile elle est réalisée par le passage d'un fil de trame sur un fil de chaine puis sous son voisin directement et ainsi de suite : ce qui produit une structure plus dense, compacte et peu déformable selon le matériau. Le sergé quant à lui est un peu plus complexe, aussi dense mais plus souple que la toile et se caractérise par un décalage constant à chaque colonne de fil de chaine sur ou sous un fil trame. Le satin est beaucoup plus souple que les deux autres, ce qui est dû à une densité d'entrecroisement beaucoup plus faible que les autres car le fil de chaine est pris une seule fois par colonne de façon à maintenir juste les fils de trame.

Dans le cadre de ce projet, les tissus utilisés sont fabriqués par la société « Delannoy-Frères ». Les fils sont tissés en utilisant une armure spécifique à l'entreprise de façon à procurer aux tissus obtenus des propriétés mécaniques (ténacité, déformabilité, rigidité) recherchées.

II.3 Comportement mécanique des polymères à températures cryogéniques.

Le traitement cryogénique s'avère être efficace pour améliorer la capacité de résistance à l'usure des polymères. Les matériaux sont donc refroidis à une température cryogénique pendant une certaine durée en utilisant de l'azote liquide ou de l'hélium liquide. Pendant le traitement cryogénique, tout le volume du matériau est affecté thermiquement ; la température étant extrêmement basse pendant les essais mécaniques va ralentir également le mouvement au niveau atomique et augmenter l'énergie de liaison intermoléculaire et cela favorisera ainsi un équilibre structurel dans tout le matériau.

La technologie cryogénique a été plus développée dans le cas des métaux, mais la nécessité d'améliorer les réservoirs de stockage cryogéniques a conduit à s'intéresser à l'évaluation de matériaux légers tels que les polymères (Kalia, 2010), (Foerg, 2002), (Scurlock, 1990).

Les propriétés mécaniques cryogéniques, notamment la résistance, le module, la ductilité, la résistance à la rupture, le fluage et la performance de glissement, etc., des polymères jouent un rôle essentiel dans le processus de choix en fonction du domaine d'application en environnement cryogénique. Le comportement en traction à température ambiante comparé à des températures cryogéniques sont d'abord discutés ci-dessous pour divers polymères et certains composites.

Dans cette première partie, nous faisons un état de l'art des résultats de la littérature concernant les propriétés mécaniques des polymères aux températures cryogéniques.

II.3.1 Comportement mécanique en traction

Plusieurs travaux ont été réalisé sur le comportement mécanique en traction des polymères et/ou fibres textiles à basses températures.

Yano et Yamaoka (Yamaoka et al., 1995),(Yano and Yamaoka, 1995) ont travaillé sur des films de PPS (Polyphénylène sulfure). Ils ont réalisé des essais de traction sur ceux-ci à différentes températures. Les résultats montrent que le module d'élasticité et la contrainte limite à la rupture augmentent progressivement lorsque la température diminue, mais cela s'accompagne par une diminution notable des déformations à rupture comme l'indique clairement la figure II.7 et le tableau II.2. Il semblerait néanmoins que le PPS conserve une certaine ductilité même à 4.2K (8% de déformation à rupture). Les analyses DMA réalisées ne montrent aucun processus de relaxation à température cryogénique, ce qui indique qu'il n'y aurait vraisemblablement aucune modification de structure chimique dans la plage d'utilisation en cryogénie.



Figure II.7 : courbes contraintes-déformations à différentes températures pour le PPS (Yano and Yamaoka, 1995).

Temperature (K)	Tensile strength (MPa)	Tensile modulus (GPa)	Elongation at break (%)
4.2	295	5.2	7.9
77	260	4.8	12.2
173	215	4.2	22.8
RT (300)	188	3.8	38.2

Tableau II.2 : Propriétés mécaniques du PPS (Yano and Yamaoka, 1995).

Une étude des propriétés mécaniques en cryogénie a également été réalisée par Yano (Yano and Yamaoka, 1995),(Yamaoka et al., 1995) sur des films de PEN (Polyéthylène Naphtalate) par analogie avec la structure chimique du PET (Polyéthylène Téréphtalate) qui sont tous les deux des polyesters avec des structures moléculaires très proches. Des essais de traction biaxiale en fonction du taux de cristallinité ont été effectués dans l'azote liquide à 77K. Les résultats montrent une dégradation des

propriétés ultimes (contrainte et déformation à rupture) lorsque le taux de cristallinité augmente (Figure II.8.). Ils ont également étudié le comportement en traction à 77 K (azote liquide) des films de Polyimide aromatique nouvellement développés tels que l'Upilex-S, l'Upilex-R et le Kapton qui est un polypyromellitimide (PPMI) obtenu par polycondensation entre biphenyltétracarboxylicdianhydride (BPDA) et plusieurs amines. Ils ont montré que ces films de polyimide avaient de plutôt de bonnes propriétés mécaniques en cryogénie. (Figure II.9). (Tableau II.3)



Figure II.8 : courbes contraintes-déformations du PEN à 77K (azote liquide) avec variation du taux de cristallinité. [4].



Figure II.9 : Courbes contraintes-déformations à 77K pour l'Upilex-S, l'Upilex-R et le Kapton (Yamaoka et al., 1995)

Sample	Temperature (K)	Tensile strength (MPa)	Tensile modulus (GPa)	Ultimate elongation (%)
Upilex-S	77	499	12.0	11.9
	300	419	9.3	34.0
Upilex-R	77	311	5.5	84.8
	300	254	3.8	107.0
Kapton	77	313	5.7	19.4
	300	201	3.5	77.1

Tableau II.3. Propriétés mécaniques en traction des films polyimide (Yamaoka et al., 1995)

Toujours dans la même optique, Tschegg (Tschegg et al., 1991) étudie les propriétés mécaniques d'un autre polyimide tel que le SINTIMID aux basses températures. Les essais de traction sont réalisés à l'ambiante, à 77 K (azote liquide) et à 4.2 K (Hélium liquide). Les échantillons sont conformes aux normes ASTM D638 et D3039. Les résultats montrent que ce polyimide présente une contrainte à rupture élevée mais une faible déformabilité (pas de différence notable entre l'ambiante et les basses températures) ainsi qu'une légère augmentation de la ténacité à la rupture au sens de la mécanique de la rupture. (Tableau II.4).

Sample width (mm)	Temperature (K)	Elastic modulus (MPa)	Ultimate tensile strength (MPa)	Failure strain (%)	Temperature (K)	Fracture toughness, (MPa m ^{1/2})
10	293	2366	111	6.4		
6	293	2260	113	6.4		
10	77	3220	171	6.0	293	1.59
6	77	3143	167	5.9	77	1.68
10	4.2	3136	173	4.6		1.00
6	4.2	3072	179	4.7	4.2	1.77

Tableau II.4. Propriétés mécaniques d'un film polyimide (SINTIMID) (Tschegg et al., 1991).

Dans la littérature, les travaux de Evans (Evans and Morgan, 1991) sur des polymères à cristaux liquides (LCP) tels que les fibres de Vectran HT (haute ténacité) ont montré que ceux-ci ont de bonnes propriétés mécaniques en traction à température cryogénique.

Dans le même sens, les études réalisés par Van De Voorde (Van de Voorde, 1976) et Indumathi (Indumathi et al., 1999) concernant l'effet des températures cryogéniques sur la résistance à la traction, l'allongement à la rupture et le module d'élasticité de certains polymères thermoplastiques tels que le

Π

PTFE, PEHD, PA, PC, PI (film), et le PET ; ont permis d'obtenir une base de données des propriétés mécaniques de ces différents polymères. Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau suivant. (Tableau II.5).

	Temperature	Tensile strength	Elongation at	Modulus of elasticity
Materials	(K)	(MPa)	break (%)	(MPa)
Plastic films & paper				
Polyimide (H film)	298	18.2	44	510
	77	32.5	16	640
	4.2	34.0	8	615
Polycarbonate (Makrolon)	298	6.4	112	
	77	13.5	4.5	
	4.2	15.6	3.0	
Polyamide (Nomex)	298	8.3	21	
	77	14.5	3.5	
	4.2	15.8	3.0	
Polyethylene terephthalate	298	16.5	88	450
(Mylar)	77	26.0	9.5	870
	4.2	26.8	5.5	880
Polyvinylchloride (rigid type)	298	2.3	156	110
	77	9.5	3.6	215
	4.2	11.6	2.9	300
Polyethylene (high density)	298	2.5	525	
	77	10.5	4.3	
	4.2	13.5	3.1	
Polytetrafluoroethylene	298	2.0	480	
(Teflon)	77	4.3	6.5	145
	4.2	5.6	3.5	217
Bulk materials				
Polyimide (Vespel)	77	18.4	3.1	
Polyethylene (high density)	77	13.8	2.3	
Polyvinylchloride (rigid)	77	11.5	11.5	

Tableau II.5 : Propriétés mécaniques en traction de certains polymères thermoplastiques àtempératures cryogéniques. (Van de Voorde, 1976)

Les résultats obtenus par Van De Voorde montrent que pour chacun de ces matériaux thermoplastiques, la résistance à la traction et le module d'élasticité augmentent au fur et à mesure que la température baisse (de la température ambiante à 4.2 K), contrairement à la déformation à la rupture qui décroit très rapidement car le matériau devient plus fragile aux basses températures.

Toujours dans cet optique, d'autres auteurs tels que (Yu et al., 2014), (Yu et al., 2015), (Sparks and Arvidson, 1985), (Tseng et al., 1997) se sont intéressés au comportement des mousses de polyuréthane. Ils ont comparé le comportement mécanique en traction et en compression à 25°C et à -150°C et ont mesuré la ténacité des mousses de Polyuréthane (PU) renforcées avec des fibres courtes de verre E

(PUF) selon la norme ASTM D1623-09. Leurs résultats indiquent que la résistance mécanique en compression du PUF à -150°C (azote liquide) est 2 fois supérieure à celle à température ambiante et cette augmentation est fonction du taux de renforcement en fibre. Cependant, en sollicitation de traction, les effets de la température sont très faibles et ce quel que soit le taux de fibres. La ténacité à la rupture augmente aussi en fonction du taux de fibres lorsque la température passe de 25°C et à -150°C. (Figure II.10). Les résultats analogues sont obtenus par Denay (Denay, 2012) dans ses travaux de thèse pourtant sur l'étude en traction-compression et en fluage des mousses de PU à température cryogénique.



Figure II.10 : Evolution des contraintes en compression et en traction des mousses de PU en fonction du taux de fibres de verre à température ambiante et à -150°C. (Yu et al., 2015, 2014).

Kim et Park (Kim et al., 2018); (Park et al., 2016) ont étudié le comportement mécanique en compression des mousses de PU pure, des mousses de PU renforcées par des fibres de verre (PUF) et des mousses de polyisocyanurate renforcées par des fibres de verre (PIF). Ils ont ensuite établi une comparaison entre ces mousses (Figure II.11).

Quel que soit la vitesse de déformation, le module d'élasticité spécifique en compression augmente lorsque la température diminue comme le montre le tableau II.6.



Figure II.11: Courbes contraintes-déformations nominales à 0.001/s en compression et à différentes températures : (a) mousse PU pure, (b) mousse PU fibrée (PUF) et (c) mousse fibrée PIF. (Park et al., 2016).

$E_{\rm spc}\left({\rm Pa}/{\left({{\rm kg}\over{{ m m}^3}} ight)^2} ight)$		PU'		PUF		PIF	
		Strain rate (s ⁻¹)		Strain rate (s ⁻¹)		Strain rate (s ⁻¹)	
		0.0001	0.001	0.0001	0.001	0.0001	0.001
Temperature (°C)	20 50 110 163	2795,455 3770,165 4358,595 5337,438	2823,306 4028,512 4637,769 5656,860	2055,854 2235,401 2577,082 3352,649	2350,726 2863,531 3388,377 4284,810	1545.142 2259.094 2951.570 3619.211	2183.930 2731.191 3640.541 4389.774

Tableau II.6 : Evolution du module d'élasticité en compression à différentes vitesses et différentestempératures. (Park et al., 2016).

Leurs résultats ont montré également que le taux de déformation maximale de ces mousses varie entre 55% et 95%. Le taux de recouvrement des mousses de PIF est plus important que celles des mousses de PU pure et fibrées PUF en raison de sa structure chimique (anneau d'isocyanurate). (Figure II.12)

L'apport des fibres de verre dans les mousses de PU améliore le comportement mécanique en compression de celles-ci, restant ainsi ductiles aux températures cryogéniques. Les mousses de PIF présente également de bonnes propriétés de ductilité mais les niveaux de contraintes admissibles sont plus faibles que celles des mousses PU.

Π

COMPORTEMENT MECANIQUE DES POLYMERES A TEMPERATURES CRYOGENIQUES : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE



Figure II.12: Taux de déformation maximal et taux de recouvrement à 0.0001/s en compression et à différentes températures pour les mousses PU pure, PU fibrées (PUF) et PIF fibrées. (Park et al., 2016).

Les Mousses de PU renforcées par les fibres courtes de verre (PUF) sont généralement utilisées pour l'isolation thermique des systèmes de confinement (cuves de transport et de stockage) cryogénique de GNL lors des phases de maintenance. Les études présentées précédemment confirme l'utilité de ces mousses en milieu GNL et pour tous les matériaux d'isolations existants, le PIF serait à priori un substitut très intéressant surtout pour les industriels qui conçoivent des systèmes d'isolations ou de des systèmes de stockage de GNL.

II.3.2 Effet de la Tg sur les propriétés mécaniques

La température de transition vitreuse Tg est une propriété de matériaux polymères qui sépare le comportement vitreux du comportement caoutchoutique. Elle est utilisée pour évaluer la flexibilité d'un

polymère. Au-dessus de leur Tg, les polymères présentent une réponse élastique retardée (viscoélasticité) et une stabilité dimensionnelle (comportement de type caoutchoutique). La flexibilité, la géométrie, le poids de la chaîne de la molécule, les forces intermoléculaires et la rigidité des chaînes de réticulation sont des facteurs importants pour la Tg (Lu and Jiang, 1991). Cependant, une modification de la valeur de Tg est directement liée aux processus de relaxation moléculaire du polymère.

A basse température, en particulier en dessous de la Tg, les polymères présentent un faible comportement viscoélastique. Le degré de liberté des chaines d'un polymère baisse avec la diminution de température (Ahlborn and Knaak, 1988). Le polymère subit un faible taux de déformation et présente une forte rigidité. (Hiltner and Baer, 1974).

Il existe une grande différence entre les polymères amorphes et cristallins en ce qui concerne leur transition vitreuse (Tg).

Des mesures ont été réalisées sur une série de polymères présentant des températures successives de transition vitreuse supérieures Tg. La Figure II.13 montre ainsi l'évolution du coefficient de perte et de la dilatation thermique de PE, PTFE, POM et PP en fonction de la température (Hartwig, 1994). Une augmentation drastique du coefficient d'expansion thermique est corrélée avec Tg. Le polypropylène (PP) possède la Tg la plus élevée et, par conséquent, la dilatation thermique de base est maintenue sur une plage de température étendue. Le polyéthylène (PE), au contraire, a une Tg plus faible, et la contribution de la transition vitreuse coïncide avec le début de la région indépendante de la température. Les comportements du PTFE et du POM sont intermédiaires.

Π



Figure II.13 : (a) coefficient de perte « tan δ » et (b) coefficient de dilatation thermique « a » de quelques polymères semi-cristallins en fonction des températures de transition vitreuse T_g .

Concernant les polymères semi-cristallins soumis à des températures cryogéniques, la conductivité thermique dépend fortement à la fois de la cristallinité et de la température (Choy, 1977). Et pour les polymères amorphes, par exemple le poly (téréphtalate d'éthylène) PET, la conductivité thermique cryogénique à 1,5 K est environ dix fois plus élevée que celle d'un échantillon partiellement cristallin.

Des analyses DMA réalisées par Yamaoka (Yamaoka et al., 1995) sur des films de PPS n'ont montré aucun processus de relaxation en température cryogénique, ce qui indique qu'il n'y aurait vraisemblablement aucune modification de structure chimique dans la plage d'utilisation en cryogénie. Les études DMA (Dynamic Mechanical Analysis) réalisées par Demharter (Demharter, 1998) sur les mousses de PU à température cryogénique, ont montré que la Tg du PU était de -70°C et en deçà de cette température de transition vitreuse, la mousse de PU perd ses propriétés viscoélastiques et devient de plus en plus fragile à -170°C. Ces mêmes résultats ont été confirmés par Denay dans ses travaux de thèses (Denay, 2012).

Spetz (Spetz, 1990) présente un tableau récapitulatif des températures d'utilisation minimale pour un certain nombre de polymères sans pour autant préciser selon quel critère il établit cette température (Tableau II.7).

Polymer	Min. temp. (°C)	Polymer	Min. temp. (°C)
Natural rubber	-60	Propylene oxide rubber	60
Isoprene rubber	-60	Polysulphide rubber	-35
Butadiene rubber	-100	Silicone rubber	-110
Styrene butadiene rubber	-50	Fluorocarbon rubber	-25 to -40
Isobutylene isoprene rubber	-50	Fluro-silicone rubber	-60
Ethylene propylene rubber	-55	Kalrez	-20
Poly-norbornene rubber	-45	Polyphosfazene rubber	-20 to -65
Nitrile butadiene rubber	-40	Urethane rubber	-20 to -40
Hydrated nitrile butadiene rubber	-25	Styrene butadiene styrene TPE	-50
Chloro-ethylene rubber	-20	Styrene ethylene butadiene styrene TPE	-50
Acrylic rubber	- 30	Thermoplastic natural rubber	-60
Ethyleneacrylate rubber	35	Thermoplastic ethylene propylene rubber	-60
Chloroprene rubber	-40	Thermoplastic nitrile rubber	-60
Chlorsulphonated polyethylene rubber	-25	Thermoplastic urethane rubber	-40
Epichlorohydrin rubber	-45	Thermoplastic ethylene vinyl acetate rubber	-50
		Thermoplastic polyester	-60

Tableau II.7: Température minimale de fonctionnement de certains polymères.

Il ressort de ce tableau qu'il n'y a pas de matériau souple dont la température minimale d'utilisation avoisine -160°C.

II.3.3 Mécanismes de rupture des polymères aux températures cryogéniques

La résistance à la rupture des polymères diminue généralement avec la température (les polymères deviennent de plus en plus fragiles). Cette fragilité aux basses températures limite leur utilisation dans les environnements cryogéniques.

II.3.3.1 Comportement à la rupture

Π

Les études effectuées en mécanique de la rupture sur certains polymères à très basses températures, ont montré une propagation instable des fissures. À des températures croissantes, une transition dépendante du matériau pour une propagation stable des fissures a lieu. Le mode de propagation des fissures et le comportement à l'arrêt des fissures dépendent de la température, du taux de déformation et, dans certains cas, de l'environnement.

Les travaux de Christoph (Christoph and Hartwig, 1996) sur la propagation des fissures dans les polymères amorphes tels que le PC (Polycarbonate), le PMMA (Poly Méthacrylate de Méthyle), le PEHD, le PTFE découpés sur des éprouvettes entaillés de type CT et maintenus dans de l'azote liquide

(LN2) et/ou de l'hélium Liquide (LHe) à 77K pendant les essais de flexion, ont montré que le facteur d'intensité de contrainte K_{IC} mesuré pour chaque matériau variait en fonction de l'environnement cryogénique (dans l'azote liquide à 77K, le facteur K_{IC} est plus élevé. Cf Tableau II.8). Leurs résultats montrent que l'immersion à l'azote liquide favorise la propagation instable des fissures, mais augmentent considérablement les valeurs du facteur K_{IC} et que le PTFE est plus fragile que PC, le PMMA et le PEHD lorsqu'on est à 77K.

Temperature	Environment	PC K _{Ic} [MNm ^{-3/2}]	HDPE K _{ic} [MNm ^{-3/2}]	PTFE K _{ic} [MNm ^{-3/2}]
77K	LN ₂	9.8	9.6	8.4
	He	3.2	6.7	6.1
140K	He	3.7	8.3	2.5
200K	He	3.1	9.6	1.7

Tableau II.8: Résistances à la rupture pour plusieurs polymères à différentes températures et environnements avec une vitesse de déformation de 6×10^{-6} /s

Plusieurs travaux ont été menés dans le même sens sur la propagation des fissures dans les polymères tels que le PTFE, le PEHD et certaines résines (Epoxy) soumis à des basses températures sous sollicitations mécaniques (Brown, 1973),(Brown and Parrish, 1972),(Kneifel, 1979),(Hartwig et al., 1986), les résultats ont tous montré que ces composites sont fragiles à 77K.

Yu (Yu et al., 2014) a également effectué des essais de mécanique de la rupture en température cryogénique sur les mousses de PU et des mousses de PU renforcées par des fibres de verre. Il a mesuré l'évolution du facteur d'intensité de contraintes critique en fonction de l'augmentation du taux de fibres de verre dans la mousse de PU ; les résultats de ses travaux montrent que la ténacité à la rupture est légèrement supérieure aux températures cryogéniques. (Cf figure II.14).



Figure II.14: (a) et (b) Eprouvette SEND d'une mousse PU, et (c) Evolution de la ténacité à la rupture en fonction du taux de fibres de verre dans la mousse de PU à 25°C et à -150°C.

Les résultats montrent également que, l'armature des fibres de verre courtes dans la mousse de PU augmentent non seulement sa résistance à la compression et à la traction (Cf Figure II.6) mais aussi sa ténacité à la rupture à la température cryogénique (-150°C).

II.3.3.2 Comportement au fluage

Dans certaines applications concernant le froid industriel, il est parfois nécessaire d'étudier le comportement au fluage. Dans la littérature, on retrouve les travaux de Denay (Denay, 2012) sur l'étude des mécanismes de rupture à long terme des mousses de PU pures et les mousses de PU renforcées par les fibres de verre aux températures cryogéniques. Des essais de fluage sous faible contrainte (fixée à 0.8MPA) sur ces mousses ainsi que des analyses dynamiques DMA pour mesurer la viscoélasticité de ces mousses soumises à la compression en fonction de la température ont été effectués. Il en ressort que les mousses de PU pures et/ou fibrées présentent une sensibilité au fluage qui se traduit par une augmentation de déformation et du module d'élasticité après 2H en fonction de l'évolution de la température allant de l'ambiante à -160°C. (Cf Figure II.15 et Figure II.16)



Figure II.15 : Courbes de fluages à différentes températures pour les mousses PU non fibrées à 0.8Mpa (Denay, 2012)



Figure II.16 : Courbes de fluages à différentes températures pour les mousses PU fibrées à 0.8Mpa (Denay, 2012)

Cette sensibilité est beaucoup plus faible pour des températures variantes entre -90°C et -170°C. Dans cette plage de température, le comportement des mousses de PU non fibrées est quasiment élastique.

II.3.3.3 Comportement en fatigue.

Le phénomène de fatigue en tension a été identifié dans les années 70 sur différentes fibres synthétiques, dont les fibres de polyester PET (Bunsell and Hearle, 1974). Ce mécanisme de rupture a été mis en évidence pour des sollicitations cycliques de forte amplitude.

Les propriétés de fatigue des différents types de fibres synthétiques n'ont pas fait l'objet d'études aux températures cryogéniques. On trouve cependant dans la littérature des études sur des composites

Ainsi le comportement en fatigue à 77K ainsi qu'à 4K des composites renforcés de fibres de carbone (PRFC) a été étudié par Ahlborn (Ahlborn, 1988).

Des études ont été menées sur le comportement en fatigue des fibres de polyamide, de polyester et de polyacrylonitrile et les résultats ont montré que ces fibres sont fragiles aux températures cryogéniques (-160°C). Dans certains cas, les conditions de chargement ont été contrôlées par un appareil de fatigue des fibres mis au point à cette fin et les morphologies de rupture ont été inspectées par microscopie électronique à balayage (MEB). Ils ont constaté que la rupture par fatigue des fibres se produisait à partir d'une charge nulle jusqu'à une charge maximale d'environ 60% de la résistance à la traction. La rupture en fatigue s'accompagne d'une morphologie de rupture distincte, nettement différente de la morphologie de rupture en traction et impliquant une propagation de la fissure le long de la fibre avec un léger angle par rapport à son axe, bien que le mécanisme qui le provoque dans la fibre acrylique soit probablement différent de celui du polyamide et du polyester.(Herrera-Ramirez, 2004), (Seignobos, 2009).

Les travaux de thèses de Herrera-Ramirez en 2004 et Leclerc en 2006 sur les mécanismes microstructuraux impliqués dans la fatigue des fibres thermoplastiques, montrent que la rupture en fatigue peut être associée à une évolution de la microstructure des fibres : elle est expliquée par la mise en compression des régions amorphes situées en surface des filaments contenus dans les fibres. La présence des particules étrangères a été observé à l'endroit de la fissure (Herrera-Ramirez, 2004). Ces particules, vraisemblablement intégrées au polymère (volontairement ou non) au cours du procédé de fabrication, ont été identifiées comme point d'initiation des fissures de fatigue (Le Clerc, 2006).

Dans d'autres études menées sur les fibres textiles, la fatigue y est décrite comme étant une simple accumulation de déformation en fluage et la rupture se produit lorsque la limite de déformation est atteinte. Ces observations se basent sur des essais réalisés entre 0,1 et 20Hz. Et parfois cette rupture de fibres se produit encore plus rapidement et brusquement lorsque les essais sont faits aux températures cryogéniques (-160°C). (Lion, 1997)

II.3.4 Matériaux composites tissés

Le domaine des matériaux composites a pris de l'importance dans les études d'ingénierie ces dernières années. Les progrès de la science des matériaux et l'étude de nouveaux matériaux ont permis aux ingénieurs d'envisager l'utilisation de matériaux alternatifs et moins traditionnels dans leur conception.

Les matériaux composites sont connus pour fournir de bons rapports résistance / poids, des propriétés thermiques et mécaniques améliorées, ainsi que de nombreux autres propriétés recherchées pouvant être obtenues par la combinaison de différents matériaux constitutifs. Parmi les nombreuses applications des matériaux composites, on retrouve l'aéronautique et les structures navales, les automobiles, les appareils médicaux, etc... Leur utilisation dans les réservoirs de stockage de fluides cryogéniques est également une voie prometteuse.

L'industrie aérospatiale et /ou transport utilise des textiles techniques en tant que renforts de composites à matrice céramique ou organiques. La diversité de ces techniques de fabrication permet d'obtenir des renforts fibreux se présentant sous plusieurs formes ou structures. Jusqu'à présent, les industriels s'intéressent majoritairement aux composites à renforts unidirectionnels (UD), tissés ou tressés possédant de bonnes propriétés mécaniques du fait de l'orientation des fibres qui sont sollicités dans leur sens longitudinal (Schutz, 1998).(Figure II.17).

Π

COMPORTEMENT MECANIQUE DES POLYMERES A TEMPERATURES CRYOGENIQUES : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE



Figure II.17 : Résistance à la traction et à la compression des composites UD (orientation à 0°) à matrice Epoxy aux températures ambiante, 76K et 4K. (Schutz, 1998).

Il serait d'un intérêt primordial de concevoir de meilleurs systèmes avec des matériaux composites, tels que les composites textiles ayant des propriétés structurelles (Sankar and Marrey, 1997), (Lomov and Verpoest, 2010), (Kelkar et al., 2006), (Islam et al., 2015) et thermiques supérieures à celles des stratifiés traditionnels, ainsi qu'un meilleur drapage par rapport aux composites renforcés de fibres continues. Le drapage est l'aptitude d'un tissu textile tissé à se conformer à des formes complexes courbes, c'est-à-dire que, quel que soit le motif de tissage, les fibres tissées pivotent librement pour prendre la forme de la structure sous-jacente (Sharma and Sutcliffe, 2001).

Le comportement mécanique en traction et en cisaillement, des composites de polymères renforcés de fibres de verre à l'état cryogénique a été étudié, mais très peu se sont concentrés sur le comportement hors plan, tel que la réponse au choc.

De nombreux travaux ont été menés sur des mélanges fibres de verre/époxy, alumine/époxy, carbone renforcé de fibre de verre/époxy (Ahlborn and Knaak, 1988), (Gu, 1992), (Takeda et al., 2015), (Shindo et al., 2006), (Takeda et al., 2002), (Reed and Golda, 1994), (Ma et al., 2016). Ces structures composites peuvent présenter une très bonne résistance mécanique en termes de contrainte à rupture et module d'élasticité, mais ont l'inconvénient de présenter de très faibles déformations à rupture.

Les travaux de Shindo (Shindo et al., 2012) concernant les réponses mécaniques en traction, compression et flexion aux températures cryogéniques des composites polyester PET non tissés / Epoxy, montrent que le module d'élasticité diminue à 77K par rapport à l'ambiante. (Figure II.18).



Figure II.18 : Réponses mécaniques des composites en PET non tissés/ époxy à température ambiante et cryogénique (77K) : (a) comportement en traction, courbes contraintes-déformations et (b) comportement en flexion, courbes Forces-déflexion ; (Shindo et al., 2012).

En se référant à certaines sociétés spécialisées dans le traitement cryogénique des matériaux, certains polymères tels que les polyamides (exemple : le Nylon, le PA 6,6, le PA 12...), le PTFE (Polytétrafluoroéthylène) pourraient à priori être de bons candidats pour réaliser des structures utilisables en environnement cryogénique. En effet, selon les travaux de Indumathi (Indumathi et al., 1999) et Glass (Glass, 1998), les composites contenant des fibres de PTFE et graphite s'avèrent avoir de meilleures propriétés mécaniques aux températures cryogéniques.

Afin de modéliser numériquement le comportement mécanique polymères et matériaux composites, il existe plusieurs modèles dans la littérature de type analytiques et phénoménologiques qui décrivent le comportement mécanique et de prédire l'endommagement du matériau. Dans la suite, nous avons décrit quelques-uns.

II.4 Modélisation du comportement mécanique

Dans la littérature, certaines approches analytiques combinant un modèle de cisaillement (classique ou modifié) avec des techniques numériques de simulation pour simuler les comportements mécaniques des composites UD en températures cryogéniques y compris l'endommagement et la rigidité à la traction ; sont très utilisées. (Zhou et al., 2006), (Oh, 1979).

Les équations présentées ici dans un premier temps, permettent d'approcher les résultats expérimentaux par des expressions mathématiques simples (traction, fluage, ...), et peuvent être vues comme des modèles relativement élémentaires. Il en existe de plus élaborés : nous présentons ici dans le détail un de ces modèles.

La simulation du comportement des structures composites est rendue complexe par la multiplicité des paramètres à considérer, qu'ils concernent la description de la structure elle-même ou le type de sollicitation subie couplée avec l'influence des températures cryogéniques. La plupart des modèles se concentrent donc sur certains aspects particuliers.

Nous présentons en fin de section un modèle qui semble plus complet pour l'application dont il est question : il s'agit d'un modèle hyperélastique anisotrope appelé « modèle de Fung » généralement utilisé pour la modélisation des tissus biologiques.

II.4.1 Modèles analytiques

En 2001, Wang et Zhao (Wang and Zhao, 2001) ont couplé un modèle de cisaillement classique qui tient compte des effets du chargement et de la température avec la technique de simulation Monte-Carlo dans le but de simuler l'endommagement et le comportement mécaniques des composites UD à basses températures. Le processus d'endommagement a été simulé comme une rupture cumulative qui contient une série d'évènements tels que : la rupture de la matrice, le décollement de l'interface fibres/matrice et la rupture aléatoire des fibres.

De plus, ils ont étudié l'influence des forces d'interface fibres/matrice, du paramètre d'échelle de Weibull, ainsi que de la répartition de la contrainte de la fibre sur la contrainte à la rupture des composites UD à basse température (77K), et ont comparés avec des résultats expérimentaux. En faisant des hypothèses de calculs suivantes :

- Les fibres et la matrice sont homogènes et élastiques linéaires,
- Les déformations à la rupture de la matrice et de l'interface fibre/matrice sont considérées comme définies,

Alors les résistances à la traction des fibres sont décrites statistiquement par la loi de Weibull suivante :

$$F(\sigma) = 1 - \exp\left\{-\frac{L}{L_0} * \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^{\beta}\right\}$$
(II.1)

où $F(\sigma)$ est la probabilité que la résistance de la fibre soit $\leq \sigma$, tandis que σ_0 et β sont respectivement les paramètres d'échelle et de forme de Weibull ; L et L_0 sont respectivement les longueurs finale et initiale des fibres. (Cf figure II.19).



Figure II.19 : (a) Modèle analytique d'un composite UD et (b) Représentation des segments fibres et matrice du modèle analytique (Wang and Zhao, 2001).

Les équations qui découlent de ce modèle sont les suivantes :

$$\sigma_i = E_f \frac{du_i}{dx} - E_f \alpha_f \Delta T ; \quad \text{Contrainte dans la fibre « i »}$$
(II.2)

$$\sigma_i^* = E_m \frac{du_i^*}{dx} - E_m \alpha_m \Delta T \quad \text{Contrainte dans la matrice } \ll i \gg$$
(II.3)

$$\tau_i = \left\{ \frac{2G_f G_m}{d_f G_m + d_m G_f} \right\} * (u_i^* - u_i) \text{ Contraintes de cisaillement interface fibres/matrice « i »}$$
(II.4)

Sachant que E_f , E_m , G_f , G_m , sont respectivement les module d'Young et de cisaillement des fibres et matrice ; u_i , u_i^* sont les déplacements élémentaires associés à la fibre et à la matrice respectivement ; α_f , α_m sont respectivement les taux de fibres et matrices dans le composite final.

Wang a utilisé ce modèle analytique pour simuler le comportement d'un composite UD carbone/époxy à température ambiante et à 77K, tout en optimisant les paramètres de la simulation jusqu'à la rupture. Il a également simulé la ténacité à la traction des mêmes composites unidirectionnels Carbone/Epoxy à 77K, tout en incorporant l'effet du refroidissement dans la distribution de la résistance à la rupture associée à la fibre par une augmentation de la valeur du paramètre de l'échelle au lieu de prendre en compte les effets couplés du chargement et température. (Cf figure II.20).



Figure II.20 : Courbes contraintes-déformations pour le composite UD carbone/époxy à température ambiante et à 77K : (a) Expérimental et (b) Numérique. (Wang and Zhao, 2001)

Toujours dans le but de modéliser le comportement mécanique d'un composite UD textiles en tenant compte des températures cryogéniques et de la sollicitation mécanique, plusieurs auteurs à l'instar de (Abdelmohsen, 1991),(Oh, 1979), (Goda and Phoenix, 1994),(Zhou et al., 2006), (Yuan et al., 1994) se sont basés sur cette technique de simulation dite Monte-Carlo couplée avec un modèle de cisaillement

modifié ou classique selon différentes applications. Le modèle de cisaillement classique utilisé tout seul ne peut tenir compte de la rupture de la matrice et gérer les effets couplés du chargement et de l'augmentation et/ou de la réduction des températures.

II.4.2 Modèles phénoménologiques

Afin de prédire le comportement mécanique au niveau macroscopique et tenir compte des phénomènes physiques impliqués à l'échelle mésoscopique, la mécanique des matériaux tissés peut être abordée à l'échelle de la structure du tissage.

Un exemple de ce type d'approche correspond à la modélisation de la rigidité en flexion du matériau tissé et des mèches de fils qui le constituent. Ainsi, Ghosh (Ghosh et al., 1990) propose une synthèse des recherches sur ce thème. D'autre part, Livesey (Livesey and Owen, 1964) propose également un dispositif expérimental de mesure du couple de flexion et de la courbure d'un échantillon de matériau tissé. Il met en évidence un comportement à hystérésis et propose une analyse à l'échelle de l'hélice des filaments, qui constituent les mèches des fils du matériau tissé, pour estimer la rigidité en flexion.

Par une analyse à l'échelle d'une mèche de fils, Leaf (Leaf and Glaskin, 1955) propose une prédiction de la largeur de la boucle d'hystérésis du comportement en flexion des mèches. Dans la continuité de ses travaux, Leaf explore les liens entre les propriétés de la structure à l'échelle mésoscopique et le comportement macroscopique, en termes de rigidité en flexion d'un matériau tissé.

Une thématique voisine s'intéresse aux cordages synthétiques, qui trouvent un bon nombre d'applications en environnement marin (amarrage, ligne d'ancrage, ligne de descente au fond de la mer, etc..).

D'un autre côté, Wu (Wu et al., 1995) a étudié des cordes tressées en PET et en nylon, en vue d'établir la relation entre leur comportement et le comportement des mèches de fils, qui les constituent ; cette étude a été réalisée en traction et en traction-flexion combinées. Par ailleurs, Leech (Leech et al., 1993) décrit la composition de la structure de câbles en fibres polymères, afin de modéliser la friction entre les

fibres dans ces câbles et Ghoreishi (Ghoreishi et al., 2007a, 2007b), prédit la rigidité élastique de câbles synthétiques aramide à partir du comportement de leurs éléments constitutifs.

Une autre thématique s'attache à décrire le comportement du matériau tissé à l'échelle macroscopique avec des éléments de modélisation à l'échelle du tissage au niveau des points de liaison. Plusieurs modèles de ce type existent, tels que celui de Kato (Kato and Ramm, 2010), (Kato et al., 2009) ; c'est un modèle en treillis, qui représente les fils de chaîne, les fils de trame et les points de liaison par des éléments de type barre en traction-compression et sans flexion. L'enduction, quant à elle, est représentée par un élément feuille (film). Les lois constitutives des éléments sont une élasticité non-linéaire avec une irréversibilité en décharge, indépendante du temps, pour les fils et un comportement élastoplastique pour l'enduction. Une caractérisation mécanique en traction biaxiale et cisaillement ont été réalisés et le modèle a montré un bon accord avec les résultats expérimentaux.

Les structures tissées à partir des matériaux textiles sont généralement orthotropes dans la mesure où leurs propriétés mécaniques ne sont pas les mêmes selon l'orientation (sens transversal ou longitudinal) ; la modélisation du comportement mécanique des structures anisotropes est faite suivant plusieurs autres modèles hyperélastiques calqués sur des modèles des tissus biologiques. Nous pouvons ainsi cité le modèle de Fung (Fung, 1967), (Fung et al., 1979), (Fung, 1993) et le modèle de Holzapfel (Holzapfel, 2006), (Holzapfel et al., 2000), utilisé dans le cadre de la modélisation des tissus biologiques. En hyperélastique, le comportement mécanique se décrit dans le cas anisotrope général par le modèle Fung sur la base d'une densité d'énergie de déformation potentielle U sous la forme suivante

$$U = \frac{c}{2} \left(e^{Q} - 1 \right) + \frac{1}{D} \left(\frac{\left(J^{el} \right)^{2} - 1}{2} \right)$$
(II.5)

Où c et D sont des paramètres du matériau à identifier et Q est défini par :

$$Q = \overline{\overline{E}} : \ \overline{\overline{b}} : \overline{\overline{E}}$$
(II.6)

Sachant que le module de compressibilité est donné par $K_0 = \frac{2}{D}$; Avec **b** correspondant au tenseur de l'anisotropie, il est symétrique et d'ordre 4. Et \overline{E} est le tenseur des déformations de Green modifié et définit par :

$$\bar{\bar{E}} = \frac{1}{2}(\bar{C} - I) \tag{II.7}$$

Avec $\bar{C} = J^{3/2} \times C$ où *C* est le tenseur de contrainte de Cauchy Green et est donné par :

$$C = F^T \cdot F \tag{II.8}$$

Avec F étant le gradient de déformations.

De même, Holzapfel a utilisé la densité d'énergie de type Fung ψ_{ortho} pour modéliser le comportement anisotrope du tissu artériel et la densité d'énergie néo-Hookéenne ψ_{iso} pour modéliser le comportement isotrope d'un tissu. (Holzapfel and Weizsäcker, 1998), (Holzapfel et al., 2004). La formulation de la densité d'énergie a donc été définie telle que :

$$\boldsymbol{\psi} = \boldsymbol{\psi}_{iso} + \boldsymbol{\psi}_{ortho} \tag{II.9}$$

Dans l'équation (II.9), ψ_{iso} représente principalement la rigidité initiale de la paroi de l'artère représentée par l'élasticité des substances non fibreuses (la matrice). Son expression est donnée par :

$$\psi_{iso} = \mu (I_1 - 3)/2 \tag{II.10}$$

Dans cette équation (II.10), le terme $\mu > 0$ est un paramètre du matériau de type contrainte (module de cisaillement) ; le premier invariant I_1 est donné par :

$$I_1 = tr C = 2 tr E + 3 \tag{II.11}$$

Où le tenseur droit de Cauchy-Green C = 2E + I; avec I = tenseur unitaire.

En supposant une incompressibilité du matériau (det C = 0); Holzapfel réécrit la fonction d'énergiedéformation et l'équation (II.9) est donc composée des équations (II.12) et (II.13)

$$\psi_{iso} = \frac{\mu}{2} \{ 2(E_{11} + E_{22}) + [(2E_{11} + 1)(2E_{22} + 1)]^{-1} - 1 \}$$
(II.12)

Et la partie orthotrope est donnée par :

$$\psi_{ortho} = \mathcal{C}[exp(Q) - 1] \tag{II.13}$$

Le paramètre du matériau C > 0 (strictement positif) est donné par l'équation suivante

$$C = c_{11}E_{11}^{2} + c_{12}E_{11}E_{22} + c_{22}E_{22}^{2}$$
(II.14)

Ces modèles développés par Fung et Holzapfel qui sont établis par ce type de fonction de déformationénergie décrivent l'isotropie transversale dans le plan, et sont fréquemment utilisés pour la représentation de réponses de tissus biologiques mous anisotropes non linéaires.

Dans le cadre notre étude et de tous les modèles existant, le modèle hyperélastique de Fung semble approprié et complet pour prédire le comportement mécanique d'une structure tissée anisotrope, Il sera donc développé puis couplé avec l'aspect thermique et ensuite utilisé pour modéliser le comportement mécanique aux températures cryogéniques des structures tissées à partir des fibres synthétiques polymères ; les paramètres de ce modèle seront identifiés pour pouvoir simuler le comportement thermomécanique d'un obturateur (tissus composites orthotropes) en milieu GNL.

Le modèle de Fung sera développé dans les détails dans le chapitre V, ainsi que l'identification des paramètres du modèle.

II.5 Bilan de l'étude Bibliographique

Π

La synthèse des publications traitant du comportement mécanique polymères et/ou des structures tissées aux températures cryogéniques a montré que les études concernées sont bien souvent expérimentales, les objectifs se limitant généralement à la mesure de certaines grandeurs pouvant servir de paramètre d'entrée dans des modèles d'analyse (mesure des propriétés mécaniques à la rupture) ou fournir des courbes de référence (mesure de la durée de vie, loi de comportement).

Malheureusement les mécanismes mis en jeu lors de la sollicitation tels que la traction uniaxiale/biaxiale, le fluage, la fatigue, bien qu'ils soient identifiés, ne sont pas réellement compris ni expliqués, ce qui entraîne la nécessité de réaliser de nouveau une caractérisation complète aux températures cryogéniques pour chaque nouveau matériau textile en fonction des besoins liés à l'application envisagée.

La plupart des matériaux polymères testés en cryogénie deviennent plus fragile au fur et à mesure que la température diminue (lorsque les températures atteignent les 110K à savoir -163°C). Cet effet serait sans doute lié aux mobilités réduites des molécules aux températures cryogéniques.

Des polymères tels que le PTFE, le polyamide (PA), le PEHD, et les polymères à cristaux liquides (LCP) pourraient être de bons candidats pour des applications cryogéniques mais il est nécessaire d'obtenir une base de données à ces températures.

Concernant les modèles développés dans le but de prédire le comportement en traction des structures tissées (composites) en partant de l'état fibres, on peut remarquer que beaucoup d'entre eux ne permettent de modéliser qu'un phénomène parmi d'autres et ne rendent pas compte du comportement global des structures aux températures cryogéniques. Le modèle de Fung qui est un modèle hyperélastique anisotrope est suffisamment général pour s'adapter à l'étude mécanique des structures tissées.

Cependant ce modèle, comme les autres, n'a pas à ce jour fait l'objet d'une validation approfondie : les quelques essais de validation effectués ont certes démontré les bonnes performances du modèle, mais sont très peu nombreux dans le domaine textile. En effet il est généralement utilisé dans le domaine de la biomécanique pour modéliser le comportement orthotrope des tissus biologiques. Ce modèle présente l'avantage d'être déjà implémenté sur Abaqus qui est un logiciel de calcul éléments finis et nécessite une identification des paramètres.

Sur la base de la littérature et également de l'expertise des industriels dans le domaine du textile et froid, présents dans ce projet de conception et fabrication d'un obturateur GNL à partir des matériaux souples, certains polymères sous forme de fibres synthétiques ont été sélectionnés puis caractérises aux températures cryogéniques ; des structures tissées ont également été étudiées. C'est l'objet des prochains chapitres.

III CARACTERISATION MECANIQUE DES FIBRES SYNTHETIQUES A TEMPERATURES CRYOGENIQUES.

Dans ce chapitre, une synthèse des essais de traction uniaxiale réalisée sur plusieurs types de fibres synthétiques issus de matériaux polymères est présentée. Ces fibres synthétiques sont fournies par les entreprises partenaire du projet. Après une présentation des différentes fibres caractérisées, nous présentons les résultats obtenus et dégageons quelques conclusions.
III.1 Description des spécimens et protocoles expérimentaux

III.1.1 Description des différents matériaux

III.1.1.1 Fibres Synthétiques.

Les matériaux textiles décrits ci-dessous sont des fils multifilament à haute performance obtenus à partir de matériaux polymères semi-cristallins par filage au moyen d'un procédé d'extrusion à l'état fondu qui oriente les chaines de molécules le long de l'axe de la fibre, aboutissant à une fibre à haute ténacité et/ou haut module.

Cependant, les fibres de polyéthylène fluorés ne sont pas obtenues par ce procédé, car le PTFE est un polymère thermoplastique non thermofusible. Dans ce cas particulier, les fibres sont obtenues à partir d'un film découpé en fines bandelettes et fibrillées en même temps. Par conséquent il en résulte une géométrie et des dimensions non reproductibles.

Le tableau ci-contre présente une description des différentes fibres synthétiques caractérisées en traction uniaxiale.

Matériaux	Structures chimiques	Description		
Fibre type LCP à HT		Fibre haute ténacité issue de cristaux polymères liquides. Elle comporte 600 filaments. La masse linéique de chaque filament est de 2.78dtex, le diamètre d'un filament est de 16 μ m, la fibre est tordue à 90t/mz. T_f = 330°C.		
Fibre Polyester diolen PET	$ \begin{array}{c} $	Fibre à haut module, légère, résistante aux chocs, et utilisée comme barrière aux gaz ; 630 filaments ; la masse linéique d'un filament est de 5.23dtex, le diamètre d'un filament est de 22µm, la fibre est tordue à 64t/mz. T_f = 250°C et T_g = -70°C.		
Fibre Aramide Twaron1012	$\begin{bmatrix} H & H \\ I & I \\ N & O & N & C & O \\ I & I & I \\ N & O & O \end{bmatrix}_{n}^{n}$	Fibre de couleur jaune à haut module d'élasticité issue d'un para-polyaramide, très légère, bonne ténacité à l'ambiante. Utilisée pour la fabrication des cordes, des câbles, des produits d'étanchéité et de friction, des vêtements de protection balistique et thermique. La fibre est tordue à 63t/mz. $T_g = 101^{\circ}$ C et $T_f = 550^{\circ}$ C.		

Fibre PBO HM	$\left[\begin{array}{c} N \\ 0 \end{array} \right]_{n}$	Fibre à haut module issue de cristaux polymères liquide, composée de chaines moléculaires rigides. Elle possède une résistance à la traction 10 fois supérieure à l'acier, une excellente absorption d'énergie de choc et une bonne stabilité thermique. Son module et sa résistance mécanique à température ambiante sont supérieures à ceux de toutes autres fibres synthétiques sur le marché et presque le double du Kevlar. Elle comporte 996 filaments et est obtenue avec une torsion de 60t/mz. $T_f = 650^{\circ}$ C.
Fibre polyéthylène à haut module : UHMPE	$ \begin{pmatrix} H & H \\ -C & -C \\ -C & -C \\ H & H \\ n \end{pmatrix} $	Fibre à haut module d'élasticité issue d'un polyéthylène haute densité (PEHD) : thermoplastique semi-cristallin. Ses chaines moléculaires sont très longues. Elle possède une forte tenue à l'abrasion. Elle est tordue à 95t/mz. $T_f = 135^{\circ}$ C et $T_g = -110^{\circ}$ C.
Fibre polyéthylène fluorée : PTFE (Téflon)	$\left(\begin{smallmatrix} F & F \\ C & -C \\ F & F \\ F & F \end{smallmatrix}\right)_{n}$	Fibre issue d'un polymère thermoplastique fluoré avec une structure semi-cristalline, facilement déformable et possède de grandes déformations à température ambiante presque comparable à celles des élastomères. Elle est tordue à 105t/mz. $T_f = 330^{\circ}$ C et $T_g = -120^{\circ}$ C.

Tableau III.1: Description des fibres synthétiques

Le tableau suivant présente les photographies de ces différentes fibres.



III



Tableau III.2 : Photographies des différentes fibres synthétiques.

III.1.1.2 Fils élastiques guipés

Comme le montre la figure III.1, les fils élastiques guipés sont des fils composés d'une « âme » autour de laquelle est enroulée hélicoïdalement une « couverture » (un revêtement) permettant ainsi d'obtenir une certaine déformabilité. Le ou les fils de couverture protègent le fil central pour des opérations de transformations ultérieures de tissage, tricotage ou tressage.

Très souvent l'âme est un fil élasthanne ou une gomme naturelle qui donne au fil guipé ses caractéristiques élastiques. Et les couvertures sont des fils naturels (coton, laine, etc..) ou synthétiques (polyamide, polyester, etc..) qui sont préalablement dévidés sur des roquets (bobines à joues) et viennent ensuite se poser sur des broches creuses à l'intérieur desquelles passe l'âme. On peut avoir un guipage simple avec une seule couverture ou un double guipage avec deux couvertures. (Cf Figure III.1)



Figure III.1 : Principe du guipage.

Dans notre cas c'est le guipage par air et double torsion, qui sera éventuellement utilisé en chaine lors du tissage. Le fil obtenu est plus résistant.

Les différents types de fils guipés qui sont caractérisés dans ce document sont les suivants :

- Elasthanne polyuréthanne PU guipée avec PA (Polyamide) à 1560dtex
- Gomme Naturelle guipée avec PA (Polyamide) à 1500dtex
- Fils Spandex bicomposant ayant une masse linéique de 1560dtex.

Les fils d'élasthanne et les fils Spandex bicomposants sont généralement réputés pour présenter une déformabilité importante (environ 600% d'allongement avant la rupture) et une recouvrance quasi complète après étirement. Elles sont utilisées dans l'industrie textile pour la confection de nombreux vêtements. (Cf. figure III.2)



Figure III.2 : Bobines de fils élastiques (a) élasthanne PU guipée Polyamide, (b) Gomme naturelle guipée Polyamide et (c) Spandex bicomposant pure.

III.1.2 Protocole expérimental

Pour réaliser cette étude, un dispositif expérimental d'essais mécaniques a été mis en place. Il s'agit d'une machine de traction électromécanique universelle INSTRON 5800R avec une cellule de charge de 10KN sur laquelle on adapte une enceinte cryogénique dont la gamme de température varie entre -180°C et 300°C. La mise en température est obtenue par injection thermo-contrôlée d'azote liquide à partir d'un réservoir de 230L prévu à cet effet. La figure III.3 présente schématiquement le dispositif. Une photographie de l'ensemble est également fournie sur cette figure.



Figure III.3 : Banc d'essai cryogénique et machine électromécanique disponible.

D'après la norme française **NF G07-003** en harmonie avec la **norme ISO 2062**, concernant les essais de traction sur fil textile, la longueur utile de l'éprouvette est 250mm \pm 1mm. Le prélèvement d'une longueur de 600 mm sur la bobine permet de faciliter la manipulation du fil ainsi que la conservation de la torsion sachant qu'une tension préalable de 0.5cN/Tex \pm 0.1cN est appliquée au fil afin d'éliminer une éventuelle frisure du fil tout en évitant de l'étirer. La vitesse de déplacement de la traverse mobile de la machine est de 125mm/min soit une vitesse de déformation moyenne de $8.33 \times 10^{-3} s^{-1}$ à 2% près.

Les échantillons de fils textiles à tester sont déroulés de la bobine puis découpés à l'aide d'un cutter de façon à conserver la torsion initiale des fils. Les fils sont enroulés délicatement sur des mors que nous avons conçu et réalisé pour cette étude. Le pilotage de la machine et l'acquisition des données en termes de forces-déplacements sont réalisés par l'intermédiaire d'un logiciel INSTRON appelé **Bluehill** permettant de bien identifier chaque essai réalisé (matériau, densité linéique, vitesse, dimensions, température).





Figure III.4: Enroulement des fils sur les mors dans l'enceinte : (a) T° ambiante et (b) T° cryogénique (-163°C)

Les essais ont été effectués à 4 températures différentes : à l'ambiante, à -20°C, à -80°C et à -160°C. La durée d'un essai est de 5 à 6 min environ selon la température de l'essai et selon la ténacité du fil testé.

Cependant la mise en température de l'enceinte cryogénique requiert un temps supplémentaire qui dépend bien sûr de la température de consigne. Il faut également une fois la température atteinte, un temps de maintien pour s'assurer que le fil est à la même température que l'enceinte.

Le tableau suivant présente une moyenne des temps requis pour un essai en fonction de la température de consigne. (Cf le tableau III.3).

Température	Temps pour mis	Temps pour	Temps de	Durée totale	
en (°C)	pour attendre la	stabiliser la	l'essai	d'un essai de	
	T° de consigne	Température		traction	
25	0 min	0 min	5 min	5 min	
-20	5 min	5 min	6 min	16 min	
-80	12 min	5 min	8 min	25 min	
-160	30 min	5 min	8 min	43 min	

Tableau III.3 : Estimation moyenne de la durée totale d'un essai de traction.

3 essais pour chaque matériau et pour chaque température sont réalisés afin de s'assurer de la reproductibilité des résultats en tenant compte du fait que nous avons des consommations importantes en azote liquide lorsqu'on descend à des températures de plus en plus basses. (Environ 230L d'azote liquide pour 5 ou 6 essais à -160°C).

Pour exprimer les résultats expérimentaux, nous avons tenu compte de la norme à savoir :

- La résistance moyenne à la rupture $F_{rup}(moyen) = \frac{1}{N_{\acute{e}ssais}} * \sum F_{rup}$ (N)
- La déformation moyenne à la rupture ε_{rup} (moyen) = $\frac{1}{N_{\acute{essais}}} * \Sigma \varepsilon_{rup}$ (%)
- La ténacité (contrainte spécifique) = $\frac{F_{rup}}{T_t}$ en (cN/dTex).
- La déformation à la rupture $\varepsilon_{rup} = \frac{\Delta L}{L_0} \times 100 ~(\%)$

 L_0 est la longueur utile du fil (mesurée entre les mors) et T_t le titrage du fil en décitex (dTtex).

Il faut noter que le « **décitex** » est la mesure utilisée pour déterminer la finesse d'un fil ; c'est le poids en grammes de 10000 mètres de fil.

Remarques:

- Pendant les essais de traction, on observe que la rupture des fils se fait de façon progressive, le taux de filaments rompues augmentent au fur et à mesure du processus de rupture. Ce phénomène dépend également de la température d'essai.
- La ténacité d'un fil dépend de sa ductilité caractérisée par la déformation à la rupture, la résistance à la rupture mais aussi de la limite élastique.

Dépendant de la nature des fils, des comportements en traction différents ont été observés.

III.2 Résultats des essais de caractérisation mécanique

III.2.1 Caractérisation des fibres : Traction Uniaxiale

Comme nous l'avons déjà souligné précédemment, une cellule de charge de 10KN permet de mesurer la force appliquée et son évolution au cours de l'essai.

Concernant les mesures de déformations, il n'était pas envisageable de mesurer les déformations locales (mesure des tâches mouchetis, corrélation d'image) à l'échelle des fils, du fait de la configuration du dispositif expérimental (buée sur la fenêtre de vision de l'enceinte cryogénique, difficultés de mise en œuvre de l'essai).

Seule la mesure du déplacement de la traverse est accessible. Les déformations globales sont donc calculées en fonction de la longueur utile du fil. Par ailleurs, sur les fils textiles, la notion de contrainte n'est pas utilisée.

III.2.1.1 Courbes Contraintes spécifiques - déformations.

Notons d'abord que les courbes contraintes spécifiques - déformations obtenues à partir des essais de traction présentent une faible dispersion. On utilisera la notion de contrainte spécifique $\frac{F}{T_t}$, la valeur à la rupture étant la ténacité.

Nous allons présenter des courbes Contraintes spécifiques - déformations pour chaque fibre textile et à chaque palier de température notamment à la température ambiante ; à -20°C ; à -80°C ; et à -160°C.

La figure III.5 présente un exemple de courbes reproductibles obtenues dans le cas des essais de traction réalisés sur la fibre de de type LCP. Les résultats obtenus sur les autres fibres synthétiques caractérisées sont présentés en Annexe. (**Cf Annexe A**). On peut noter une bonne reproductibilité globale des essais.





(b)



Figure III.5: Contraintes spécifiques - déformation de la fibre de type LCP HT (a) température ambiante, (b) $T = -20^{\circ}C$, (c) $T = -80^{\circ}C$, (d) $T = -160^{\circ}C$.

Les figures III.6, III.7 et III.8 suivantes montrent l'évolution des réponses mécaniques en traction uniaxiale des fibres synthétiques sélectionnées pour 3 températures (ambiante, -80°C et -160°C).

De manière générale, lorsque l'on réduit la température, la rigidité de fil augmente. Pour les propriétés ultimes, il n'y a pas de règle générale et les résultats dépendent de la nature de la fibre.

Comme le montre la figure III.6, les résultats obtenus sur la fibre de type LCP présentent un comportement linéaire et une augmentation de la ténacité en fonction de la Température mais aussi une déformation à la rupture quasiment constante entre la température ambiante et -160°C. Le module d'élasticité est également impacté car la rigidité de la fibre augmente lorsque la température diminue. A -160°C, la rupture progressives des filaments conduit à une courbe globale présentant des discontinuités.

Les fibres de PBO présentent un comportement analogue au LCP avec cependant des déformations à la rupture légèrement plus faibles (4% environ).



Figure III.6. Courbes d'évolution contraintes spécifiques - déformations en fonction des températures des fibres (a) LCP HT et (b) PBO HM.

Comme le montre la figure III.7 ci-dessous, les fibres d'aramide (para-aramide) quant à elles, présentent des déformations à la rupture qui diminuent lorsque la température diminue (de 5% à l'ambiante à environ 3% à -160°C). Leurs ténacités étant 2 fois plus faibles que les précédentes (environ 20 cN/dTex).

Pour les fibres de polyéthylène UHMPE, les déformations à la rupture sont de l'ordre de 5% environ quel que soit la température (par exemple à -160°C la variation est minime, moins d'1%) et la ténacité évolue également dans le même ordre que les fibres de type LCP et de type PBO (30 à 40 cN/dTex).



(a) Fibre d'aramide (Twaron 1012)

(b) Fibre de polyethylene UHMPE

Figure III.7. Courbes d'évolution contraintes spécifiques - déformations en fonction des températures des fibres (a) Aramide (Twaron 1012) et (b) Polyéthylène UHMPE.

Les fibres en PET montrent un comportement non-linéaire à température ambiante (20°) et à -80°C semblable à ce qui a déjà été observé dans la littérature sur le comportement en traction des fibres de PET et PEN (Van Den Heuvel and Klop, 2000). Cependant, à une température de -160°C, le comportement devient élastique linéaire et la déformation à la rupture diminue de façon drastique (de 17% à l'ambiant à 3% à -160°C). Les ténacités sont 4 fois plus faibles que celles des fibres de type LCP et du type PBO. La température de transition vitreuse T_g est de -70°C, ce qui explique donc le changement du comportement mécanique des fibres de PET à -160°C. En deçà de sa T_g le matériau se fragilise progressivement comme nous pouvons le constater à la figure III.8.

A Température ambiante, les fibres de PTFE présentent un comportement élastoplastique non-linéaire. Le module d'élasticité est d'environ 800Mpa et la ténacité est de 30Mpa. Mais en températures cryogéniques (-80°C et -160°C), le comportement devient élastique linéaire : ceci s'explique par le fait que ces températures sont proches de la T_g du matériau qui est de -120°C. Les fibres deviennent de plus en plus fragiles et se rompent très rapidement. La ténacité augmente (de 2 cN/dTex à l'ambiante jusqu' à 5 cN/dTex à -160°C) en fonction de la température mais tout comme pour les fibres de PET, elle reste également 4 fois plus faible que celle des fibres de LCP et PBO. La déformation à la rupture diminue considérablement (jusqu'à 5% à -160°).



Figure III.8. Courbes d'évolution contraintes spécifiques - déformations en fonction des températures des fibres (a) Polyester PET et (b) PTFE Lucent.

Dans la suite, nous présentons les résultats des essais effectués sur les fils élasthanne et les fils guipés

III.2.1.2 Caractérisation des fils guipés

Comme nous l'avons défini dans le paragraphe III.1.1.2§ précédent, le « **guipage** » est utilisé dans l'optique d'apporter plus de déformabilité au fil. Dans le cadre du projet, nous avons besoin d'un matériau ayant une bonne déformabilité à très basse température. Pour vérifier l'aptitude des fils guipés à se déformer, nous avons effectué des essais de traction à température ambiante, à -20°C, -80°C et enfin à -160°C sur les fils élastiques guipés suivants :

- Fil Spandex bicomposant non guipé
- Elasthanne PU (Polyuréthanne) guipé avec le PA (Polyamide)
- Gomme Naturelle guipée avec PA (Polyamide)

Afin de s'assurer de la reproductibilité des résultats, 3 séries d'essais ont été faites pour chacun de ces fils. Les résultats des essais sont présentés par les figures en **Annexe B**. La figure III.9 ci-dessous montre l'évolution des réponses mécaniques en fonction de la température pour le fil Spandex bicomposant pur et le fil élasthanne PU guipée PA. Ш

CARACTERISATION MECANIQUE DES FIBRES SYNTHETIQUES A TEMPERATURES CRYOGENIQUES.



Figure III.9 : Evolution des courbes contraintes spécifiques – déformations en fonction de température pour les fibres (a) Spandex bicomposant non guipé et (b) élasthanne PU guipée PA.

Une première observation sur cette gamme de fils est leur déformabilité. Cependant nous n'avons pas pu mesurer les déformations à la rupture car la course de la machine est limitée par les dimensions de l'enceinte cryogénique et les contraintes conceptuelles qui lui sont liées.

Pour chacun de ces fils guipés, nous avons atteint le maximum d'allongement possible (de l'ordre de 60%) sans rupture et ce quel que soit la température. Nous avons observé quantitativement une recouvrance importante de la déformation après déchargement. Concernant la ténacité, celle-ci augmente lorsque la température diminue. Les valeurs restent relativement faibles comparativement aux autres fibres telles que le LCP, PBO, UHMPE, Aramide, PET et PTFE.

On peut remarquer également que la contrainte spécifique du Spandex bicomposant non guipé augmente aussi mais pas dans les mêmes proportions que celle de l'élasthanne PU guipée avec PA.

En fonction des résultats obtenus précédemment et grâce aux bonnes propriétés de déformabilité à -160°C des fils élasthanne (PU et Spandex bicomposant), chacune de ces deux fibres a été guipée avec de la fibre de type LCP dans l'optique d'obtenir des performances intéressantes en termes de ténacité et de déformabilité aux basses températures. Il s''agit de :

- Fil Spandex bicomposant guipé avec la fibre de type LCP
- Fil Elasthanne PU (Polyuréthanne) guipé avec la fibre de type LCP

La figure III.10 présente l'évolution des réponses mécaniques en fonction de la température pour ces fils guipés.



Figure III.10 : Evolution des courbes Forces – déformations en fonction de température pour les fils (a) Elasthanne PU guipé avec LCP HT et (b) Spandex bicomposant pur guipé LCP HT.

Les réponses mécaniques présentées sur la figure III.10, montrent :

- Une augmentation progressive de la ténacité en fonction de la température pour chacun des fils guipés caractérisés.
- A la température de -160°C, aucune déformation à la rupture n'a été atteinte pour chaque fil guipé car la course de la machine est limitée par les dimensions de l'enceinte cryogénique.
- Pour le fil élasthanne PU guipé LCP, on observe un comportement plutôt élastoplastique entre la température ambiante (20°C) et -80°C ; puis un comportement linéaire élastique à -160°C : ce changement de comportement mécanique peut s'expliquer par le fait que la température vitreuse T_g du fil guipé de base polyuréthanne caractérisé est comprise dans l'intervalle [-80°C, -160°C] a été atteinte. A cette température, le fil devient fragile. Les déformations à la rupture de ce fil sont de 6% environ à -160°C.
- Concernant le fil Spandex bicomposant guipé LCP HT; On observe un comportement pseudohyperélastique pour des températures variantes entre l'ambiante et -80°C; puis un comportement pseudo- élastoplastique à -160°C.

III.2.1.3 Courbes d'évolution des propriétés mécaniques en fonction de la température

Afin d'avoir une vision globale de l'évolution des propriétés mécaniques en traction notamment la ténacité et l'allongement à la rupture des différentes fibres synthétiques, nous avons reporté ces résultats sur des diagrammes en barres. (Figure III.11 et Figure III.12).



Figure III.11 : Evolution de la ténacité moyenne aux températures suivantes : ambiante, -80°C, -

160°C.



Figure III.12 : Evolution de l'allongement moyen à la rupture aux températures suivantes : ambiante, -80°C et -160°C.

Les graphes suivants montrent l'évolution de la ténacité moyenne et de la déformation moyenne à la rupture des différentes fibres testées en traction uniaxiale à différents paliers de températures.



Figure III.13 : Evolution de la Ténacité moyenne en fonction de la température



Figure III.14 : Evolution de la déformation moyenne à la rupture en fonction de la température

Pour chaque fil, on note que de manière générale, la ténacité augmente lorsque la température diminue. Alors la déformation à la rupture est soit constante, soit elle diminue lorsque la température décroit.

III.2.2 Synthèse des résultats.

À la vue des essais de traction effectués sur les fibres synthétiques, nous avons regroupé les résultats dans le tableau III.4.

En général la rupture des fils se fait de façon échelonnée, le taux de filaments rompues augmentent au fur et à mesure de l'essai, ce phénomène étant plus prononcé lorsque la température diminue. Sachant qu'un fil est constitué de plusieurs filaments, la rupture des fils est donc due à la rupture des filaments et au glissement des filaments entre eux.

Certains facteurs peuvent influencer les propriétés mécaniques en traction des fils testés. Sans être exhaustif, on peut citer :

l'historique du matériau : le fait que la fibre ait déjà été sollicitée ou non pendant le filage à l'usine, il s'agit des pré-tensions.

- les conditions réelles d'essai pendant la mise en Température dans l'enceinte cryogénique et le taux d'humidité relative dans le fil par rapport à l'ambiant a pu avoir un impact ;

les éléments qui composent les fils tels que le nombre de filaments en section, leur torsion, la cohésion inter-filaments liée par la longueur, la forme de la surface des filaments comme le PTFE par exemple, ...

- les défauts de fabrication (rupture préalable des filaments).

Fibras	Titre (dTay)	Torsion Des fils	Familles	Ténacité moyenne à laFamillesrupture (cN/dTex)		Déformation moyenne à la rupture (%)			
FIDIES	(urex)	(t/mZ)		25°C	-80°C	-160°C	25°C	-80°C	-160°C
LCP HT	1670	90	Cristaux liquides	25.35	33.8	40	5.2	6.04	5.25
PBO HM	1640	60	Aramide	29.5	35.4	38	3.8	3.9	3.7
Twaron 1012	3360	63	Aramide	19.5	19.6	19	5.2	4.8	3.7
UHMPE	1500	95	Polyéthylène	31	38.7	39.6	5.4	5.3	5.1
PTFE Fg12	1200	105	Dolyáthylóna	1.8	5.5	7.3	7.7	3.5	2.9
PTFE Lucent	1500	105	Fluoré	2.3	4.4	5.07	29.3	6.08	5.01
PET	3300	64	Polyester	7.1	10.1	10.7	16.8	14.6	13.1

Tableau III.4. Caractéristiques mécaniques en traction uniaxiale des fibres synthétiques auxtempératures cryogéniques.

III.3 Bilan de la caractérisation

Sur la base de la littérature mais également de l'expertise de certains des partenaires du projet, Nous avons présélectionné puis caractérisé en traction plusieurs fibres synthétiques à haute performance.

Les résultats obtenus au cours de cette caractérisation tels que présentés dans les paragraphes précédents montrent que les fibres de type LCP, de UHMPE et de PBO de haute ténacité et de haut module ont plutôt de bonnes propriétés mécaniques en termes de ténacité ou résistance mécanique à la traction en température cryogénique comparées aux autres fibres. En revanche, il faut noter que la fibre de PBO coute extrêmement cher sur le marché du textile comparé à la fibre de LCP et à la fibre UHMPE, car cette fibre possède à 95% les mêmes performances physiques et mécaniques que la fibre de Kevlar généralement utilisée pour la fabrication des gilets pare-balles, dans l'aéronautique et l'industrie militaire...

La figure III.15 regroupe les résultats en termes de ténacités et de déformations à la rupture des fibres synthétiques caractérisées aux températures -80°C et -160°C. Elles sont classées en 4 grands groupes :

- Groupe 1 : les fibres de type LCP, PBO et UHMPE
- Groupe 2 : la fibre Aramide (Twaron 1012)
- Groupe 3 : la fibre polyester PET
- Groupe 4 : la fibre polyéthylène fluorée (PTFE)
- Groupe 5 : propriétés à atteindre.



Figure III.15: Groupement des fibres en termes de ténacités et de déformations à la rupture caractérisées aux températures cryogéniques (-80°C et -160°C).

Pour répondre au cahier des charges, l'idéal serait de disposer des fibres synthétiques qui se retrouvent dans le groupe 5 ; c'est-à-dire ayant une bonne ténacité et pouvant subir des déformations importantes à -160°C.

Les fils élastiques caractérisés précédemment ont une forte déformabilité mais cependant ont une résistance mécanique faible aux températures cryogéniques. D'où l'idée de guiper ces fils avec des fibres ayant une bonne résistance mécanique à température cryogénique (-160°C) afin de pouvoir bénéficier de leur déformabilité.

Les résultats obtenus pour les essais sur les fils guipés indiquent que le mélange de fibre LCP/Spandex bicomposant semble répondre aux attentes du cahier des charges du ballon d'obturation en termes de

déformabilité et de résistance mécanique à -160°C. Il convient de préciser que le Spandex bicomposant utilisé par Imattec (partenaire du Projet) pour le guipage est un Spandex bicomposant Pur (c'est-à-dire naturel) comparé à l'élasthanne polyuréthane PU.

Après analyse des différents résultats obtenus dans notre base de données sur le comportement mécanique en traction des matériaux textiles à températures cryogéniques, le consortium a sélectionné la fibre de type LCP HT 1670dtex, le filament Spandex bicomposant pur 1560dtex, le polyester PET 3300dtex et le PTFE Lucent 1500dtex. Ces fils seront tissés par la société « Delannoy-Frères » ; qui seront ensuite utilisés pour confectionner les différentes couches telles que la nappe tramée, la gaine armée et la gaine de contention, qui composent le ballon d'obturateur.

Ces différentes structures tissées ainsi que d'autres tissus ou toiles seront caractérisés à très basse température (-160°C) dans le but de vérifier leur conformité par rapport au cahier des charges en termes de propriétés mécaniques.

Ce chapitre aborde la campagne d'essais effectués sur les structures tissées. Ces structures sont imprégnées d'une matrice polymère.

L'objectif est de rechercher les composites qui puissent respecter les conditions imposées par le cahier des charges de l'obturateur : conserver une certaine déformabilité à -163°C tout en présentant une résistance mécanique optimale.

Du point de vue industriel, les composants de base des structures tissées sont les fils ; c'est dans cette optique qu'ils ont été caractérisés en amont dans le chapitre précédent, puis les résultats obtenus ont été analysés et comparés. Cela a permis de sélectionner les fibres les plus performantes pour réaliser les tissus composites.

Dans ce chapitre, nous présentons la caractérisation mécanique à la fois des structures tissées et de certains enduits élastomères. Des essais de traction sont réalisés sur différents tissus et à différentes températures. Ces matériaux n'étant pas forcement isotropes, certains essais sont effectués dans deux directions orthogonales (transversale et longitudinale). Les tissus sont fournis par les partenaires du projet.

IV.1 Description des échantillons et protocoles expérimentaux

Le consortium s'est prononcé pour une conception de l'obturateur sur la base d'un composite multicouches dont la description est donnée ci-dessous.

IV.1.1 Description des différentes structures tissées

L'obturateur est formé de deux parois textiles : l'enveloppe intérieure (la vessie) et l'enveloppe externe. Nous décrivons succinctement les différentes structures textiles et matériaux composites caractérisés dans ce chapitre et candidats pour la réalisation de l'obturateur.

IV.1.1.1 Enveloppe intérieure de l'obturateur : « la Vessie »

La paroi interne est réalisée à partir d'un tissu enduit qui devra être imperméable au GNL et résister thermiquement et mécaniquement à des températures de l'ordre de -163°C. (cf. Figure IV.1).



Figure IV.1: Paroi interne de l'obturateur GNL en forme biconique : « Vessie »

Dans un premier temps, nous présentons les tissus pressentis pour faire office de « vessie » (couche interne de l'obturateur).

Structures tissées enduites et/ou	Descriptions			
contrecollées.				
Tissu toile PA HT+ film PU contrecollé sur chacune des faces	 * Fibres 100% polyamide 6.6 haute ténacité, Densité linéique des fibres : Chaine 470/72 dtex c'est-à-dire 16fils/cm Trame 235/36 dtex c'est-à-dire 32 fils/cm *Film PU contrecollé sur chacune des faces du tissu par un traitement spécial appelé « lave thermofixe », *Composite résiste aux UV, étanche à l'hélium avec une épaisseur de 380µm. 			
Tissu toile PES HT+ film PU contrecollé sur chacune des faces	 * Fibres 100% Polyester : Polyéthylène sulfone haute ténacité, * Densité linéique des fibres est de 140dtex c'est-à-dire 28fils/cm dans chaque sens (chaine et trame) * Film PU résistant aux UV est contrecollé sur les deux faces du tissu à l'aide d'un traitement spécial, * Complexe final obtenu résiste aux UV, étanche à l'Hélium et à une épaisseur de 190µm. 			
Tissu toile PES HT+ film PU contrecollé sur une face + film PE/evoh/PE contrecollé sur l'autre face	 * Fibres 100% Polyester : Polyéthylène sulfone haute ténacité. * Densité linéique des fibres est de 280dtex c'est-à-dire 18fils/cm dans chaque sens (chaine et trame), * Film PU translucide résistant aux UV contrecollé sur une des faces du tissu et sur l'autre face est appliqué un contre film PE/EVOH/PE imperméable au gaz ; * Complexe final obtenu résiste aux UV, étanche à l'Hélium avec une épaisseur de 263µm et adapté à la soudure haute fréquence (HF) et à la soudure thermique (à air chaud). 			
Tissu Ripstop PES HT+ film PU contrecollé sur une face + film PE/evoh/PE contrecollé sur l'autre face	 * Fibres 100% Polyester : Polyéthylène sulfone haute ténacité ; * Densité linéique des fibres est de 76dtex c'est-à-dire 39fils/cm dans chaque sens (chaine et trame), * Film PU (polyuréthanne) translucide résistant aux UV contrecollé sur une des faces du tissu et sur l'autre face est 			

	appliqué un contre film PE/EVOH/PE résistant au gaz à l'aide
	d'un traitement spécial.
	* Complexe final obtenu résiste aux UV, étanche à l'Hélium
	avec une épaisseur de 180µm et adapté à la soudure thermique
	(à air chaud).
	* Fibres 100% Polyéthylène haute densité tissée en chaine et en
	trame,
Tissu toile PEHD + film PEBD enduit	* Enduction du tissu par une fine couche de polyéthylène basse
sur chacune des faces	densité sur chaque côté du tissu.
	* Epaisseur du composite final de 1mm.
	* Fibres 100% Polyester : Polyéthylène Téréphtalate ;
Tissu polyester PET enduit PE	* Enduction de matrice polyéthylène PE sur les deux faces de la
	structure tissée.
	* Fibres 100% Polyamide 6,6 ;
Tissu polyamide PA enduit PE	* Enduction de matrice polyéthylène PE sur les deux faces de la
	structure tissée.

Tableau IV.1 : Descriptifs des structures tissées pressenties pour la « vessie ».

Les tissus toiles présentés sont appelés tissus toile parachute car ils sont généralement utilisés pour la fabrication des parachutes dans le domaine de l'aéronautique ; par conséquent ils sont résistants aux UV et étanches à l'hélium.

Cependant, il faut noter que le film PE/EVOH/PE est un multicouches constitué d'un copolymère alcool d'Ethylène-Vinylique (EVOH) pris en sandwich entre deux couches de polyéthylène PE. Ce multicouches est imperméable aux gaz (azote, oxygène).

IV.1.1.2 Enveloppe extérieure de l'obturateur

La paroi externe de forme biconique, est réalisée à partir d'un assemblage de plusieurs couches de tissées (un stratifié UD) conservant leurs bonnes propriétés mécaniques à la température de -163°C (GNL).



Figure IV.2: Structure de la paroi externe de l'obturateur GNL de forme biconique

Les différentes couches de tissus qui composent la paroi externe de façon à former une structure de type « sandwich » sont :

- La nappe tramée + la gaine armée

La nappe tramée est une nappe tissée à plat en chaine avec un fil ayant plutôt une bonne résistance mécanique et ténacité à -163°C et orientée le long de l'axe du tube. La gaine armée, quant-à-elle, est tissée dans le sens trame en tubulaire avec un fil élasthanne. Celle-ci pourra ainsi assurer le recouvrement de la forme originale de la nappe tramée donc déformer facilement la nappe tramée de façon à retenir les fils en chaine.

- La gaine de contention

C'est la dernière couche externe de l'obturateur, qui est contact direct avec le GNL. C'est la couche la plus sollicitée thermiquement. Elle est tissée en tubulaire à partir des fils élasthanne guipés ayant de meilleures propriétés mécaniques à -163°C. Le fil utilisé en trame est un fil élasthanne guipé et celui utilisé en chaine est un fil de maintien.

Les choix sur la composition de ces structures composites sont la conséquence de la synthèse effective à partir des résultats obtenus dans le chapitre précédent.

Les structures tissées que nous avons caractérisées pour l'enveloppe externe sont donc :

a. Gaine de contention

Tissu tissé en tubulaire : le fil de Trame est un fil élasthanne spandex bicomposant guipé LCP HT et le fil de chaine est un fil polyester PET standard. (Cf figure IV.3). La structure tissée est réalisée par la société « Delannoy-Frères ».





Figure IV.3: Tissu Gaine de contention tissé en tubulaire

b. Nappe tramée + gaine armée

Sur cette couche, la nappe tramée est tissée en utilisant des fils du type LCP HT en chaine, la gaine armée est tissée en tubulaire avec des fils d'élasthanne spandex bicomposant pur. (Cf figure IV.4)



Figure IV.4: Tissu Nappe tramée + gaine armée tissée en tubulaire

<u>Remarque</u> : sur la figure IV.4, le fil jaune correspond au LCP HT en trame et le fil blanc correspond au fil spandex bicomposant pur en chaine.

IV.1.2 Protocole expérimental

La même machine électromécanique utilisée pour caractériser les fibres synthétiques ainsi que la même enceinte cryogénique ont été utilisées pour réaliser des essais de traction sur les structures tissées présentées dans les paragraphes précédents.

Nous avons également réalisé des essais de traction sur des échantillons de polymères purs.



Figure IV.5: Dispositif expérimental de traction

Les échantillons sont découpés sous forme d'éprouvettes haltère à l'aide d'une presse mécanique et d'un emporte-pièce selon les dimensions suivantes : Longueur utile 25mm ; Largeur 4mm et Épaisseur 1mm pour les élastomères, varie pour les tissus toiles entrecollés en fonction des informations sur les fiches techniques).

Pour les essais effectués sur les tissus utilisés pour la fabrication de l'enveloppe externe, les spécimens sont découpés en bandelettes selon les dimensions suivantes : L = 55mm, l=15mm et w=25mm.

En effet, pour ce type de matériaux le découpage en haltère n'est pas possible du fait de la structure qui a tendance à se « détricoter ».



Figure IV.6: Géométrie des éprouvettes pour (a) tissus enduits et membranes pures de polymère ; (b) tissu gaine de contention et gaine armée+ nappe tramée.

Les essais sont effectués sous chargement statique, à une vitesse de déplacement de la traverse mobile V=10mm/min correspondant à une vitesse moyenne de déformation de l'ordre $\dot{\epsilon} = 6 \times 10^{-3} s^{-1}$. Les essais sont également effectués à différentes températures de l'ambiante à -160°C.

Pour chaque tissu, les essais sont réalisés dans le sens chaine et dans le sens trame du tissu étant donné les comportements différents attendus.

IV.2 Résultats des essais expérimentaux de caractérisation mécanique

Dans cette partie, nous présentons les résultats des essais effectués sur les structures tissées, ainsi que sur des films polymères et sur des élastomères à différentes températures. Les résultats obtenus sont ensuite analysés, puis comparés afin de permettre un choix optimal des structures à retenir pour la conception de l'obturateur.

IV.2.1 Caractérisation en traction des structures tissées pour enveloppe interne (vessie).

Dans un premier temps, nous avons caractérisé en traction et à différentes températures, les structures tissées et tissus enduits sélectionnés par les partenaires du projet tels et présentés dans les paragraphes précédents (Cf paragraphe IV.1.1.1). Pour chaque tissu et à chaque température, nous avons mesuré les réponses mécaniques. (Un essai réalisé dans chaque sens pour chaque tissu).

Par ailleurs, des essais de pelage ont également été réalisés pour mesurer l'adhérisation d'un enduit (colle) sur le tissu ou la structure tissée choisie.

Par la suite, nous allons considérer les abréviations suivantes :

- **Toile PA/PU** = Tissu Toile PA HT + film PU contrecollé sur les 2 faces
- **Toile PES/PU** = Tissu Toile PES HT + film PU contrecollé sur les 2 faces
- **Toile PES/PU/PE/evoh/PE** = Tissu Toile PES HT + PES HT+ film PU+ film PE/evoh/PE contrecollé.
- Ripstop PES/PU/PE/evoh/PE = Tissu Ripstop PES HT + PES HT + film PU+ film PE/evoh/PE contrecollé.

IV.2.1.1 Courbes contraintes-déformations

a. Tissu Toile PA HT + film PU contrecollé sur les 2 faces

Pour ce tissu toile, dans le sens chaine et trame des fibres de renforts PA, on observe une légère diminution de la déformation à la rupture. Le processus de rupture diffère également. A basse température, on assiste à un une rupture progressive des fils, ce qui se traduit par une courbe présentant des discontinuités. (Figure IV.7 (b) et (c)).



Figure IV.7 : Contraintes-déformations pour le tissu « Toile PA HT + film PU contrecollé sur les 2 faces » aux températures (a) ambiante ; (b) -80°C et (c) -160°C

Nous constatons également une légère augmentation de la contrainte à la rupture à -160° C par rapport à la température ambiante (augmentation d'environ 20Mpa). Les fibres de polyamide PA donne une certaine rigidité au composite final (module d'élasticité E= 60Mpa).

Ce tissu toile passe d'un comportement hyperélastique à l'ambiant à un comportement élastoplastique à -160°C. Ce changement de comportement est observé aussi bien en sans chaine qu'en sens trame.

La figure IV.8 montre l'évolution de la déformation et la contrainte à la rupture en fonction de la température pour ce tissu dans les sens chaine et trame.



Figure IV.8: Evolution de la contrainte et de la déformation à la rupture en fonction de la température du tissu « Toile PA HT + film PU contrecollé sur les 2 faces » (a) sens chaine et (b) sens trame.

Précisons également que dans le sens trame, le processus de rupture est moins échelonné que dans le sens chaine à -80°C et à -160°C. Enfin les réponses mécaniques obtenues dans les deux sens sont différentes, ce qui indique une légère orthotropie du composite.

b. Tissu Toile PES HT+ film PU contrecollé sur les 2 faces

Pour ce tissu toile, dans le sens chaine des fibres de renforts polyester PES, on observe une diminution de la déformation à rupture (55% à l'ambiante jusqu'à 35% à -160°C). La figure IV.9 présente les réponses mécaniques obtenues en fonction de la température.

Tout comme dans le cas tissu « *Toile PA/PU* », on observe un changement de comportement en fonction de la température. Nous passons d'un comportement hyperélastique à l'ambiant à un comportement élastoplastique à -160° C dans les sens chaine et trame.



Figure IV.9 : Contraintes-déformations pour le tissu « toile PES HT+ film PU contrecollé sur les 2 faces » aux températures (a) ambiante ; (b) -80°C et (c) -160°C.

On note une légère augmentation de la contrainte à la rupture et une diminution de la déformation à la rupture lorsque la température passe de 20°C à -160°C. Mais les contraintes et déformations à la rupture obtenues dans le cas du tissu *« toile PES/PU »* sont approximativement deux fois plus faibles que celles du tissu *« toile PA/PU »*.

La figure IV.10 montre l'évolution de la déformation et la contrainte à la rupture en fonction de la température pour ce tissu dans le sens chaine et trame.



Figure IV.10: Evolution de la contrainte et de la déformation à la rupture en fonction de la température du tissu « Toile PES HT + film PU contrecollé sur les 2 faces » (a) sens chaine et (b) sens trame.

Le revêtement polyuréthanne PU contrecollé sur les 2 faces du tissu polyester augmente la déformabilité du composite. Mais à -160°C, ce revêtement devient fragile et se rompt avant la structure tissée d'où le changement de pente observé. Les fibres de polyester donnent une certaine rigidité au composite final. Une légère orthotropie est également observée.

c. Tissu Toile PES HT+ film PU+ film PE/evoh/PE contrecollé

Ce composite présente un comportement mécanique similaire à ceux testés précédemment. En ce qui concerne les propriétés mécaniques ultimes, on observe une très légère diminution des déformations à la rupture (de 50% à l'ambiante à 42% à -160°C) qui est due probablement à l'effet des contrecollages de film PU sur une face et film PE/evoh/PE sur l'autre face. La figure IV.11 présente les réponses mécaniques obtenues en fonction de la température.



Figure IV.11 : Contraintes-déformations pour le tissu « Toile PES HT+ film PU+ film PE/evoh/PE contrecollé » aux températures (a) ambiante ; (b) -80°C et (c) -160°C.

Dans ce cas, on observe plutôt un comportement mécanique élastoplastique à l'ambiant, -80°C et -160°C, sans doute lié au comportement mécanique du polyéthylène PE. La rupture des fibres de la toile se fait de façon échelonnée à -80°C et à -160°C.

De même que dans le cas des tissus précédents, on relève aussi une certaine anisotropie du comportement mécanique. On note une augmentation de la limite élastique du composite et également des contraintes à la rupture en fonction de la température.



Figure IV.12: Evolution de la contrainte et de la déformation à la rupture en fonction de la température du tissu « Toile PES HT + film PU+ film PE/evoh/PE contrecollé » (a) sens chaine et (b) sens trame.

La figure IV.12 précédente montre l'évolution de la déformation et de la contrainte à la rupture en fonction de la température pour ce tissu dans le sens chaine et trame.

d. Tissu Ripstop PES HT+ film PU + film PE/evoh/PE contrecollé

Pour le tissu Ripstop, que ce soit dans le sens trame ou dans le sens chaine des fibres de renforts polyester PES, on observe une forte diminution de la déformation à rupture. La figure IV.13 montre les réponses mécaniques obtenues en fonction de la température pour ce tissu.

Les déformations à la rupture diminuent de façon drastique (de 70% à l'ambiante à 9% à -160°C). On obtient ainsi un composite complétement fragile à -160°C. La figure IV.14 présente l'évolution de la contrainte et déformation à la rupture en fonction de la température.

Ce tissu présente un comportement élastoplastique en chaine et trame quel que soit la température.

La limite élastique σ_y augmente légèrement entre l'ambiante et -160°C. La figure IV.15 montre cette évolution.



Figure IV.13 : Contraintes-déformations pour le tissu « Ripstop PES HT+ film PU + film PE/evoh/PE contrecollé » aux températures (a) ambiante ; (b) -80°C et (c) -160°C

Comme nous l'avons souligné, un seul essai a été fait dans chaque sens et à chaque température ; ceci peut expliquer la distorsion de la réponse mécanique entre le sens chaine et trame observée sur la figure IV.13(b).



Figure IV.14: Evolution de la contrainte et de la déformation à la rupture en fonction de la température du tissu « Ripstop PES HT + film PU+ film PE/evoh/PE contrecollé » (a) sens chaine et (b) sens trame.



Figure IV.15: Evolution de la limite élastique σ_y en fonction de la température du tissu « Ripstop PES HT + film PU+ film PE/evoh/PE contrecollé »

En comparaison aux tissus caractérisés précédemment, les déformations à la rupture de ce tissu « *Ripstop PES /PU / PE/evoh/PE* » sont 4 fois plus petites à -160°C que celles obtenues dans le cas des tissus « *Toile PA/PU* » et « *Toile PES / PU/ PE/evoh/PE* ». Les contraintes à la rupture sont également très faibles.

e. Tissu PEHD + film PEBD enduit sur les 2 faces

On observe une fragilisation et une rupture échelonnée des fibres de PEHD. La figure IV.16 présente les réponses mécaniques en fonction de la température.


Figure IV.16 : Contraintes-déformations pour le tissu « PEHD + film PEBD enduit sur les 2 faces » aux températures (a) ambiante ; (b) -80°C et (c) -160°C

Les résultats obtenus sur le tissu PEHD enduit PEBD, montrent une diminution de la contrainte à la rupture (de 25 Mpa à l'ambiante jusque 15 Mpa à -160°C) et également une diminution de déformation à la rupture (de 50% à l'ambiante jusque 8% à -160°C) en chaine et en trame.

En comparaison aux tissus caractérisés précédemment, celui-ci est moins résistant ; ses propriétés mécaniques à la rupture à -160°C sont beaucoup plus faibles, que ce soit en déformation ou en contrainte.

f. Tissu PA enduit PE sur les deux faces.

Les réponses mécaniques obtenues à l'ambiante et à -160°C sont présentées sur la figure IV.17.



Figure IV.17 : Forces-déformations pour le « tissu PA enduit PE sur les 2 faces » aux températures : (a) ambiante ; (b) -160°C.

Les fibres d'aramide PA, confère au « *tissu PA enduit PE* » une bonne résistance mécanique et l'enduit polyéthylène PE qui joue le rôle de matrice lui donne également une bonne déformabilité.

La déformation à la rupture diminue de moitié en chaine et en trame à -160°C par rapport à l'ambiante ; la résistance mécanique à la rupture augmente légèrement quant à elle.

g. Tissu PET enduit PE sur les 2 faces.

Les réponses mécaniques obtenues à l'ambiant et à -160°C sont présentées sur la figure IV.18.



Figure IV.18 : Forces-déformations pour le « tissu PET enduit PE sur les 2 faces » aux températures : (a) ambiante ; (b) -160°C.

Le « *tissu PET enduit PE* » présente un comportement mécanique élastoplastique en température ambiante et à -160°C sans doute lié au comportement de l'enduit PE d'une part et au comportement mécanique des fibres PET d'autre part (Cf chapitre III) ; On relève également une certaine anisotropie du comportement mécanique pour ce tissu composite.

La déformation à la rupture diminue de façon drastique en chaine (de 150% à l'ambiant à 40% à -160°C) et en trame (de 50% à l'ambiant à 15% à -160°C). La résistance à la rupture augmente à -160°C dans les deux sens.

L'évolution de la densité d'énergie de déformation à la rupture en fonction de la température pour chaque tissu caractérisé en traction uniaxiale ci-dessus, a été étudiée et présentée dans le paragraphe suivant.

IV.2.1.2 Energies de deformation

L'énergie stockée dans un corps en raison de la déformation est appelée : énergie interne de déformation. L'énergie de déformation par unité de volume est appelée la densité d'énergie de déformation. Ici, on ne considère que l'énergie élastique stockée dans une structure tissée orthotrope : il s'agit de l'aire sous la courbe contrainte-déformation vraie donnée par $W = \int \sigma_{ij} d\varepsilon_{ij}$.

Le tableau IV.2 ci-dessous présente les densités d'énergie de déformation à la rupture calculées pour les structures tissées contrecollées ou enduites caractérisées en amont en température ambiante, à -80°C et à -160°C.

Structures textiles	Température	Densité d'énergie de déformation critique W_c (en Mpa)	
enduites ou	*	Chaine (Sens	Trame (Sens
contrecollées		longitudinal)	transverse)
Tissu toile PA + film PU contrecollé sur les 2 faces	Ambiante (20°C)	17,660	13,736
	-80°C	19,912	17,178
	-160°C	22,224	20,230
Tissu toile PES + film PU contrecollé sur les 2 faces	Ambiante (20°C)	5,465	4,726
	-80°C	6,529	6,682
	-160°C	8,199	7,435
Tissu toile PES+ film PU+ film PE/evoh/PE contrecollé	Ambiante (20°C)	8,828	6,918
	-80°C	12,692	10,649
	-160°C	17,916	16,897
Tissu Ripstop PES+ film PU+ film PE/evoh/PE contrecollé.	Ambiante (20°C)	5,444	4,442
	-80°C	4,352	2,676
	-160°C	0,764	0,656

The DELID & Class	Ambiante (20°C)	6,064	6,664
11ssu PEHD + 111m PEBD enduit sur	80°C	1 862	2 216
les 2 faces	-00 C	1,002	2,210
	-160°C	0,976	1,794
	Ambiante (20°C)	13,770	11,168
Tissue PA enduit			
PE	-160°C	7,605	7,001
	Ambiante (20°C)	32,259	17,785
Tissu PET enduit			
PE	-160°C	12,445	9,618

Tableau IV.2 : Densité d'énergie de déformation critique calculées pour les structures textiles enduites ou contrecollées aux différentes températures dans le sens transversal et longitudinal.

Au regard des résultats obtenus dans le tableau IV.2 précédent, on constate que la densité d'énergie de déformation à la rupture stockée dans la structure tissée « *toile PA / PU* » augmente à -160°C par rapport à l'ambiant, dans les deux sens (chaine et trame).

La densité d'énergie de déformation à la rupture pour le tissu « toile PA /PU » est supérieure à celle des autres structures tissées enduites ou contrecollées en sens longitudinal et en sens transverse.

Un digramme montrant l'évolution des densités d'énergie de déformation à la rupture en fonction de la température est présenté à la figure IV.19.



Figure IV.19 : Evolution de la densité d'énergie de déformation à la rupture en fonction de la température pour chacune des structures tissées : (a) sens chaine et (b) sens trame.

Légende :

En abscisse, nous avons les tissus représentés par :

- 1 = Toile PA HT + film PU contrecollé sur les 2 faces,
- 2 = Toile PES HT + film PU contrecollé sur les 2 faces
- 3 = Toile PES+ film PU+ film PE/evoh/PE contrecollé
- 4 = Ripstop PES+ film PU+ film PE/evoh/PE contrecollé
- 5 = Tissu PEHD + film PEBD enduit sur les 2 faces
- 6 = Tissu PA enduit PE

7 = Tissu PET enduit PE

IV.2.1.3 Discussions sur les propriétés mécaniques

Au vu des résultats d'essais de caractérisation effectués sur les différents tissus composites précédents et des différentes comparaisons, il est clair que le tissu « *toile PA PU* » a de meilleures propriétés mécaniques par rapport aux autres tissus en termes de contraintes et déformations à la rupture à -160° C.

Le consortium a donc sélectionné ce tissu pour concevoir la « vessie » (couche interne de l'obturateur GNL ; Cf figure IV.1).

Lors de l'exposition d'une structure tissée dans un environnement cryogénique, la matrice polymère (le revêtement) du composite a tendance à se fragiliser davantage lors de la sollicitation en traction. Ce sont donc les renforts fibreux de la structure textile qui contrôlent la contrainte à la rupture au fur et à mesure que la température passe de l'ambiante à -160°C. Des contraintes résiduelles à l'interface fibre /matrice, entrainent ainsi des craquelures du revêtement et des fissures transversales jusqu'à la rupture complète du tissu composite.

Dans le but de déterminer la tenue mécanique à -160° C du revêtement polyuréthanne PU qui est contrecollé sur le tissu sélectionné « *toile PA /PU* », des essais de pelage ont été réalisés. Pour ce faire, la société « PRONAL » a ainsi réalisé des éprouvettes de type « pantalon » à partir d'une soudure haute

fréquence entre deux bandelettes de ce même tissu revêtu de la matrice PU. La soudure a été faite sur 50 mm de longueur de tissu. La largeur des bandes soudée est de 25 mm.

Des essais de pelage ont donc été effectués sur ces éprouvettes à température ambiante et à -160°C.

IV.2.1.4 Essais de Pelage

Le test de pelage est largement utilisé dans le domaine industriel. Il permet de mesurer l'efficacité d'un adhésif en déterminant ainsi la force de pelage « \mathbf{F} » à partir de la force moyenne « \mathbf{P} » nécessaire à la décohésion

La force de pelage **F** est une force linéique définie par la relation : $F = \frac{P}{h}$;

Où « **b** » est la largeur de la bande d'adhésif. (Cf. figure IV.20).



Figure IV.20 : Eprouvette pour test de pelage.

L'énergie d'adhésion « \mathbf{E} » (énergie totale dissipée) en fonction de l'angle de pelage $\boldsymbol{\theta}$ et de la force de pelage \mathbf{F} est donnée par l'expression :

$$\boldsymbol{E} = -\frac{\boldsymbol{P}}{\boldsymbol{b}} * \left(\mathbf{1} - \boldsymbol{cos\theta} \right) \tag{IV.1}$$

Dans notre cas, l'adhésif dont on veut mesurer l'efficacité est le revêtement polyuréthane PU collé entre deux bandes de tissu PA enduit PU de largeur b =25mm (largeur de tissu adhérisé), l'angle de pelage est θ =180°. La vitesse de pelage est de 10mm/min.



Figure IV.21 : (a) schéma d'un essai de pelage (b) spécimen « tissu toile PAHT+ film PU contrecollé » de type « pantalon » et (c) Essai de pelage en température.

Les résultats des tests de pelages effectués sont donnés sur la figure suivante :



Figure IV.22 : Essais de pelage sur 50 mm de déplacement « tissu toile PAHT+ film PU contrecollé » aux températures : (a) Ambiante et (b) -160°C.

Les courbes montrent deux zones distinctes :

 Une première zone quasi-linéaire correspondant à la déformation élastique des bras de l'éprouvette.

- Une seconde zone quasi-constante représentant la décohésion sur plusieurs centimètres avec pics et des creux.

On mesure la force moyenne « P » de décohésion sur les courbes Forces-déplacements obtenus à l'ambiante et à -160°C ; puis on calcule « E » l'énergie de décohésion. (Cf le tableau IV.3).

	Température ambiante (25°C)	Température cryogénique (-160°C)
Force moyenne de décollage « P » (N)	40	30
Energie de décohésion « E » (N/mm)	3.2	2.4

Tableau IV.3 : synthèse des mesures pour les tests de pelage sur le tissu « toile PA HT + film PUcontrecollé sur les faces » aux différentes températures.

On constate que la force moyenne de décollement diminue de l'ambiante à -160°C, ce qui entraine mécaniquement une évolution dans le même sens pour l'énergie de décohésion. Ceci traduit donc une perte d'efficacité de l'adhésif à -160°C.

À la suite des différentes analyses et comparaisons de toutes les structures tissées caractérisées dans cette partie, seul le tissu *« toile PA/ PU »* répond aux exigences prévues pour la conception de l'enveloppe intérieure de l'obturateur en termes de déformation et contraintes à la rupture à -160°C. Le polyuréthanne PU contrecollé sur ce tissu ne peut être utilisé comme adhésif à température cryogénique (-160°C) car il est fragile à cette température et sa température de transition vitreuse étant de l'ordre de -70°C.

Nous allons aborder maintenant les essais de caractérisation mécanique des structures tissées utilisées pour la conception de l'enveloppe externe de l'obturateur.

IV.2.2 Caractérisation en traction des tissus pour enveloppe externe

Comme nous l'avons dit précédemment, l'enveloppe externe de l'obturateur GNL à concevoir est composée de deux structures tissées à savoir :

- La gaine de contention
- La gaine armée + nappe tramée.

Des essais mécaniques de traction ont donc été menés sur ces tissus à l'ambiante et à -160°C. Les réponses mécaniques obtenues sont présentées dans les paragraphes qui suivent.

IV.2.2.1 Courbes contraintes-déformations

Les essais ont été fait sur des éprouvettes rectangulaires comme présenté en figure IV.6, mais avec les dimensions suivantes : Longueur 60mm entre les mors, largeur = 30mm et épaisseur =2mm.

La contrainte vraie et la déformation vraie sont calculées par :

$$\varepsilon_V = \ln\left(1 + \frac{l}{l_0}\right) \ et \ \sigma_V = \ \sigma_N * \left(1 + \frac{l}{l_0}\right)$$
(IV.2)

*o*ù $\sigma_N = \frac{F}{S}$ est la contrainte nominale.

a) Gaine de contention

La gaine de contention est tissée en tubulaire à partir d'un fil élasthanne Spandex bicomposant guipé LCP en trame et d'un fil polyester PET en chaine. Ces fils ont été sélectionnés sur la base des résultats de caractérisation mécanique obtenus dans le chapitre III.

La figure IV.23 montrent les résultats obtenus pour cette gaine de contention en termes de courbes contraintes- déformations vraies.



Figure IV.23 : Contraintes-déformations vraies pour la gaine de contention à température : (a) ambiante et (b) $T=-160^{\circ}C$

Nous constatons une chute d'environ 200% de la déformation à la rupture en trame et une chute de 50% environ de la déformation à la rupture en chaine lorsque la température passe de l'ambiante à -160°C.

Dans le sens de la trame, la contrainte à la rupture augmente légèrement à -160°C par rapport à l'ambiante (de 10Mpa à 16Mpa). Cette augmentation est sans doute liée au comportement hyperélastique du fil élasthanne spandex bicomposant guipé LCP HT à -160°C comme nous l'avons souligné au chapitre III (Cf. figure III.8 (b)).

Cependant dans le sens de la chaine, on note une diminution drastique de la contrainte à la rupture (de 60Mpa à 15Mpa) lorsque la température passe de l'ambiante à -160°C sans doute liée à la fragilisation de la fibre de polyester PET. Sachant que la température de transition vitreuse pour cette fibre est de -70°C comme nous l'avons souligné dans le tableau III.1 du chapitre III.

Les réponses mécaniques obtenues dans deux sens sont très différentes, ce qui indique un comportement fortement anisotrope de la gaine de contention.

b) Gaine armée + *nappe tramée*.

La structure (gaine armée+ nappe tramée) est tissée à plat dans le sens chaine avec un fil LCP HT orienté le long de l'axe du tube et dans le sens trame avec un fil élasthanne spandex bicomposant. De même que

pour la gaine de contention, ces fils ont été sélectionnés sur la base des résultats de caractérisation mécanique obtenus dans le chapitre III.

La figure IV.24 montrent les résultats obtenus pour cette structure tissée en termes de courbes contraintes- déformations vraies.



Figure IV.24 : Contraintes-déformations vraies pour la gaine armée+ Nappe tramée à température : (*a*) *ambiante et* (*b*) *T*= -160°*C*

Dans le sens chaine, on note une forte augmentation de la contrainte à la rupture lorsque la température passe de l'ambiante à -160°C (de 9Mpa à 50Mpa) sans doute liée au comportement mécanique linéaire du fil LCP à -160°C. Comme nous l'avons constaté au chapitre III, la ténacité du fil LCP augmente à température cryogénique (-160°C). (Cf figure III.6 (a))

Dans le sens trame, on observe une augmentation importante de la contrainte à la rupture (de 2Mpa à l'ambiante à 12 Mpa à -160°C) ; la déformation à la rupture augmente également lorsque la température passe de l'ambiante à -160°C (de 55% à 80%). Cette augmentation de la déformabilité est liée sans doute au comportement hyperélastique du fil élasthanne Spandex bicomposant comme nous l'avons souligné dans le chapitre III (Cf. figue III.9 (a)).

La structure tissée (gaine armée+ nappe tramée) puise sa déformabilité du fil élasthanne Spandex bicomposant en trame et sa bonne résistance mécanique du fil LCP en chaine.

De même, les réponses mécaniques obtenues dans les deux sens sont très différentes, ce qui indique un comportement anisotrope de cette structure tissée (gaine armée + nappe tramée).

Nous avons étudié également par la suite l'évolution des densités d'énergies de déformation à la rupture en fonction de la température pour chacune de ces deux structures tissées, en calculant les aires sous les courbes contraintes-déformations obtenues expérimentalement.

IV.2.2.2 Energie de déformation

Dans ce paragraphe, nous calculons l'énergie stockée dans chacune des structures tissées orthotropes (gaine de contention et gaine armée+ nappe tramée) à température ambiante et à -160°C ; puis nous les comparons. Nous rappelons que la densité d'énergie de déformation à la rupture « W » dans le cas d'une sollicitation mécanique de traction uniaxiale est donnée par $W = \int \sigma_{ij} d\varepsilon_{ij}$.

- Cas de la gaine de contention

Température	Densité d'énergie de déformation W (en Mpa)	
	Chaine (Sens longitudinal)	Trame (Sens transverse)
Ambiante (20°C)	9,123	10,045
-160°C	1,381	1,456

Tableau IV.4 : Energie interne de déformation en fonction de la température dans le cas de la gainede contention.

Dans le cas la gaine de contention, on observe une diminution assez énorme de la densité d'énergie de déformation à la rupture à la température cryogénique (-160°C) aussi bien dans le sens longitudinal que dans le sens transversal. Les performances mécaniques de ce matériau composite sont altérées à -160°C par rapport à l'ambiante.

- Cas de la structure tissée (gaine armée+ nappe tramée).

Température	Densité d'énergie de déformation W (en Mpa)	
	Chaine (Sens longitudinal)	Trame (Sens transverse)
Ambiante (20°C)	1,147	0,335
-160°C	8,245	6,189

Tableau IV.5 : Energie interne de déformation en fonction de la température dans le cas de la (gainearmée + nappe tramée)

La densité d'énergie de déformation à la rupture du tissu (gaine armée + nappe tramée) augmente d'environ 8 fois à -160°C par rapport à l'ambiante aussi bien en chaine qu'en trame. Cela peut être due d'une part à l'effet structure du fait de la configuration du tissage des fils en industrie, et d'autre part aux performances et au comportement mécanique (ténacité et déformation à la rupture) du fil LCP en chaine et fil Spandex bicomposant tissée en trame qui sont meilleures à -160°C comme nous l'avons mentionné dans le chapitre III. (Cf figure III.6(a) et figure III.9(a)).



Figure IV.25 : Evolution de la densité d'énergie de déformation à la rupture en fonction de la température pour chacune des structures tissées : (a) sens chaine et (b) sens trame

Légende :

En abscisse, nous avons les tissus représentés par :

1 = *Gaine de contention*

2 = Nappe tramée + gaine armée

En conclusion, les résultats obtenus sur ces structures tissées montrent que les propriétés mécaniques de la « gaine armée + nappe tramée » augmentent à -160°C. Les propriétés mécaniques (contrainte et

déformation à la rupture) de la « gaine de contention » sont réduites à la suite de l'effet du conditionnement cryogénique.

Les deux structures tissées (gaine de contention et gaine armée + nappe tramée) forment la membrane externe de l'obturateur à concevoir.

IV.3 Rupture des polymères et élastomères

Les revêtements des structures tissées sont en général réalisés avec des matrices polymères. Il est donc intéressant d'avoir des éléments d'analyse sur l'évolution de leurs propriétés mécaniques.

C'est pourquoi nous avons, en marge du projet, réalisé des essais mécaniques sur des polymères massifs tels que : le polyuréthanne PU, le silicone Si et le polyéthylène basse densité PEBD.

Pour chacun de ces trois matériaux, nous avons à la fois réalisé des essais de traction uniaxiale mais aussi des essais de rupture sur des éprouvettes fissurées. Sur ces éprouvettes fissurées (type DENT), il s'agit de mesurer la ténacité en termes d'énergie de rupture (nous avons choisi ici de calculer les valeurs critiques de l'intégrale J).

Nous précisons que les essais ont été effectués à plusieurs température : ambiante (20°C), -40 °C, -80 °C, -120 °C et -160 °C.

IV.3.1 Courbes contraintes-déformations en traction

Les courbes suivantes présentent les résultats des essais de traction uniaxiale effectués à différentes températures sur ces matériaux. Les éprouvettes utilisées sont de type Haltère H2, les dimensions sont celles données précédemment dans le protocole expérimental. (Cf figure IV.6)

Les contraintes et déformations vraies sont calculées à partir de l'équation (IV.2) précédente donnée par

$$\varepsilon_V = \ln\left(1 + \frac{l}{l_0}\right) \ et \ \sigma_V = \ \sigma_N * \left(1 + \frac{l}{l_0}\right)$$
(IV.2)

Où $\sigma_N = \frac{F}{S}$ Etant la contrainte nominale.

La figure IV.26 présente les réponses mécaniques obtenues en termes de contrainte - déformation vraie



(b)



Figure IV.26 : Courbes contraintes-déformations vraies à différentes températures cryogéniques pour (a) le PEBD, (b) le Silicone et (c) le PU.

Les réponses mécaniques obtenues montrent un processus de transition ductile – fragile assez typique, les températures de transition dépendant du matériau testé. Au comportement hyperélastique à l'ambiante se substitue progressivement un comportement élastoplastique puis élastique fragile à -160°C.

De l'ambiante à -80°C, le PEBD présente un comportement élastoplastique : sa courbe de comportement présente une zone élastique, puis une zone de striction qui se propage et ensuite une zone de durcissement plastique avant la rupture. La température de transition vitreuse T_g du PEBD est de -110°C.

Le silicone présente un comportement hyperélastique à température ambiante et à -40°C. Pour des températures comprises entre -80°C et -120°C, le comportement est élastoplastique. On observe les 3 zones décrites précédemment pour le comportement élastoplastique du PEBD à savoir :

- Une zone élastique présente au début de la courbe jusqu'à la limite élastique qui est différente pour chaque matériau et pour chaque température ; cette valeur limite augmente au fur et à mesure que la température diminue.
- Une zone de propagation de la striction ; la striction se stabilise et le diamètre minimal de l'éprouvette ne diminue quasiment plus.

 Une zone de durcissement structural, apparemment liée l'orientation des chaines de molécules de ces matériaux (Silicone et PEBD) selon la direction principale de déformation. Lorsque la striction s'est totalement propagée, la déformation redevient homogène jusqu'à la rupture totale des matériaux.

Il faut rappeler que la température de transition vitreuse T_g du silicone est de -127°C.

Pour le polyuréthanne PU, on observe un comportement hyperélastique à l'ambiante et à - 40°C tout comme pour le Silicone. Cependant pour ce matériau, il n'y a pas de transition élastoplastique aux températures testées. La température de transition vitreuse T_g du PU est de -70°C comprise entre -40°C et -80°C.

Tous ces matériaux ont un comportement élastique linéaire à -160°C et deviennent complètement fragile à cette température. On observe également une augmentation de la contrainte à la rupture et une diminution de la déformation à la rupture lorsqu'on passe de l'ambiante à -160°C.

IV.3.2 Energie de déformation

De même que dans le cas structures tissées, nous avons mesuré les densités d'énergies de déformation à la rupture en calculant l'aire sous les courbes contraintes-déformations pour chacun de ces trois matériaux et à chaque température.

La figure IV.27 présente l'évolution des densités d'énergies de déformation à la rupture en fonction de la température.





Figure IV.28 : Evolution de la densité d'énergie de déformation à la rupture en fonction de la température pour les matériaux : (a) PEBD, (b) Silicone et (c) PU

IV.3.3 Essais sur éprouvettes entaillées

Des essais de traction sur des éprouvettes doublement fissurées DENT ont été réalisées. Nous avons enregistré les courbes forces-déplacement pour les températures précitées.

La géométrie des éprouvettes DENT est représentée sur la figure IV.27.

La longueur des fissures « **a** » est de 5mm. La vitesse de déplacement de la traverse mobile est 10mm/min. La longueur utile de l'éprouvette (entre les mors) L= 80mm, la largeur **w**=25mm, l'épaisseur **b** est de 2mm pour le PEBD et 1 mm pour les deux autres matériaux.



Figure IV.29 : Géométrie des éprouvettes doublement fissurée.

Les réponses mécaniques obtenues pour chaque matériau en termes de forces-déplacements sont

illustrées sur la figure IV.29.



Déplacement (mm)

⁽a)



(b)



(c)

Figure IV.29 : Coubes Forces-déplacement relatifs à l'éprouvette fissurée pour (a) le PEBD, (b) le Silicone et (c) le PU

On retrouve sur ces réponses mécaniques des évolutions en adéquation avec celles observées sur les essais de traction uniaxiale (Cf figure IV.25).

Pour caractériser la résistance à l'amorçage d'une fissure, nous avons calculer les valeurs de l'intégrale J à la rupture pour chaque matériau aux différentes températures.

IV.3.4 Intégrale J

L'approche globale de la mécanique de la rupture, issue de Griffith (Griffith and Eng, 1921), représente une bonne méthode permettant la caractérisation de la fracture des matériaux. Il définit un paramètre appelé taux de restitution de l'énergie de déformation G défini tel que :

$$G = -\frac{\partial U}{\partial A} \tag{IV.3}$$

Où « U » est l'énergie potentielle et « A » la surface de la fissure.

A l'initiation de la fissure, le taux de restitution d'énergie G atteint une valeur critique généralement appelée énergie de rupture et notée G_c qui est considérée comme une propriété intrinsèque du matériau.

Sur la base de cette définition, Rivlin et Thomas (Rivlin and Thomas, 1953), (Thomas, 1955) ont introduit l'énergie de déchirement T_c qui équivaut à G_c , dans le cas des élastomères.

Notons que l'interprétation énergétique de l'intégrale J (valeur critique notée J_c) introduite par Rice et Cherepanov (Rice, 1968), (Cherepanov, 1968) est équivalente au taux de restitution d'énergie **G** pour les matériaux élastiques.

Dans le cas des élastomères, Rivlin a proposé une formulation analytique de ce paramètre, qui a l'initiation de la fissure s'exprime de la façon suivante :

$$G_{\mathcal{C}} = J_{\mathcal{C}} = 4 * k(\lambda_{\mathcal{C}}) * W_{\mathcal{C}} * a$$
(IV.4)

Où W_c est la densité d'énergie de déformation critique correspondant à l'initiation de la fissure, « **a** » est la longueur de la fissure et « **k** » est un facteur dépendant du rapport d'étirement $\lambda = \frac{l}{l_0}$ qui peut être approximé selon Green Smith (Greensmith, 1963) comme suit :

$$k(\lambda) = \frac{2.95 - 0.08(1 - \lambda)}{\sqrt{\lambda}}$$
(IV.5)

La densité d'énergie de déformation **W** peut être déterminé à partir de différents modèles phénoménologiques (Rivlin, 1948), (Ogden, 1997), (Yeoh, 1990) ou modèles statistiques (James and Guth, 1943), (Arruda and Boyce, 1993).

Ici, nous avons choisi le modèle d'Ogden d'ordre 1 donné par la relation :

$$W = \frac{\mu_1}{\alpha_1} (\lambda_1^{\alpha_1} + \lambda_2^{\alpha_1} + \lambda_3^{\alpha_1} - 3)$$
 (IV.6)

Où μ_1 et α_1 sont les paramètres du modèle à identifier. Et les λ_i sont les étirements principaux dans la direction « i ».

L'expression donnée par l'équation (IV.4) est adaptée aux matériaux hyperélastiques. Dans notre cas, lorsque le comportement du matériau devient élastoplastique due à l'effet de la température, il est nécessaire d'utiliser une autre formulation de l'intégrale J.

L'intégrale J est alors écrite comme la somme d'une partie élastique J_{el} (liée au facteur d'intensité de contrainte **K**) et d'une partie plastique J_{pl} (fonction de l'énergie dissipée plastiquement). Cette formulation intéressante de l'intégrale J développée par Rice (Joyce et al., 1980), (Rice et al., 1973), (Turner, 1979), (Sumpter, 1974) est donnée par la relation :

$$J = J_{el} + J_{pl} = \eta_{el} \frac{U_{el}}{b(w-a)} + \eta_{pl} \frac{U_{pl}}{b(w-a)}$$
(IV.7)

Le facteur η_{pl} est fonction de la taille de la fissure (ou du ligament) et du coefficient d'écrouissage « n ». Pour une géométrie DENT, ce facteur est définit par Kumar (Kumar et al., 1981), (Ernst et al., 1984) par l'expression :

$$\eta_{pl} = \begin{cases} 0.866 * \frac{n+1}{n} * \frac{h_1}{h_3} & \text{contrainte plane} \\ \frac{2}{(0.72 + 1.82 * \frac{b}{w})} * \frac{b}{w} * \frac{n+1}{n} * \frac{h_1}{h_3} & \text{déformation plane} \end{cases}$$
(IV.8)

Où h_1 et h_3 sont des fonctions tabulées dépendantes de $a_{/w}$;

 U_{el} Représente l'énergie élastique et U_{pl} l'énergie plastique. Il s'agit des aires sous la courbe forcedéplacement de l'éprouvette fissurée comme le montre la figure IV.30:



Figure IV.30 : Energie élastique et plastique

« **b** » et « **w** » sont respectivement l'épaisseur et la largeur de l'éprouvette.

L'énergie de rupture J_c est donc calculée à partir des données expérimentales en utilisant les équations (IV.4) et (IV.7) en fonction du comportement du matériau en température.

Des simulations par éléments finis EF sur les éprouvettes DENT à l'aide du logiciel ABAQUS ont également permis de calculer l'intégrale J critique numériquement pour chacune des températures.

En raison de la symétrie, nous avons modélisé un quart de l'éprouvette DENT afin d'avoir un modèle bidimensionnel. Le maillage a été suffisamment affiné au voisinage de la fissure pour assurer une précision satisfaisante des résultats.

Les conditions aux limites appliquées sont telles qu'indiquées à la figure IV.30 :

- Sur le bord supérieur de l'éprouvette, un déplacement uniforme « u » variant de 0 à 100 mm a été imposé dans la direction verticale (axe Y). Une condition limite de symétrie est appliquée suivant cette même direction,
- Une condition de symétrie est également appliquée suivant l'axe X uniquement sur le ligament, tandis que la face de la fissure reste libre (Figure IV.30).

Les paramètres d'entrée du modèle non linéaire d'Ogden (μ_1 et α_1) obtenus à partir des résultats expérimentaux, sont utilisés dans la simulation pour décrire le comportement mécanique du matériau dans le cas d'un hyperélastique.

Dans le cas d'un élastoplastique, les données expérimentales telles que la courbe contrainte-déformation plastique ainsi que la contrainte limite élastique σ_Y sont entrées dans le modèle numérique afin de décrire le comportement élastoplastique du matériau à la température concernée.

Les valeurs de J critique calculées numériquement sont comparées à celles calculées expérimentalement.



Figure IV.31 : Modèle éléments finis d'un quart de l'éprouvette DENT.

Dans le cas du comportement non linéaire, le calcul est réalisé pas à pas en utilisant l'algorithme de Newton-Raphson modifié pour la convergence ; Nous avons également utilisé la formulation de Lagrange (contraintes planes et grandes déformations) dans l'analyse.

Les résultats expérimentaux et numériques de J_c sont obtenus à partir des valeurs du rapport d'étirement critique λ_c que nous avons obtenus à partir d'une séquence d'images prises durant les essais.

Ces rapports d'étirement critiques représentent le début de la propagation de la fissure. La figure IV.32 ci-dessous est un exemple d'une séquence d'images obtenues pendant un essai de rupture pour le polyuréthanne PU à T= -80°C.



Figure IV.32 : Séquence d'images lors d'un essai de rupture à T= -80°C pour une éprouvette PU fissurée.

La figure IV.33 montre l'évolution de l'intégrale J critique en fonction de la température pour chaque matériau.



(a)



(b)



(c)

Figure IV.33 : Evolution de l'énergie de rupture « Intégrale critique J_c » en fonction de la température (a) le PU, (b) le PEBD et (c) le silicone

Ces courbes mettent en évidence les transitions ductiles et fragiles des matériaux sachant que les températures de transitions vitreuses T_g sont de -70°C, -110°C et -127°C pour le PU, le PEBD et le silicone respectivement.

La figure IV.34 montre une comparaison entre les valeurs de l'intégrale J_c calculées expérimentalement (critique) et celle calculées numériquement par élément finis (EF) pour tous les trois matériaux. Les points autour de la bissectrice indiquent une bonne concordance.



Figure IV.34 : Comparaison entre les valeurs expérimentales et numériques des énergies de rupture J_c

Ces trois matériaux présentent des craquelures et fissures à -160°C. On observe aussi une augmentation des contraintes à la rupture pendant les différents essais lorsque la température varie de l'ambiante à -160°C. Ils perdent considérablement leur ductilité.

Les résultats illustrés dans cette partie montrent que ces trois matériaux (PU, silicone et PEBD) ne peuvent pas être utilisé comme revêtement ou enduit pour les structures tissées afin d'avoir un composite ductile à -160°C. Ces matériaux présentent un comportement fragile à -160°C et ont de faibles déformations à la rupture à cette température.

D'autres matériaux polymères sous forme de films présentés en **Annexe C** ont également été caractérisés en traction. Les résultats ont montré que ces films polymères se fragilisent à -160°C. On a également observé un changement de comportement mécanique lorsque la température passe de l'ambiante (comportement élastoplastique pour certains ou hyperélastique pour d'autres) à -160°C (comportement fragile pour tous). Nous pouvons conclure que ces films ne peuvent pas être utilisés comme revêtement pour les structures tissées à -160°C.

IV.4 Bilan de la caractérisation.

Pour clore l'aspect caractérisation, il est important de vérifier que le matériau composite utilisé pour la conception de la « vessie » ne voit pas ses propriétés mécaniques altérées à -163°C lors de son déploiement dans le gazoduc. En effet, son introduction dans le gazoduc nécessite de le plier au préalable et ensuite de le déployer par gonflement une fois à l'intérieur.

Des essais de traction sur des éprouvettes préalablement pliées puis portés à la température de -160° C ont également été réalisés sur la structure tissée sélectionnée à savoir le tissu « *toile PA /PU* ».

La figure IV.34 montre une comparaison des réponses mécaniques obtenues pour ce tissu avec et sans pli à -160°C dans le sens chaine et trame.



Figure IV.35 : Comparaison des réponses mécaniques du tissu « toile PA HT+ film PU entrecollé sur les 2 faces » avec et sans pli à -160°C (a) sens Chaine et (b) sens Trame.

Les résultats montrent que le comportement et les propriétés mécaniques de ce tissu sont très peu altérées que ce soit dans le sens chaine ou trame.

La caractérisation mécanique réalisée sur les structures tissées enduites présentée dans le paragraphe IV.2.1 a montré que le tissu *« toile PA /PU »* a de meilleures propriétés mécaniques par rapport aux autres tissus en termes de contraintes et déformations à la rupture à -160°C. Ses propriétés mécaniques sont également très peu altérées lors du déploiement de la vessie dans le gazoduc.

Cependant le problème à résoudre reste la fragilité des matrices polymères qui sont utilisées soit pour l'enduction des structures tissées, ou alors pour assurer l'étanchéité entre la vessie et l'enveloppe externe de l'obturateur conçu. Tous les films polymères et élastomères caractérisés dans ce chapitre ont un comportement fragile à -160°C.

Notons que la réalisation des essais à l'échelle des fibres dans le chapitre III précédent, a été une source d'informations nécessaires et de décisions importantes pour le consortium. L'analyse des résultats obtenus a facilité les choix et les combinaisons des fibres synthétiques qui ont été utilisés pour la conception de l'enveloppe extérieure de l'obturateur (Cf paragraphe IV.1.1.2, figure IV.2).

Les structures tissées telles que la « *gaine de contention* » et la « *gaine armée* + *nappe tramée* » caractérisées dans le paragraphe IV.2.2, ont montré un comportement mécanique plutôt non-linéaire à - 160°C en comparaison au comportement fragile de certaines fibres qui les constituent.

La gaine de contention qui a été tissé en trame avec du fil guipé LCP/Spandex bicomposant et en chaine avec du fil polyester PET, présente de meilleures propriétés mécaniques en termes de ténacité et déformations à la rupture à -160°C, sans doute liée aux propriétés du fil guipé et du fil polyester.

La Nappe tramée tissée à plat en fil LCP et la gaine armée tissée en tubulaire en fil Spandex bicomposant présente un comportement hyperélastique à -160°C, due aux grandes déformabilités apportées par le fil Spandex bicomposant et aux bonnes ténacités du fil de type LCP.

Notons également que les résultats obtenus de la caractérisation de toutes ces structures tissées dans ce chapitre IV indiquent un comportement orthotrope.

Considérant les résultats du chapitre III sur la caractérisation des fibres synthétiques, d'autres possibilités de combinaisons de fils pour l'obtention des structures tissées pourraient être intéressant :

Combinaison2

- Tissus Gaine de contention : * fil guipé Elasthanne Spandex bicomposant guipé UHMPE en trame

* fil polyester PET en chaine

- Nappe tramée fait avec fil UHMPE en chaine tissé à plat (placé longitudinalement)
- Gaine armée fait en fil Elasthanne Spandex bicomposant tissée en tubulaire

Combinaison2

- Tissus Gaine de contention : * fil guipé Spandex bicomposant guipé PBO en trame

* fil polyester PET standard en chaine

- Nappe tramée fait avec fil PBO en chaine tissé à plat (placé longitudinalement)
- Gaine armée fait en fil Spandex bicomposant tissée en tubulaire.

Bien que les techniques de tissage de la « gaine de contention » et la « gaine aimée + nappe tramée » soient confidentielles, ces structures tissées assemblées pourront être utilisées pour la réalisation du ballon d'obturation.

Du fait de la fragilité des élastomères et des films polymères (**Cf Annexe C**) caractérisés dans chapitre IV, le problème résiduel est toujours la question de l'étanchéité à assurer entre la gaine la gaine de contention et le pipeline.

Dans le chapitre V suivant, nous aborderons la modélisation par éléments finis (FE) du gonflement de l'obturateur en milieu GNL en tenant compte du comportement mécanique orthotrope des structures tissées utilisées.

Dans cette partie, nous présentons la modélisation par éléments finis du comportement mécanique de l'obturateur à concevoir. S'agissant d'un multicouche, il faut au préalable connaitre le comportement mécanique de chacune des couches. La nature anisotrope de ces couches nécessite de faire appel à des lois de comportement spécifiques.

V.1 Modélisation Multiphysique de l'obturateur GNL

L'approche utilisée pour modéliser l'obturateur est progressive. Pour effectuer les calculs, nous utilisons le code éléments finis Abaqus/Standard 6.14. Celui-ci propose des solveurs permettant d'effectuer des calculs mécaniques standards, des calculs thermiques et thermomécaniques.

V.1.1 Modélisation géométrique (CAO)

La solution du modèle géométrique de l'obturateur GNL est proposée par un partenaire du consortium et elle s'inspire d'une sonde pressiométrique appelé « STRUCTURE TISSÉE MULTICOUCHES ». Elle est composée de plusieurs couches composites de matériaux textiles souples en contact les unes par rapport aux autres. Elle a une forme de fuseau cylindrique au repos et sous l'effet d'une pression interne, elle se dilate jusqu'à atteindre un profil limite de forme biconique. (Cf. figure V.1). Les deux extrémités de la sonde sont serties par une barre cylindrique en inox.



Figure V.1 : Configuration de la « STRUCTURE TISSÉE MULTICOUCHES ».

Dans cette partie, nous modélisons cette forme géométrique de l'obturateur. Les dimensions utilisées sont celles proposées par le partenaire du consortium. L'obturateur complet est d'une longueur totale de

1040 mm dont 240 mm sont occupés par les sertissages aux extrémités. (Figure.V.2). Le diamètre du pipeline est de 8 pouces (203,2 mm).

Le diamètre interne de l'obturateur est de 75 mm et il dispose de quatre couches composites dont l'épaisseur totale est de 5mm. L'objectif est d'atteindre les 8 pouces lors d'un gonflement pour un coefficient de dilatation radiale de 2.5 par rapport au diamètre initial.

Ces valeurs sont prises en fonction de l'épaisseur de la gaine de contention. Les quatre couches de matériaux sont composées de :

- La gaine de contention,
- La gaine armée + nappe tramée,
- Le tissu toile parachute utiliser pour la mise en forme de l'obturateur
- Un film enrobé sur la gaine de contention (ce film permettra de garantir l'étanchéité entre le pipe et l'obturateur)

La modélisation géométrique du système (obturateur-Pipeline) est représentée sur la figure V.3. L'obturateur étant cylindrique, il est modélisé de façon axisymétrique autour de l'axe de révolution(n°1). De même, le pipeline est modélisé de façon axisymétrique autour du même axe. Le système est symétrique dans le sens longitudinal (Direction Y) et seule la moitié supérieure est étudiée. A cet effet, une condition de symétrie est appliquée à l'extrémité bas (condition a et b).

La partie sertie de l'obturateur (n°5) peut être modéliser par une barre en inox identique à celui de la «Structure tissée multicouches » est introduit à l'intérieur de l'obturateur, une condition d'encastrement est appliquée. Tandis qu'un déplacement dans le sens de Y est permis si la barre introduite dans la « Structure tissée multicouches » dispose d'une certaine élasticité. Ce déplacement est modélisé en Y Axisymétrique (U1 = U3 = UR2 = 0) sur Abaqus/Standard

Où U_i ; i = 1, 3 désigne le déplacement dans la direction 1 et 3

UR2 désigne la rotation autour de l'axe Y. Notons que les directions 1, 2, et 3 sont respectivement équivalentes aux directions X, Y et Z.



- (1) Axe de révolution 2 Obturateur au repos 3 Pipeline (4) Zoom des couches de l'obturateur **(5**) Zoom sur la partie serti de l'obturateur Condition de Symétrie sur Y а Condition de Symétrie sur Y b Encastrement ou déplacement С autorisé uniquement sur Y
 - d Encastrement
 - e Champ de pression

Figure V.2 : Modélisation géométrique (2D) du système obturateur-Pipeline

Une représentation en 3D est donnée par la figure V.3 suivante.



Figure V.3 : Représentation géométrique de l'obturateur (a) état initial et (b) état gonflé.

V.1.2 Modélisation du contact entre les couches composites

Il existe une interaction entre les couches textiles que nous devons prendre en compte pendant la modélisation et pour cela plusieurs paramètres ne sont pas négligés à savoir :

- Le contact entre les différentes couches
- Le contact entre la couche externe de l'obturateur et le pipe,
- Le contact entre la barre en inox et les couches composites (le sertissage).

La modélisation du contact commence par l'identification des surfaces impliquées. La modélisation surface en contact avec surface proposée dans Abaqus est utilisée. L'utilisation de la surface géométrique comme un élément de contact est privilégiée par rapport aux nœuds ou éléments finis. Cela permet de conserver le modèle en cas de modification du maillage.

Notons que la surface mobile est toujours prise comme maître tandis que la surface initialement fixe est prise comme esclave. Le contact est caractérisé par le coefficient de frottement entre les deux couches matériaux. Cette valeur est comprise entre 0 et 1. Elle peut varier en fonction des lubrifiants ou enduits utilisés entre deux couches en contact.

Considérons les deux premières couches composites (avec des épaisseurs de 0.38 mm pour la couche 1 et 1.5 mm pour la couche 2) de l'obturateur ; avec une pression croissante appliquée à la couche interne (la première couche). On considère également que le coefficient de frottement entre ces deux couches est de 0.3.

<u>Rappel</u> : la couche 1 est le tissu toile « PA HT + film PU contrecollé sur les faces » et la couche 2 est la gaine armée+ nappe tramée.

L'interaction de ces 2 couches composites étant modélisée, et en appliquant une pression croissante au système, on remarque effectivement que le gonflement de la première couche entraine le gonflement de la deuxième et aucun chevauchement n'apparait sur les plis (auto-contact). Cf. figure V.4.

<u>Remarque</u> : Pour maitriser la modélisation du contact entre couches et la modélisation thermique, nous avons effectué les calculs en supposant dans un premier temps que toutes les couches sont identiques au Caoutchouc SBR étant donné que les propriétés thermiques de ce matériau isotrope sont connues et existent déjà dans la littérature. (Cf Tableau V.1)

Nous rappelons également que le pipe est en acier Inox.
	Masse volumique en	Conductivité thermique	Chaleur Massique
	(kg/m^3)	en (<i>N/s</i> . <i>K</i>)	en $(J/kg.K)$
SBR	920	0.36	2000
Inox 316 L	5000	0.15	900





Figure V.4 : Contact modélisé des couches de l'obturateur GNL.

La modélisation du contact entre les autres couches ou alors entre la dernière couche (*gaine de contention*) et le pipe se fait de la même manière que précédemment.

V.1.3 Modélisation thermique : Températures cryogéniques

L'aspect thermique est un point très important dans le projet CRYOBTURE. En effet, le comportement thermique d'un matériau diffère selon la température de l'environnement dans lequel il se trouve. La simulation numérique de l'obturateur en milieu GNL devrait nous permettre de savoir si une isolation thermique est envisageable en régime stationnaire ; elle devrait également permettre de connaitre l'évolution de la température de l'obturateur en régime transitoire.

Nous avons considéré dans ce cas, la configuration géométrique en Y présentée sur la figure V.5. Celleci correspond à deux couches dont une partie est en contact avec le pipeline. Ensuite nous avons modélisé la convection sur l'une des couches et le transfert de flux thermique lors du contact avec la couche suivante.

La figure V.5 montre l'évolution de la température en régime transitoire. Initialement à la température ambiante 20°C (293,15 K), on applique sur la face gauche une température de -160°C (113,15 K).



Figure V.5 : Evolution de la température en régime transitoire

On constate que la propagation du flux thermique sur la première couche est quasi-instantanée. Le transfert de flux à la deuxième couche est modélisé par un système de clearance (il définit la conductance en fonction de l'espace entre les deux couches). La conductance est à son maximum lorsque les couches sont en contact et diminue progressivement en fonction de l'espace entre les deux.

V.1.4 Modélisation Thermomécanique avec contact

La modélisation thermomécanique consiste à combiner toutes les modélisations définies précédemment (la géométrie, le contact entre les couches, l'aspect mécanique et l'aspect thermique).

Considérons les trois couches constituant l'obturateur, ainsi que le pipeline de diamètre 8 pouces (203.2 mm).

Initialement, l'obturateur est à température ambiante 20°C tandis que le pipeline est à -160°C (110.15K). A cause de la propagation quasi-instantanée du flux de chaleur, la température 110.15 K est ensuite appliquée à la surface externe de l'obturateur. Celle-ci correspond à la température externe de l'obturateur lorsqu'il est en contact avec le GNL. Une pression interne de 20 bars est appliquée progressivement (croissante) sur l'obturateur pendant la première seconde. La durée totale de l'étude est de 6 secondes pour un temps de calcul de l'ordre de 4 heures. (Cf. figure V.6).



Figure V.6 : Evolution des contraintes de Von-Mises de l'obturateur



Figure V.7 : Progression de la surface externe de l'obturateur en contact avec le pipeline.

La pression nécessaire pour le gonflement ou la pression nécessaire pour atteindre une surface de contact est plus grande avec le pipeline. Cette pression est nécessaire pour assurer la fixation de l'obturateur à

l'intérieur du pipeline à l'endroit précis où la maintenance se fera. Dans notre cas de figure, le contact avec le pipeline est obtenu avec une pression de 14.15 bars. Une progression de la surface en contact, sur trois points, est représenté sur la figure V.7. Le rayon de l'obturateur correspondants aux trois points est représenté sur la figure V.8.

Par ailleurs, l'analyse des déformations principales mets en évidence les points sensibles. Dans le cas présent, la déformation principale maximale se trouve à l'extrémité du sertissage (Cf. figure V.9). Cela est principalement dû au pli engendré par le gonflement. La forme conique à l'extrémité éliminera probablement cette concentration de contraintes.



Figure V.8 : Evolution du rayon de l'obturateur en fonction de la pression



Figure V.9 : Evolution de la déformation principale maximale

Simultanément, la simulation thermique a été effectuée. L'évolution de la température du système est en degré Kelvin et les résultats sont présentés sur la figure V.10.

Initialement, la température sur une couche est uniforme avant de se différencier à la fin du calcul. Cette variation thermique sur une couche prend son origine des contraintes mécaniques. En effet, avec la pression du gonflement et la réaction normale induite par le pipeline, les couches en contact avec le pipeline sont prises en sandwich. Cela réduit l'épaisseur de l'ensemble des couches et renforce le contact entre elles. Celles-ci favorisent la conduction thermique.

En Considérant trois points D, E, F (figure V.10) situés sur la surface externe de la deuxième couche (*gaine armée* + *nappe tramée*) de l'obturateur, on constate une différence de température sur la même couche qui s'explique par un taux de variation de température différente en fonction de la position (Figure V.11).



Figure V.10 : Evolution thermique



Figure V.11 : Evolution de la température en fonction du temps aux points D, E, et F.

La modélisation multiphysique de l'obturateur GNL a été faite comme présenté précédemment (à partir de l'exemple du PACKER). Les différentes couches qui composent l'obturateur sont des structures textiles ayant un comportement mécanique orthotrope. Afin d'effectuer des calculs représentatifs en utilisant les propriétés mécaniques et thermiques de ces structures textiles, nous devons modéliser le comportement mécanique de chacune des couches.

V.2 Modélisation du comportement hyperélastique d'un composite orthotrope : Identification des paramètres du modèle de Fung.

Les matériaux textiles composites (*gaine de contention*, *gaine armée* + *nappe tramée*, *tissu toile PA HT* + *film PU contrecollé*) caractérisés en traction à température ambiante et aux températures cryogéniques et présentés dans le chapitre IV ont montré en général un comportement non-linéaire qu'on peut supposer hyperélastique.

Le processus de fabrication de ces structures tissées fait apparaitre naturellement deux directions privilégiées : chaine en longitudinal et trame en transversal. On s'oriente donc vers une hypothèse de comportement orthotrope de ces matériaux.

L'hypothèse des grandes déformations nécessite de faire appel à des lois de comportement spécifiques, dont celles développées par Fung.

V.2.1 Modèle de Fung

Dans la littérature plusieurs modèles ont été développé pour décrire le comportement mécanique des matériaux anisotropes (Holzapfel et al., 2000), (Holzapfel, 2006), (Fung, 1967). Dans le cadre de notre étude, nous avons choisi de travailler avec le modèle de Fung (Fung et al., 1979) qui est un modèle généralement utilisé pour modéliser le comportement mécanique des tissus biologiques (aortes, artères, veines, etc...) car ils se comportement comme des matériaux composites hyperélastiques anisotropes. L'intérêt pour nous est que ce modèle est implémenté dans Abaqus.

Dans le modèle de Fung, la densité d'énergie de déformation U est donnée par l'expression suivante :

$$U = \frac{c}{2}(e^{Q} - 1) + \frac{1}{D}(\frac{(J^{el})^{2} - 1}{2})$$
(V.1)

Où c et D sont des paramètres du matériau et Q est défini par :

 $Q = \overline{\overline{E}} \colon \overline{\overline{\overline{b}}} : \overline{\overline{\overline{b}}}$

Le module de compressibilité est donné par $K_0 = \frac{2}{D}$

 $\overline{\overline{b}}$ Correspond au tenseur de l'anisotropie, il est symétrique et d'ordre 4.

 $\overline{\overline{E}}$ est le tenseur des déformations de Green-Lagrange modifié et défini par : $\overline{\overline{E}} = \frac{1}{2}(\overline{C} - I)$.

Avec $\bar{C} = J^{3/2} \times \bar{\bar{C}}$ où $\bar{\bar{C}}$ est le tenseur de dilatation de Cauchy Green droit et est donné par :

 $\overline{\overline{C}} = \overline{\overline{F}}^T$. $\overline{\overline{F}}$ Avec $\overline{\overline{F}}$ le gradient de la déformation. L'expression de \mathbf{Q} peut être réécrite de ma manière suivante :

$$Q = E_{ij} b_{ijkl} E_{kl} \qquad \text{Avec } 1 \le i, j, k, l \le 3$$
 (V.2)

D'autres part, on a $J^{el} = \frac{J}{J^{th}}$ avec $J = \det(F)$ et $J^{th} = (1 + \xi_1^{th})(1 + \xi_2^{th})(1 + \xi_3^{th})$

Où ξ_i^{th} est un terme d'expansion thermique.

V.2.2 Identification des paramètres

Afin d'effectuer la simulation, les paramètres c et D ainsi que les valeurs de b_{ijkl} sont à identifier à partir des résultats expérimentaux.

Nous considérons initialement qu'aucun effet thermique n'intervient dans tous le processus, ainsi donc

$$\xi_i^{th} = 0$$
; par conséquent $J^{el} = J$.

<u>Hypothèse</u>: $J^{el} = J = 1$ (matériau incompressible) alors J= det (F) = $\lambda_1 * \lambda_2 * \lambda_3 = 1$

La formulation de la densité d'énergie devient donc :

$$U = \frac{c}{2}(e^{Q} - 1)$$
 (V.3)

Le tenseur gradient de déformations F formé par les élongations principales λ_i est donnée par :

$$F = \begin{pmatrix} \lambda_1 & 0 & 0\\ 0 & \lambda_2 & 0\\ 0 & 0 & \lambda_3 \end{pmatrix}$$

Et le tenseur de Green modifié devient alors :

$$E = \begin{pmatrix} \frac{1}{2}(\lambda_1^2 - 1) & 0 & 0\\ 0 & \frac{1}{2}(\lambda_2^2 - 1) & 0\\ 0 & 0 & \frac{1}{2}(\lambda_3^2 - 1) \end{pmatrix} \qquad E_{ij} = 0 \text{ pour } i \neq j$$
(V.4)

Par définition du produit doublement contracté, en tenant compte des propriétés de la symétrie c'est-àdire $b_{iijj} = b_{jjii}$ et en remplaçant l'équation (V.4) dans l'équation (V.2) ; on obtient :

$$Q = \frac{1}{4} b_{1111} (\lambda_1^2 - 1)^2 + \frac{1}{4} b_{2222} (\lambda_2^2 - 1)^2 + \frac{1}{4} b_{3333} (\lambda_3^2 - 1)^2 + \frac{1}{2} b_{1122} (\lambda_1^2 - 1) (\lambda_2^2 - 1) + \frac{1}{2} b_{1133} (\lambda_1^2 - 1) (\lambda_3^2 - 1) + \frac{1}{2} b_{2233} (\lambda_2^2 - 1) (\lambda_3^2 - 1)$$
(V.5)

Les contraintes principales ou contraintes de Cauchy dans les 3 directions sont données par :

$$\sigma_i = \lambda_i \frac{\partial U}{\partial \lambda_i} - P \tag{V.6}$$

En tenant compte de l'énergie U définie dans l'équation (V.2) et l'expression de Q définie dans l'équation (V.5) ; les différentes contraintes principales obtenues sont les suivantes :

$$\begin{cases} \sigma_{1} = \frac{1}{2} c \lambda_{1}^{2} [b_{1111}(\lambda_{1}^{2} - 1) + b_{1122}(\lambda_{2}^{2} - 1) + \frac{1}{4} b_{1133}(\lambda_{3}^{2} - 1)] e^{Q} - P \\ \sigma_{2} = \frac{1}{2} c \lambda_{2}^{2} [b_{2222}(\lambda_{2}^{2} - 1) + b_{1122}(\lambda_{1}^{2} - 1) + \frac{1}{4} b_{2233}(\lambda_{3}^{2} - 1)] e^{Q} - P \\ \sigma_{3} = \frac{1}{2} c \lambda_{3}^{2} [b_{3333}(\lambda_{3}^{2} - 1) + b_{1133}(\lambda_{1}^{2} - 1) + \frac{1}{4} b_{2233}(\lambda_{2}^{2} - 1)] e^{Q} - P \end{cases}$$
(V.7)

Les essais expérimentaux ont été fait en traction uniaxiale dans deux directions de tissage des tissus composites (longitudinal et transversal). Alors on déduit finalement les contraintes principales dans chaque sens :

• Direction longitudinale (sens chaine) : $\lambda_2 = \lambda_1^{-1/2}$; $\lambda_3 = \frac{1}{\lambda_1 * \lambda_2}$ et $\sigma_3 = 0$ (contrainte plane)

En remplaçant λ_2 et λ_3 dans l'équation (V.7) et dans l'équation (V.5) ; on arrive à déduire l'expression de la pression P et on obtient donc l'expression de σ_1 en traction uniaxiale :

$$\sigma_{1} = \frac{c}{2} \left[b_{1111} \lambda_{1}^{4} - (b_{1111} + b_{1122} + b_{1133}) \lambda_{1}^{2} + b_{1122} \lambda_{1} + (b_{1133} + b_{2233} + b_{3333}) \lambda_{1}^{-1} - (b_{2222} + b_{2233}) \lambda_{1}^{-2} \right] e^{Q}$$
(V.8)

• Direction transversale (sens trame) : $\lambda_1 = \lambda_2^{-1/2}$; $\lambda_3 = \frac{1}{\lambda_1 * \lambda_2}$ et $\sigma_3 = 0$ (contrainte plane)

De même que précédemment en remplaçant λ_1 et λ_3 dans l'équation (V.7) et dans l'équation (V.5) ; on arrive à déduire l'expression de la pression P et on obtient donc l'expression de σ_2 en traction uniaxiale :

$$\sigma_{2} = \frac{c}{2} \left[b_{2222} \lambda_{2}^{4} - (b_{2222} + b_{1122} + b_{2233}) \lambda_{2}^{2} + b_{1122} \lambda_{2} + (b_{1133} + b_{2233} + b_{1133}) \lambda_{2}^{-1} - (b_{1111} + b_{1133}) \lambda_{2}^{-2} \right] e^{Q}$$
(V.9)

Contrairement à la plupart des modèles utilisés pour décrire le comportement hyperélastique d'un matériau orthotrope, celui de Fung n'est pas convexe. Cette convexité est pourtant nécessaire pour assurer l'existence d'une solution à un problème avec des conditions aux limites. Elle est également une

condition nécessaire pour assurer la stabilité numérique pendant la simulation. Dans la littérature, plusieurs chercheurs appliquent des contraintes aux paramètres du modèle pour obtenir cette convexité. En effet, les coefficients du modèle de Fung sont proportionnellement liés à la matrice d'élasticité. En 2015, Duong propose dans sa thèse une démonstration de cette liaison en utilisant la notation de Voigt, (Duong, 2015). Il montre également que la convexité du modèle de Fung est obtenue en respectant les conditions suivantes : c > 0; $(b_{ilii}, b_{iijj}) > 0$ $b_{ilii} > b_{iijj}$; avec i, j = 1,2,3

Une méthode d'optimisation basée sur une approche évolutionnaire (génétique) et développée au laboratoire UML a été utilisée pour effectuer l'optimisation en respectant les conditions de convexité citées précédemment.

On suppose que les coefficients b_{2323} , b_{1313} et b_{1212} sont strictement positifs et égales à 10^{-6} .

A partir des résultats expérimentaux, on détermine les différents paramètres « c » et « b » du modèle de Fung pour chaque matériau composite textile que ce soit en température ambiante ou en température cryogénique (-160°C). Sachant bien que « b » est un tenseur de $4^{\text{ème}}$ ordre sans dimension.

V.2.3 Validation du modèle

Pour valider le modèle de Fung proposé, nous avons eu recours aux résultats des essais expérimentaux de traction des renforts tissés (tissu à usage technique). Nous avons utilisé les tissus : gaine de contention et (gaine armée+ nappe tramée). Il s'agit bien des couches composites utilisées pour l'enveloppe externe de l'obturateur à température ambiante et à -160°C.

Les paramètres de traction sont identifiés en ajustant la réponse analytique du modèle de Fung avec la réponse expérimentale (voir Fig.V.12 et Fig.V.13) et sont regroupés dans les tableaux V.2 et V.3.

<u>Cas1</u> : tissu gaine de contention



(b)

1.1

Elongations λ_1, λ_2

1.15

1.2

1.05

0

1

Figure V.12 : Courbes contraintes vraies- élongations expérimentales et numériques pour le tissu gaine de contention aux températures : (a) ambiante et (b) -160°C.

Paramètres du modèle	С	<i>b</i> ₁₁₁₁	b ₂₂₂₂	b ₃₃₃₃	b ₁₁₃₃	b ₂₂₃₃	<i>b</i> ₁₁₂₂
Valeurs	1.6401	11.7874	0.0681	1.6412	1.6411	0.0637	0.0555

(a)

Paramètres du modèle	С	<i>b</i> ₁₁₁₁	b ₂₂₂₂	b ₃₃₃₃	b ₁₁₃₃	b ₂₂₃₃	<i>b</i> ₁₁₂₂
Valeurs	54.1415	0.0106	0.3817	4.4519	0.4308	0.8387	0.1501

(b)

Tableau V.2 : Paramètres du Modèle de Fung dans le cas du tissu gaine de contention aux températures : (a) ambiante et (b) -160°C

<u>Cas 2</u> : Tissu (gaine armée + nappe tramée)



(a)



Figure V.13 : Courbes contraintes vraies- élongations expérimentales et numériques pour le tissu (gaine armée+ nappe tramée) aux températures : (a) ambiante et (b) -160°C.

Paramètres du modèle	С	<i>b</i> ₁₁₁₁	b ₂₂₂₂	b ₃₃₃₃	b ₁₁₃₃	b ₂₂₃₃	<i>b</i> ₁₁₂₂
Valeurs	0.3694	9.1731	3.6158	40.4693	11.1455	4.1865	10.6684

Paramètres du modèle	С	<i>b</i> ₁₁₁₁	b ₂₂₂₂	b ₃₃₃₃	<i>b</i> ₁₁₃₃	b ₂₂₃₃	<i>b</i> ₁₁₂₂
Valeurs	176.8773	0.3216	0.3934	0.6088	0	0.1593	0

(*a*)

(b)

Tableau V.3 : Paramètres du Modèle de Fung dans le cas du tissu (gaine armée + nappe tramée) aux températures : (a) ambiante et (b) -160°C

V.3 Analyse du comportement mécanique de l'enveloppe intérieure de l'obturateur.

L'enveloppe intérieure de l'obturateur encore appelée « Vessie » fabriquée en tissu toile parachute (tissu PAHT+ film PU contrecollé sur les faces) constitue le premier prototype réalisé et testé en environnement cryogénique dans le cadre de ce projet.

Cette enveloppe a été développée par un partenaire du consortium. Elle est constituée d'un assemblage de composantes soudées entre elles (Fig. V.14). Elle a une forme cylindrique qui constitue le corps principal de longueur L=200 mm et de diamètre intérieur \emptyset =100 mm, sachant que l'épaisseur du tissu « *toile PAHT*+ *film PU contrecollé* » est de 0.38 mm. Le cylindre est joint par une bande cavalière et fermé aux extrémités est fermé par deux couvercles.

Deux inserts en inox sont rajoutés pour faciliter la pressurisation du système et la mise en place d'un thermocouple afin d'évaluer la température à l'intérieure de la vessie pendant les essais. Une mise en plan de la vessie est rajoutée en **Annexe D**.

Dans cette partie est présenté la modélisation et la simulation de la vessie sous pression. Le comportement mécanique de la vessie est analysé et discuté.



Figure V.14 : Géométrie et composantes de la vessie

V.3.1 Modélisation

Une modélisation 3D est ainsi effectuée et chaque composante de l'obturateur est maillée de façon indépendante (Figure. V.15). Pour la modélisation d'une structure hyperélastique, une formulation hybride est nécessaire. Des éléments de type C3D8H et C3D10H sont utilisés. Des éléments C3D10 sont utilisés pour l'insert en Inox.



Figure V.15 : Maillage de l'enveloppe interne de l'obturateur

Les contacts modélisés utilisés ici sont différents de ceux indiqués dans la modélisation de l'enveloppe externe (Cf. § V.1.2). En effet, les contacts dans ce cas sont le résultat de la soudure effectué pour raccorder les différentes composantes de la vessie. Ils sont modélisés par des liaisons complètes et les deux surfaces en contact sont contraintes à la même sollicitation.

Le système est encastré au niveau de l'insert gauche et libre partout ailleurs (Figure. V.16). Le champ de pression appliqué est normal à la surface interne. Il est orienté radialement sur le cylindre et dans la direction Y pour le couvercle.



Figure V.16 : Conditions aux limites et champs de pression appliqués sur la vessie

Par la suite, une étude numérique et expérimentale du comportement mécanique de la vessie à température ambiante et à -160°C a été faite.

V.3.2 Comportement mécanique de la vessie à température ambiante

Les résultats expérimentaux des essais de traction effectués sur le tissu toile parachute montrent un comportement élastique non linéaire mais différent dans les directions longitudinale et transversale : c'est un matériau orthotrope. Les déformations vraies à la rupture sont en moyenne égales à 0.55 dans les deux directions. (Cf. figure V.17).

Le modèle de Fung développé précédemment pour la gaine de contention, nous a permis de modéliser également le comportement mécanique du tissu toile parachute nommé « *toile PA HT + film PU contrecollé* » en tenant compte de la stabilité numérique ; le résultat obtenu montre bien une concordance avec l'expérimental. (Cf. figure V.18). Les paramètres du modèle sont donnés dans le tableau (V.4).



Figure V.17 : Courbes expérimentales en contraintes vraies -déformations vraies du tissu « toile PAHT+ film PU contrecollé » à température ambiante.



Figure V.18 : Comparaison entre la réponse expérimentale et numérique en traction uniaxiale du tissu « toile PAHT + film PU contrecollé » à température ambiante.

Paramètres du modèle	С	<i>b</i> ₁₁₁₁	b ₂₂₂₂	b ₃₃₃₃	b ₁₁₃₃	b ₂₂₃₃	<i>b</i> ₁₁₂₂
Valeurs	203.3011	0.0691	0.0722	0.0041	0.0058	0.0396	0.0370

Tableau V.4 : Paramètres du Modèle de Fung dans le cas du tissu « toile PAHT + film PUcontrecollé » à température ambiante.

Pour étudier le comportement mécanique de la vessie (enveloppe interne de l'obturateur) soumise à des contraintes internes tout en tenant compte de ses propriétés d'orthotropie, nous avons appliqué un champ de pression interne et croissant ; sachant qu'initialement, la vessie est considérée comme déployée.

Le résultat de la simulation montre une évolution croissante du déplacement radial et longitudinal (Cf. figure V.19). L'analyse du déplacement d'un point situé sur l'un des inserts démontre une augmentation de l'allongement de 34.53 mm par rapport à l'état initial (Figure V.20). L'allongement suivant Y est attendu et celui dans la direction X est dû à la bande cavalière (de la géométrie) qui brise la symétrie de la structure.

L'évolution des déformations principales de la structure est montrée sur la figure V.21. L'analyse de celle-ci montre que la déformation maximale est atteinte pour une pression maximale de 1.9bar (Figure V.22). Les points sensibles sont observés sur la jonction entre la partie cylindrique qui constitue le corps de la vessie et le couvercle.

En effet, la pression normale appliquée au cylindre entraine une extension radiale de la vessie tandis que la pression appliquée au couvercle entraine une extension dans la direction Y.



Figure V.19 : Evolution de l'amplitude du déplacement total observée sur la vessie à température ambiante



Figure V.20 : Courbe d'évolution du déplacement d'un point situé sur l'insert droit de la vessie en fonction de la pression interne à température ambiante



Figure V.21 : Evolution de la déformation principale observée sur la vessie à température ambiante



Figure V.22 : Courbe d'évolution des déformations principales observée sur la vessie en fonction de la pression interne de gonflement à température ambiante.

Nous avons effectué des essais expérimentaux au laboratoire avec la société **Pronal**. Une pression interne obtenue par l'air comprimé a été appliquée à l'intérieure de la vessie jusqu'à l'éclatement de celle-ci. La pression limite (pression d'éclatement) obtenue expérimentalement est de l'ordre de **2.5 bars.** Sachant que la pression d'éclatement observée par la simulation numérique est de **1.9 bar** (Cf figure V.22), elle est en dessous de celle observée en expérimental.

Ce résultat reste cohérent par rapport à la modélisation effectuée. En effet, la simulation ne prend pas en compte les imperfections dues aux dispositifs expérimentaux telle que la porosité qui entraine des fuites d'air au niveau de la soudure et au niveau des inserts sur la vessie pendant le gonflement.

D'autre part, nous avons également effectué une simulation de la mise à vide de la vessie (un collapsage de l'enceinte de la vessie). Elle est modélisée par une dépression de la surface interne de la vessie mais une instabilité physique apparaît dès le début de calcul. Cette instabilité a également été mise en évidence pendant les essais expérimentaux.

Par la suite, également le comportement mécanique de la vessie sous pression a été étudiée à température cryogénique, notamment à -163°C.

V.3.3 Comportement mécanique de la vessie à -160°C

De même que précédemment, nous avons analysé le comportement mécanique de la vessie soumise à une pression interne et croissance (Air Comprimé), mais cette fois la vessie est plongée dans de l'azote liquide (-163°C) contenu dans une enceinte thermique.

Les essais expérimentaux préalablement effectués sur le matériau orthotrope (tissu *toile PAHT+ film PU contrecollé*) à -160°C, ont montré également un comportement élastique non linéaire. Les déformations vraies à la rupture observées sont en moyenne égales à 0.43 dans les directions longitudinale et transversale. (Cf. figure V.23).



Figure V.23 : Courbes expérimentales en contraintes vraies -déformations vraies du tissu « toile PAHT+ film PU contrecollé » à -163°C.

Etant donné qu'il s'agit d'un matériau orthotrope, le modèle de Fung a donc également utilisé afin de modéliser son comportement mécanique à -160°C tout en tenant compte de sa stabilité numérique.

Tout comme à température ambiante, le résultat obtenu montre bien une concordance avec l'expérimental. (Cf. figure V.24). Les paramètres du modèle sont donnés dans le tableau (V.5).



Figure V.24 : Comparaison entre la réponse expérimentale et numérique en traction uniaxiale du tissu « toile PAHT + film PU contrecollé » à température cryogénique (-163°C).

Paramètres du modèle	С	<i>b</i> ₁₁₁₁	<i>b</i> ₂₂₂₂	b ₃₃₃₃	<i>b</i> ₁₁₃₃	b ₂₂₃₃	<i>b</i> ₁₁₂₂
Valeurs	220.0637	0.1077	0.0464	1.4643	0.1444	0.0133	0.0396

Tableau V.5 : Paramètres du Modèle de Fung dans le cas du tissu « toile PAHT + film PUcontrecollé » à température cryogénique (-163°C).

Tout comme à température ambiante, nous avons observé une évolution croissante du déplacement radial et longitudinal (Cf. figure V.25). De même nous avons analysé le déplacement du même point précédemment étudié, situé sur l'un des inserts à -163°C (sachant que la vessie est plongé dans l'azote liquide) et cela a également montré une augmentation du déplacement de 35.49 mm par rapport à l'état initial (Figure V.26).

L'évolution des déformations principales de la structure est montrée sur la figure V.27. L'analyse de celle-ci montre que la déformation maximale est atteinte pour une pression maximale de **2.69bars** (la pression d'éclatement à -160°C obtenue par simulation) comme le montre la figure V.28.



Figure V.25 : Evolution de l'amplitude du déplacement total observée sur la vessie à température cryogénique (-163°C).



Figure V.26 : Courbe d'évolution du déplacement d'un point situé sur l'insert droit de la vessie en fonction de la pression interne à température cryogénique (-163°C).

On constate que la pression d'éclatement à -160°C est donc supérieure à celle obtenue à température ambiante. Cela peut s'expliquer par le fait que la localisation des points sensibles (concentration de

contraintes) reste au même endroit de ce qu'on observe à température ambiante. Cette localisation est

due à l'action simultanée de la déformation radiale et de la déformation en Y.



Figure V.27 : Evolution de la déformation principale observée sur la vessie à température cryogénique (-163°C)



Figure V.28 : Courbe d'évolution des déformations principales observée sur la vessie en fonction de la pression interne de gonflement à température cryogénique (-163°C).

Le critère limite envisageable est la déformation à la rupture en uniaxiale. Le point le plus sollicité subit un chargement biaxial. Il est donc nécessaire de commenter la déformation à la rupture pour des chargement biaxiaux. En effet, sur les élastomères en général (Hamdi, 2006), l'élongation en biaxiale est inférieure à celle en uniaxiale.

Afin de confirmer les résultats obtenus par simulation, nous avons mis en place un banc d'essais cryogénique pour effectuer les essais de gonflement de la vessie à température cryogénique (-163°C). (Cf. figure V.29). Le thermocouple utilisé est une sonde de température spéciale du type PT100, pour vérifier la température à l'intérieure de vessie sachant que le régulateur de température de l'enceinte cryogénique permet de réguler la température de l'enceinte.

Pendant les essais, nous avons également observé des fuites d'air comprimé sur la vessie due aux défauts de fabrication comme nous l'avons signalé plus haut.

Pendant l'étape de dépressurisation à -160°C, on s'est rendu compte que la vessie ne se collapsait pas totalement et cela probablement à cause des fuites.



Figure V.29 : Banc d'essai de gonflement à température cryogénique (-163°C).

Pour des raisons de sécurité, nous n'avons pas été jusqu'à l'éclatement de la vessie bien que nous ayons dépassé les **2.5 bars** de pression interne.

V.3.4 Comparaison

Une analyse du comportement mécanique de la vessie sous pression a été présentée dans ce chapitre. Le gonflement de la vessie s'accompagne d'une extension de 35 mm environ. A température ambiante, la pression d'éclatement obtenue est de 1.9 bar. Cette valeur est inférieure à celle observée expérimentalement mais elle reste conforme à la modélisation qui ne tient pas compte des fuites et d'imperfection liées à l'assemblage de la structure. La modélisation représente une vessie en tissu « *toile PAHT*+ *film PU contrecollé* » avec un assemblage parfait. Ces résultats devraient représenter des références de sécurité pour un système (vessie, alimentation) complètement étanche.

A une température cryogénique de -163°C, la pression d'éclatement numérique est de 2.69 bars, sachant qu'expérimentalement elle serait à priori supérieure à 2.5 bars.

La figure V.30 et le tableau V.6 présentent un récapitulatif comparatif entre ces différents résultats.



Pression de gonflement (bars)

Figure V.30 : Evolution comparative des déformations principales max avec la pression de gonflement de la vessie à température ambiante et à -163°C.

	T° ambi	ante (25°C)	T° cryogénie	que (-163°C)
	Numérique	Expérimentale	Numérique	Expérimentale
Pression d'éclatement	1.9	2.5	2.69	> 2.5
de la vessie (en bars)				

Tableau V.6 : Comparaison entre les valeurs numérique et expérimentale de la pression d'éclatementde la vessie à température ambiante et à -163°C.

La quantification des pertes de pression due aux fuites lors des études expérimentales constitue une perspective immédiate pour cette étude. L'introduction de ces fuites dans la simulation permettra d'avoir un résultat numérique plus proche de l'expérimentale.

Afin de remédier à l'instabilité observée lors de la simulation de la dépression, le contrôle des déformations de la vessie est envisageable.

VI CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Cette étude visait à réaliser une analyse du comportement mécanique et une caractérisation des propriétés mécaniques ultimes à température cryogénique des composites et structures tissées dans le but d'une utilisation pour la conception et fabrication d'obturateur type GNL à -163°C. Plusieurs matériaux polymères textiles ont été considérés : polyesters (le PET), polymères à cristaux liquides (LCP), de type PBO (Polyphénylène Benzobisoxazole), de polyéthylène (basse et haute densité), de type fluorés (PTFE), de type aramide ainsi que des matériaux polymères (PEBD) et élastomères (polyuréthanne, silicone). L'étude se base sur une caractérisation expérimentale extensive réalisée sur différents types d'échantillons et différents matériaux.

La caractérisation mécanique initiale a concerné les propriétés mécaniques en sollicitation quasi-statique jusqu'à la rupture de ces différents matériaux polymères sous forme de fibres synthétiques qui sont composés de quelques centaines de filaments tordus pendant l'opération de filage. Par la suite une caractérisation mécanique a également été faite sur certaines structures tissées et composites réalisées par les partenaires du projet en fonction des résultats obtenus sur les fibres synthétiques précédentes. Pour finir on s'est intéressé à la modélisation du comportement mécanique des structures tissées, ce qui

VI CONCLUSION ET PERSPECTIVES

nous a permis de modéliser et simuler numériquement le comportement de l'obturateur formé des couches de structures tissées en milieu GNL.

De par l'ampleur du travail expérimental, nous nous sommes limités au comportement sous sollicitation en traction uniaxiale en direction longitudinale et transversale, à différentes températures allant de l'ambiante à -163°C. Il faut noter que l'azote liquide utilisé pour la mise température nécessite des précautions d'emploi en termes de manipulation (équipements spéciaux) mais aussi une mesure continue du taux d'oxygène dans la pièce (port d'un détecteur individuel)

Un certain nombre de difficultés ont dû être surmontées et des choix de protocoles ont dû être faits pour obtenir des résultats exploitables surtout en températures cryogéniques. En particulier, il a été nécessaire de concevoir et réaliser les dispositifs d'amarrage des fils et des tissus pour cette température de fonctionnement.

Pour les essais aux températures cryogéniques, le problème réside aussi au niveau du temps d'attente relativement long nécessaire pour la mise en température des échantillons dans l'enceinte thermique. De plus, il a été nécessaire de répéter plusieurs fois les essais pour s'assurer de la reproductibilité des résultats.

Les essais de traction qui ont été réalisés sur les fibres synthétiques, les structures textiles, les polymères et les élastomères massifs tels que le polyuréthanne, le silicone et le PEBD pour des températures allant de l'ambiante à -160°C ; mettent en évidence une rigidification et une fragilisation des matériaux.

Lors de la caractérisation des fibres textiles synthétiques, il a été constaté que certaines fibres tels que le LCP, le PBO et le PET comparées aux autres fibres testées, ne perdent pas totalement leurs propriétés mécaniques à -160°C dans l'azote liquide car leurs ténacités augmentent. Les essais effectués sur les fils tels que le Spandex bicomposant pur, l'élasthanne PU et la gomme naturelle ont également montré que ceux-ci conservent leurs déformabilités.

Afin d'obtenir des fils qui conservent des propriétés mécaniques acceptables en termes de ténacité et déformation à la rupture à cette température extrême (-160°C), certains tels que le fil élasthanne PU et le fil Spandex bicomposant sont guipés avec les fibres de hautes ténacités telles que le LCP afin de réaliser des structures tissées en capacité de répondre au cahier des charges.

VI CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Des structures textiles enduites ou contrecollées avec des films d'élastomères et/ou films polymères ont également été caractérisées pour des températures allant de l'ambiante à -160°C. Nous avons étudié l'évolution du comportement mécanique en fonction de la température. Les résultats comparatifs de toutes les structures tissées enduites caractérisées ont montré que le tissu « toile PA HT + film PU contrecollé sur les 2 faces » possède de meilleures propriétés mécaniques en termes de contraintes et déformations à la rupture à -160°C. Nous avons observé que la température a un impact négligeable sur ses propriétés mécaniques. Cela pourrait être due à la configuration particulière de tissage utilisée par les fabricants. Ce tissu toile est donc utilisé pour la conception de l'enveloppe interne appelée « vessie ». Après avoir interprété les résultats des essais partir du comportement observé sur les différentes fibres textiles guipées à très basses températures, il a été question d'analyser également le comportement mécanique des structures tissées enduites à températures cryogéniques fabriquées par les industriels présents dans le projet à partir des fibres précédentes. Les essais de caractérisation ont été réalisé à température ambiante et à -160°C sur les structures tissées telles que : gaine de contention (fil élasthanne Spandex bicomposant guipée avec LCP en trame + fil polyester PET tissé en chaine) et gaine armée + nappe tramée (fil élasthanne Spandex bicomposant en trame + fil LCP en chaine). Les résultats ont montré que ceux-ci conservent leurs propriétés mécaniques à -160°C notamment on se trouve en présence des grandes déformations et on observe également une augmentation des contraintes à rupture. Ces deux couches de structures tissées sont donc utilisées pour la conception de l'enveloppe externe de l'obturateur.

Les essais sur les polymères et élastomères massifs à -160°C ont montré une fragilisation systématique des matériaux, ce qui pose le problème de l'enduction des structures tissées. En effet, cette fragilité induit des fissures dans le revêtement et dégrade ainsi son étanchéité.

Les structures tissées sélectionnées et caractérisées ont présenté un comportement hyperélastique anisotrope. Nous avons donc choisi de modéliser ces structures avec un modèle hyperélastique déjà implémenté sur Abaqus appelé « *modèle de Fung* ». L'identification des paramètres du modèle (7 paramètres) est réalisée à partir de 2 essais de traction dans les directions privilégiées avec une hypothèse de contraintes planes. Il faut noter que cette identification n'est pas triviale et nécessite de contraindre le système de résolution pour aboutir à des valeurs exploitables. A partir de là, nous avons pu modéliser

VI CONCLUSION ET PERSPECTIVES

et simuler le comportement de l'obturateur composé des structures tissées à température ambiante et à -163°C. Ce qui nous a permis d'estimer les pressions d'éclatement de la structure. Au moment de la rédaction, des problèmes restent encore à résoudre tel que le problème d'étanchéité de

la vessie à -160°C.

Afin de compléter la caractérisation, il aurait été utile d'effectuer des analyses physico-chimiques afin de cerner davantage les mécanismes de déformation et de rupture pour chacune de ces structures tissées en fonction de la température.

Il serait également nécessaire de réaliser des essais charges décharge pour mieux appréhender la part réversible du comportement mécanique.

Cependant, dans ce travail, nous avons pu construire une solide base de données sur le comportement des fils et structures tissées (très peu existantes dans la littérature) qui pourront constituer une solide base pour de futurs travaux sur des applications cryogéniques.

ANNEXE A : SYNTHESE DES RESULTATS EXPERIMENTAUX SUR LES FIBRES SYNTHETIQUES.



1. Essais sur LCP HT

Figure A.1 : Contrainte spécifique-déformation du LCP HT (a) température ambiante, (b) $T = -20^{\circ}C$, (c) $T = -80^{\circ}C$, (d) $T = -160^{\circ}C$.



2. Essais sur le polyester PET



Figure A.2 : Contrainte spécifique-déformation du Polyester PET (a) température ambiante, (b) $T = -20^{\circ}C$, (c) $T = -80^{\circ}C$, (d) $T = -160^{\circ}C$



3. Essais sur UHMPE

Figure A.3 : Contrainte spécifique-déformation du Polyéthylène UHMPE (a) température ambiante, (b) $T = -20^{\circ}C$, (c) $T = -80^{\circ}C$, (d) $T = -160^{\circ}C$.



4. Essais sur fibre d'aramide Twaaron 1012

Figure A.4 : Contrainte spécifique-déformation de l'Aramide Twaron (a) température ambiante, (b) $T = -20^{\circ}C$, (c) $T = -80^{\circ}C$, (d) $T = -160^{\circ}C$.



5. Essais sur fibre de PBO HM


Figure A.5 : Contrainte spécifique-déformation du PBO HM (a) température ambiante, (b) T=-20°C, (c) T=-80°C, (d) T=-160°C.



6. Essais sur fibre de PTFE Lucent 1500dTex

Figure A.6 : Contrainte spécifique-déformation du PTFE Lucent (a) température ambiante, (b) $T = -20^{\circ}$ C, (c) $T = -80^{\circ}$ C, (d) $T = -160^{\circ}$ C.

ANNEXE B : RESULTATS D'ESSAIS MECANIQUES SUR LES FILS ELASTIQUES.



1. Spandex bicomposant Pure à 1560dtex

Figure B.1 : Contrainte spécifique-déformation du Spandex bicomposant Pure (a) température ambiante, (b) T= -20°C, (c) T= -80°C, (d) T= -160°C.



2. Elasthanne PU guipée avec polyamide PA à 1560dtex



Figure B.2 : Contrainte spécifique-déformation du fils élasthanne PU guipée polyamide PA (a) température ambiante, (b) T= -20°C, (c) T= -80°C, (d) T= -160°C.

3. Gomme Naturelle guipée avec polyamide PA à 1500dtex



Figure B.3 : Contrainte spécifique-déformation du fils gomme naturelle guipée polyamide PA (a) température ambiante, (b) $T = -20^{\circ}C$.

4. Elasthanne PU guipé avec fibre LCP



Figure B.4 : Forces-déformations du fils Elasthanne PU guipé LCP à température (a) ambiante ; (b)- $80^{\circ}C$; (c) -120^{\circ}C et (d) -160^{\circ}C.







Figure B.5 : Forces-déformations du fils Spandex bicomposant guipé LCP à température (a) ambiante ; (b)-80°C ; (c) -120°C et (d) -160°C.

ANNEXE C : CARACTERISATION MECANIQUE DES FILMS POLYMERES.

Sur la base de l'expertise technique d'un des partenaires du consortium, plusieurs films polymères ont été sélectionnés et testés en traction à la température ambiante, à -100°C et à -160°C.

C.1. Courbes contraintes-déformations de la caractérisation en traction uniaxiale

- Essais sur spécimen sans pli

Ici, nous présentons les résultats des essais de traction uniaxiale effectués sur des films polymères lisses, c'est-à-dire aucun défaut, sans « pli » n'est créé volontairement sur l'échantillon.

Ces films sont généralement utilisés soit comme films de protection contre la pénétration des gaz atmosphériques et de l'humidité, soit comme panneaux d'isolation sous vide pour les marchés du froid, du chaud ou pour l'isolation dans la construction des bâtiments.

Le tableau suivant présente une description de chacun des films polymères caractérisés et les réponses mécaniques obtenues à différentes températures.







Les résultats indiquent que ces films polymères présentent un comportement fragile à -160°C.

Dans la suite, nous avons également caractérisé en traction les films précédents et dans les mêmes conditions d'essais mais cette fois nous avons imposé un défaut (un pli) sur les films, dans le but de savoir si les propriétés mécaniques sont trop altérées à -160°C en comparaison avec les essais précédent.

- Essais sur spécimen avec pli

Ici les essais de traction sont réalisés sur les films précédent, mais à la seule différence que cette fois les films découpés en bandelettes sont pliés en 2 moitiés de 10mm de part et d'autre de la longueur utile. Les échantillons sont maintenus au préalable plié pendant 24h dans le but de conserver le pli et ensuite lors de l'essai le pli est retenu avec une pince à linge.

L'objectif de ces nouveaux essais est de savoir si le film polymère enrobé sur la gaine de contention pour assurer l'étanchéité altérera ses propriétés mécaniques pendant le déploiement de l'obturateur à l'intérieur du pipeline.

1. Film Mixte (PEHD + PEBD) – PLL 125



Figure C.1 : Film Mixte (PEHD + PEBD) – PLL 125 (a) ambiante; (b) $T = -100^{\circ}C$ et (c) $T = -160^{\circ}C$.



2. Film PET Métallisé CIV 8 C 90 PP



Figure C.2 : Film PET Métallisé CIV 8 C 90 PP aux températures (a) ambiante;(b) T= -100°C et (c) T= -160°C.



3. Film ALU Tissu PE – UV

Figure C.3 : Film ALU tissu PE - UV aux températures (a) $T = -100^{\circ}C$ et à (b) $T = -160^{\circ}C$.



4. Film TPE sur PET non tissés



Figure C.4 : Forces -déformation pour film TPE enduit sur PET non tissés (a) température ambiante, (b) $T = -100^{\circ}C$, (c) $T = -160^{\circ}C$.

En mettant volontairement un défaut extrême (un pli vif) sur ces différents films polymères, nous avons constaté que ceux-ci perdaient considérablement leurs propriétés mécaniques à très basses températures plus précisément à -160°C notamment leurs déformabilités pour tous mais aussi leurs résistances mécaniques pour certains ; Ils deviennent de plus en plus fragiles.

C.2. Discussions

Dans l'optique d'assurer l'étanchéité du ballon d'obturation avec la surface intérieure et/ou extérieure du pipeline, des essais mécaniques ont été effectués sur des matériaux polymères sous formes films proposés par la société LENZING PLASTICS.

Sur ces films, des plis vifs ont été appliqués sur chaque le matériau. Des essais mécaniques ont été réalisés sur des éprouvettes pliées comme présentées plus haut, le but d'avoir une idée sur le taux de dégradation des propriétés mécaniques à -160°C.

Les réponses mécaniques obtenues des essais en traction sur ces films polymères avec ou sans pli, montrent que ces films se fragilisent au fur et à mesure que la température passe de l'ambiante à -160° C. Ils perdent leur déformabilité (déformations à la rupture sont inférieures à 5% à -160° C). Et lorsqu'on applique un pli sur chacun, ils se fragilisent encore davantage (3% de déformation moyenne à la rupture à -160° C). Les propriétés de déformabilités de chacun de ces films sont dégradées d'environ 90% à -160°C par rapport à la température ambiante ; et sont davantage dégradées (environ 95%) lorsqu'on ajoute un pli sur chacun. Par conséquent aucun de ces films ne pourrait être utilisé pour assurer l'étanchéité de l'obturateur à concevoir.

ANNEXE D : MISE EN PLAN DE LA VESSIE (ENVELOPPE EXTERNE DE L'OBTURATEUR GNL)



Approuvé par : - / Officialisé par : - / En cours de réalisation à la date du 02/01/18

REFERENCES

- Abdelmohsen, H., 1991. Simulation of tensile strength of anisotropic fiber-reinforced composites at low temperature. Cryogenics 31, 399–404.
- Ahlborn, K., 1988. Fatigue behavior of carbon fiber reinforced plastic at cryogenic temperatures. Cryogenics 28, 267–272.
- Ahlborn, K., Knaak, S., 1988. Cryogenic mechanical behavior of a thick-walled carbon fiber reinforced plastic structure. Cryogenics 28, 273–277.
- Arruda, E.M., Boyce, M.C., 1993. A three-dimensional constitutive model for the large stretch behavior of rubber elastic materials. Journal of the Mechanics and Physics of Solids 41, 389–412.
- Brown, N., 1973. A theory for environmental craze yielding of polymers at low temperatures. Journal of Polymer Science: Polymer Physics Edition 11, 2099–2111.
- Brown, N., Parrish, M.F., 1972. Effect of liquid nitrogen on the tensile strength of polyethylene and polytetrafluoroethylene. Journal of Polymer Science Part B: Polymer Letters 10, 777–779.
- Bunsell, A., Hearle, J., 1974. The fatigue of synthetic polymeric fibers. Journal of applied polymer science 18, 267–291.
- Cherepanov, G., 1968. Cracks in solids. International Journal of Solids and Structures 4, 811– 831.
- Choy, C., 1977. Thermal conductivity of polymers. Polymer 18, 984–1004.
- Christoph, G., Hartwig, G., 1996. Fracture Behavior of Polymers at Cryogenic Temperatures, in: Summers, L.T. (Ed.), Advances in Cryogenic Engineering Materials. Springer US, Boston, MA, pp. 7–12.
- Demharter, A., 1998. Polyurethane rigid foam, a proven thermal insulating material for applications between+ 130 C and- 196 C. Cryogenics 38, 113–117.
- Denay, A.-G., 2012. Mécanismes et tenue mécanique long-terme de mousses polyuréthanes pures et renforcées aux températures cryogéniques, (Thèse de Doctorat). Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et Aéronautique.
- Duong, M.T., 2015. Hyperelastic Modeling and Soft-Tissue Growth Integrated with the Smoothed Finite Element Method-SFEM, (PhD Thesis). Rheinisch-Westfalian Technical University Aachen.
- Ernst, H., McCabe, D., Landes, J., 1984. Perspective on JT plots, in: Application of Fracture Mechanics to Materials and Structures. Springer, pp. 415–427.

- Evans, D., Morgan, J.T., 1991. Low temperature mechanical and thermal properties of liquid crystal polymers. Cryogenics 31, 220–222.
- Foerg, W., 2002. History of cryogenics: the epoch of the pioneers from the beginning to the year 1911. International journal of refrigeration 25, 283–292.
- Fung, Y., 1967. Elasticity of soft tissues in simple elongation. American Journal of Physiology-Legacy Content 213, 1532–1544.
- Fung, Y., Fronek, K., Patitucci, P., 1979. Pseudoelasticity of arteries and the choice of its mathematical expression. American Journal of Physiology-Heart and Circulatory Physiology 237, H620–H631.
- Fung, Y.-C., 1993. Mechanical properties and active remodeling of blood vessels, in: Biomechanics. Springer, pp. 321–391.
- Ghoreishi, S.R., Cartraud, P., Davies, P., Messager, T., 2007a. Analytical modeling of synthetic fiber ropes subjected to axial loads. Part I: A new continuum model for multilayered fibrous structures. International Journal of Solids and Structures 44, 2924–2942.
- Ghoreishi, S.R., Messager, T., Cartraud, P., Davies, P., 2007b. Validity and limitations of linear analytical models for steel wire strands under axial loading, using a 3D FE model. International Journal of Mechanical Sciences 49, 1251–1261.
- Ghosh, T., Batra, S., Barker, R., 1990. The bending behavior of plain-woven fabrics part i: A critical review. Journal of the Textile Institute 81, 245–254.
- Glass, D.E., 1998. Cryogenic mechanical properties of Gore-Tex® fabric. Cryogenics 38, 983–987.
- Goda, K., Phoenix, S.L., 1994. Reliability approach to the tensile strength of unidirectional CFRP composites by Monte-Carlo simulation in a shear-lag model. Composites science and technology 50, 457–468.
- Greensmith, H., 1963. Rupture of rubber. X. The change in stored energy on making a small cut in a test piece held in simple extension. Journal of Applied Polymer Science 7, 993–1002.
- Griffith, A.A., Eng, M., 1921. VI. The phenomena of rupture and flow in solids. Phil. Trans. R. Soc. Lond. A 221, 163–198.
- Gu, Y., 1992. Compressive properties of continuous alumina fiber/epoxy at 295 K and 77 K. Cryogenics 32, 399–402.
- Hamdi, A., 2006. Critère de rupture généralisé pour les élastomères vulcanisables et thermoplastiques, (Thèse de Doctorat). Université Sciences et Technologies de Lille1.

- Hartwig, G., 1994. Polymer Properties at Room and Cryogenic Temperatures. Springer US, Boston, MA.
- Hartwig, G., Kneifel, B., Pöhlmann, K., 1986. Fracture Properties of Polymers and Composites at Cryogenic Temperatures, in: Advances in Cryogenic Engineering Materials, Advances in Cryogenic Engineering Materials. Springer, Boston, MA, pp. 169–177.
- Herrera-Ramirez, J.-M., 2004. Les mécanismes de fatigue dans les fibres thermoplastiques (Thèse de Doctorat). Ecole des Mines de Paris.
- Hiltner, A., Baer, E., 1974. Mechanical properties of polymers at cryogenic temperatures: relationships between relaxation, yield and fracture processes. Polymer 15, 805–813.
- Holzapfel, G.A., 2006. Determination of material models for arterial walls from uniaxial extension tests and histological structure. Journal of theoretical biology 238, 290–302.
- Holzapfel, G.A., Gasser, T.C., Ogden, R.W., 2004. Comparison of a multi-layer structural model for arterial walls with a Fung-type model, and issues of material stability.Journal of biomechanical engineering 126, 264–275.
- Holzapfel, G.A., Gasser, T.C., Ogden, R.W., 2000. A new constitutive framework for arterial wall mechanics and a comparative study of material models. Journal of elasticity and the physical science of solids 61, 1–48.
- Holzapfel, G.A., Weizsäcker, H.W., 1998. Biomechanical behavior of the arterial wall and its numerical characterization. Computers in biology and medicine 28, 377–392.
- Indumathi, J., Bijwe, J., Ghosh, A., Fahim, M., Krishnaraj, N., 1999. Wear of cryo-treated engineering polymers and composites. Wear 225, 343–353.
- Islam, M.S., Melendez-Soto, E., Castellanos, A.G., Prabhakar, P., 2015. Investigation of woven composites as potential cryogenic tank materials. Cryogenics 72, 82–89.
- James, H.M., Guth, E., 1943. Theory of the elastic properties of rubber. The Journal of Chemical Physics 11, 455–481.
- Joyce, J., Ernst, H., Paris, P., 1980. Direct evaluation of J-resistance curves from load displacement records, in: Fracture Mechanics. ASTM International.
- Kalia, S., 2010. Cryogenic processing: a study of materials at low temperatures. Journal of Low Temperature Physics 158, 934–945.
- Kato, J., Lipka, A., Ramm, E., 2009. Multiphase material optimization for fiber reinforced composites with strain softening. Structural and multidisciplinary optimization 39, 63.
- Kato, J., Ramm, E., 2010. Optimization of fiber geometry for fiber reinforced composites considering damage. Finite Elements in Analysis and Design 46, 401–415.

- Kelkar, A.D., Tate, J.S., Chaphalkar, P., 2006. Performance evaluation of VARTM manufactured textile composites for the aerospace and defense applications. Materials Science and Engineering: B 132, 126–128.
- Kim, J.-M., Kim, J.-H., Ahn, J.-H., Kim, J.-D., Park, S., Park, K.H., Lee, J.-M., 2018. Synthesis of nanoparticle-enhanced polyurethane foams and evaluation of mechanical characteristics. Composites Part B: Engineering 136, 28–38.
- Kneifel, B., 1979. Fracture properties of epoxy resins at low temperatures, in: Nonmetallic Materials and Composites at Low Temperatures. Springer, pp. 123–129.
- Kumar, V., German, M., Shih, C.F., 1981. Engineering approach for elastic-plastic fracture analysis. General Electric Co., Schenectady, NY (USA). Corporate Research and Development Dept.
- Le Clerc, C., 2006. Mécanismes microstructuraux impliqués dans la fatigue des fibres thermoplastiques, (Thèse de Doctorat). Ecole des Mines de Paris.
- Leaf, G., Glaskin, A., 1955. 43—The geometry of a plain knitted loop. Journal of the Textile Institute Transactions 46, T587–T605.
- Lechat, C., 2007. Comportement mécanique de fibres et d'assemblages de fibres en polyester pour cables d'amarrage de plates-formes offshore (Thèse de Doctorat). Ecole des Mines de Paris.
- Leech, C., S Hearle, J., Overington, M., Banfield, S., 1993. Modelling tension and torque properties of fiber ropes and splices. Presented at the Third International Offshore and Polar Engineering Conference, International Society of Offshore and Polar Engineers.
- Lion, A., 1997. On the large deformation behavior of reinforced rubber at different temperatures. Journal of the Mechanics and Physics of Solids 45, 1805–1834.
- Livesey, R., Owen, J., 1964. 47—Cloth stiffness and hysteresis in bending. Journal of the Textile Institute Transactions 55, T516–T530.
- Lomov, S.V., Verpoest, I., 2010. Textile composite materials: polymer matrix composites. Encyclopedia of Aerospace Engineering.
- Lu, X., Jiang, B., 1991. Glass transition temperature and molecular parameters of polymer. Polymer 32, 471–478.
- Ma, H., Jia, Z., Lau, K., Leng, J., Hui, D., 2016. Impact properties of glass fiber/epoxy composites at cryogenic environment. Composites Part B: Engineering 92, 210–217. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.02.013
- Ogden, R., 1997. (1984). Non-linear elastic deformations. New York: John Wiley. (Republished by Mineola).

- Oh, K.P., 1979. A monte Carlo study of the strength of unidirectional fiber-reinforced composites. Journal of composite materials 13, 311–328.
- Park, S.-B., Lee, C.-S., Choi, S.-W., Kim, J.-H., Bang, C.-S., Lee, J.-M., 2016. Polymeric foams for cryogenic temperature application: Temperature range for non-recovery and brittle-fracture of microstructure. Composite Structures 136, 258–269.
- Reed, R., Golda, M., 1994. Cryogenic properties of unidirectional composites. Cryogenics 34, 909–928.
- Rice, J., Paris, P., Merkle, J., 1973. Some further results of J-integral analysis and estimates, in: Progress in Flaw Growth and Fracture Toughness Testing. ASTM International.
- Rice, J.R., 1968. A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks. Journal of applied mechanics 35, 379–386.
- Rivlin, R., 1948. Large elastic deformations of isotropic materials IV. Further developments of the general theory. Phil. Trans. R. Soc. Lond. A 241, 379–397.
- Rivlin, R., Thomas, A.G., 1953. Rupture of rubber. I. Characteristic energy for tearing. Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry 10, 291–318.
- Sankar, B.V., Marrey, R.V., 1997. Analytical method for micromechanics of textile composites. Composites Science and Technology 57, 703–713.
- Schutz, J., 1998. Properties of composite materials for cryogenic applications. Cryogenics 38, 3–12.
- Scurlock, R., 1990. A matter of degrees: a brief history of cryogenics. Cryogenics 30, 483– 500.
- Seignobos, E., 2009. Compréhension des mécanismes physiques de fatigue dans le polyamide vierge et renforcé de fibres de verre (Thèse de Doctorat). INSA Lyon.
- Sharma, S., Sutcliffe, M., 2001. Draping of woven composites over irregular surfaces. Presented at the Proceedings of the 13th international conference on composite materials (ICCM-13), Beijing, China.
- Shindo, Y., Takano, S., Narita, F., Horiguchi, K., 2006. Tensile and damage behavior of plain weave glass/epoxy composites at cryogenic temperatures. Fusion engineering and design 81, 2479–2483.
- Shindo, Y., Takeda, T., Narita, F., 2012. Mechanical response of nonwoven polyester fabric/epoxy composites at cryogenic temperatures. Cryogenics 52, 564–568.
- Smithers, G.A., Nehls, M.K., Hovater, M.A., Evans, S.W., Miller, J.S., Broughton, R.M., Beale, D., Kilinc-Balci, F., 2007. A One-Piece Lunar Regolith Bag Garage Prototype 96.

- Sparks, L., Arvidson, J., 1985. Thermal and Mechanical Properties of Polyurethane Foams at Cryogentic Temperatures. Journal of thermal insulation 8, 198–232.
- Spetz, G., 1990. Review of test methods for determination of low-temperature properties of elastomers. Polymer testing 9, 27–37.
- Stonor, R., Trickey, J., Versavel, T., 1999. The design of Deepwater moorings using fiber rope tethers. Presented at the Ninth International Offshore and Polar Engineering Conference, International Society of Offshore and Polar Engineers.
- Sumpter, J.D.G., 1974. Elastic-plastic fracture analysis and design using the finite element method. International Journal of Fracture 10, 620–621.
- Takeda, T., Narita, F., Shindo, Y., Sanada, K., 2015. Cryogenic through-thickness tensile characterization of plain-woven glass/epoxy composite laminates using cross specimens: Experimental test and finite element analysis. Composites Part B: Engineering 78, 42–49.
- Takeda, T., Shindo, Y., Narita, F., Kumagai, S., 2002. Thermoelastic analysis of cracked woven GFRP laminates at cryogenic temperatures. Cryogenics 42, 451–462.
- Thomas, A., 1955. Rupture of rubber. II. The strain concentration at an incision. Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry 18, 177–188.
- Tschegg, E., Humer, K., Weber, H.W., 1991. Mechanical properties and fracture behavior of polyimide (SINTIMID) at cryogenic temperatures. Cryogenics 31, 878–883.
- Tseng, C., Yamaguchi, M., Ohmori, T., 1997. Thermal conductivity of polyurethane foams from room temperature to 20 K. Cryogenics 37, 305–312.
- Turner, C., 1979. Methods for post-yield fracture safety assessment. Post-yield fracture mechanics 23–210.
- Van de Voorde, M., 1976. Results of physical tests on polymers at cryogenic temperatures. cryogenics 16, 296–302.
- Van Den Heuvel, C., Klop, E., 2000. Relations between spinning, molecular structure and end-use properties of polyethylene naphthalate type yarns. Polymer 41, 4249–4266.
- Vaseghi, R., 2004. A new method of termination for heavy-duty synthetic rope fibers.
- Wang, X., Zhao, J., 2001. Monte-Carlo simulation to the tensile mechanical behaviors of unidirectional composites at low temperature. Cryogenics 41, 683–691.
- Wu, H.-C., Seo, M.H., Backer, S., Mandell, J.F., 1995. Structural modeling of double-braided synthetic fiber ropes. Textile research journal 65, 619–631.
- Yamaoka, H., Miyata, K., Yano, O., 1995. Cryogenic properties of engineering plastic films. Cryogenics 35, 787–789.

- Yano, O., Yamaoka, H., 1995. Cryogenic properties of polymers. Progress in Polymer Science 20, 585–613.
- Yeoh, O.H., 1990. Characterization of elastic properties of carbon-black-filled rubber vulcanizates. Rubber chemistry and technology 63, 792–805.
- Yu, Y.H., Choi, I., Nam, S., Lee, D.G., 2014. Cryogenic characteristics of chopped glass fiber reinforced polyurethane foam. Composite Structures 107, 476–481. https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2013.08.017
- Yu, Y.H., Nam, S., Lee, D., Lee, D.G., 2015. Cryogenic impact resistance of chopped fiber reinforced polyurethane foam. Composite Structures 132, 12–19.
- Yuan, J., Xia, Y., Yang, B., 1994. A note on the Monte Carlo simulation of the tensile deformation and failure process of unidirectional composites. Composites science and technology 52, 197–204.
- Zhou, Y., Baseer, M.A., Mahfuz, H., Jeelani, S., 2006. Monte Carlo simulation on tensile failure process of unidirectional carbon fiber reinforced nano-phased epoxy. Materials Science and Engineering: A 420, 63–71.