

# Etude de la fissuration transverse sous conditions cryogéniques pour application aux réservoirs composites LH2

Myriam Kaminski<sup>1</sup>, David Clainchard<sup>2</sup>, Sarah Boukobza<sup>1</sup>, Nicolas Beaumont<sup>3</sup>,  
Chloé Mésic<sup>4</sup>, Jean-François Maire<sup>1</sup>

1 : DMAS, ONERA, Université Paris Saclay  
F-92322 Châtillon – France  
e-mail : [myriam.kaminski@onera.fr](mailto:myriam.kaminski@onera.fr)

2 : CETIM – Technocampus Composites  
Pôle Advanced materials & Components Engineering  
Chemin du Chaffault, F- 44340 Bouguenais  
e-mail : [david.clainchard@cetim.fr](mailto:david.clainchard@cetim.fr)

3 : Hexcel Composites SASU  
45, rue de la Plaine, F- 01120 Dagneux  
e-mail : [nicolas.beaumont@hexcel.com](mailto:nicolas.beaumont@hexcel.com)

4 : Zeroe Materials & Processes R&T - 1ACXNA  
Airbus Operation SAS  
316 Route de Bayonne BP D46, F- 31060 Toulouse Cedex 09  
e-mail : [chloe.mesic@airbus.com](mailto:chloe.mesic@airbus.com)

## Résumé

Dans l'optique de parvenir à la neutralité carbone d'ici 2050, l'industrie aéronautique explore le développement de réservoirs composites cryogéniques qui peuvent résister aux températures extrêmes atteignant  $-253^{\circ}\text{C}$  (20K). Un facteur clé dans la conception de ces réservoirs est leur capacité à éviter la fissuration transverse. Afin d'évaluer cette résistance à la fissuration, un protocole expérimental spécifique a été mis au point en collaboration avec Airbus, le CETIM et Hexcel faisant partie des nombreux partenaires du projet STOHYC. Ce protocole implique de tester des échantillons de composite thermodurcissable en traction d'abord à très basse température ( $-185^{\circ}\text{C}$ ), puis à mettre les échantillons sous charge à température ambiante pour observer la fissuration transverse. Ces essais ont permis d'estimer le seuil de méso-fissuration qui est un paramètre-clé pour l'usage des composites à basse température. Il permet de guider le choix des composites les plus appropriés et la définition d'un critère d'optimisation pertinent pour la conception des réservoirs cryogéniques.

## Abstract

In the aim of achieving carbon neutrality by 2050, the aerospace industry is exploring the development of cryogenic composite tanks that can withstand extreme temperatures reaching  $-253^{\circ}\text{C}$  (20K). A key factor in the design of these tanks is their ability to avoid transverse cracking. In order to assess this resistance to cracking, a specific experimental protocol has been developed with Airbus, CETIM, and Hexcel who are among the many partners of the STOHYC project. This protocol involves testing samples of thermoset composite in tension first at very low temperatures ( $-185^{\circ}\text{C}$ ), and then subjecting the samples to loading at room temperature to observe transverse cracking. These tests have made it possible to estimate the meso-cracking threshold, which is a key parameter for the use of composites at low temperatures. It helps guide the choice of the most suitable composites and the definition of a relevant optimization criterion for the design of cryogenic tanks.

**Mots Clés :** réservoir cryogénique composite, seuil de fissuration transverse, essai à basse température

**Keywords:** Composite cryogenic tank, transverse cracking threshold, low-temperature test

## 1. Introduction

L'industrie aéronautique s'est engagée à parvenir à la neutralité carbone d'ici 2050. Dans cette optique, elle explore le développement d'avions de ligne fonctionnant à l'hydrogène. Un élément essentiel de ce développement est la mise au point de systèmes de stockage cryogéniques pour l'hydrogène liquide. Actuellement, les réservoirs métalliques à double paroi représentent la technologie de référence, mais l'utilisation de réservoirs en composite pour LH2 est à l'étude pour sa capacité à alléger le poids des structures. Si on désire garder le liquide proche de sa température d'ébullition,

l'isolation thermique du réservoir doit être la meilleure possible. Le réservoir LH<sub>2</sub> comporte donc au moins deux parois, dont l'espace est rempli d'un isolant dans un vide poussé (10<sup>-4</sup> à 10<sup>-3</sup> mbar). Les principaux challenges pour la réalisation d'un réservoir composite cryogénique pour l'aéronautique sont (i) de garantir le maintien du vide afin de permettre une isolation ultra performante, (ii) une résistance de la paroi interne à une pression de l'ordre de 5 à 10 bars.

Toutefois, l'utilisation de matériaux composites soulève un défi majeur : la compatibilité thermomécanique des différents constituants (coefficients de dilatation très différents) dans des conditions de températures extrêmement basses.

L'étude du comportement mécanique des composites à température cryogénique fait l'objet d'une abondante littérature qui converge vers (i) une fragilisation des composites à très basse température, (ii) une augmentation des propriétés élastiques et des résistances (iii) une annulation des phénomènes visqueux. De nombreux travaux (Yokozeki et al., 2005), (Grogan, 2015), (Laeuffer, 2017) ont permis de caractériser et modéliser les réseaux de fissures pour prévoir la perméabilité de réservoirs composites stratifiés sans liner. Si ces études intéressent fortement les acteurs du domaine spatial, la conception double paroi du réservoir hydrogène pour le système aéronautique ne supporte pas de défauts ni de micro fuites pour ne pas perdre le vide et donc l'isolation. Le domaine aéronautique est en ce sens beaucoup plus contraignant que le domaine spatial. La plupart voire l'intégralité des travaux menés sur la fissuration des composites en conditions cryogéniques concernent un état de fissuration bien trop avancé pour le domaine aéronautique.

## **2. Sur l'importance du critère de méso-fissuration pour les applications cryogéniques aéronautiques et sur les difficultés à obtenir ces critères**

La complexité des modes de défaillance observés dans les composites constitués de plis unidirectionnels à fibres continues a conduit à une classification des mécanismes de dégradation des plis unidirectionnels (mode fibre en traction et compression, mode interfibre en traction, compression et cisaillement) qui ont servi de base à la proposition de divers critères de ruptures dans la littérature. Dans le cas d'un réservoir cryogénique en composite, le critère fibre est loin d'être atteint. Par contre, le critère interfibre (i.e. la rupture de la matrice), est lui beaucoup plus problématique de par la mise en tension transverse des plis par les dilatations contrariées et de par le chargement biaxial engendré par la pression. Dans beaucoup d'applications, ce critère n'est pas considéré comme critique car son dépassement entraîne uniquement l'apparition de fissures dans la matrice. Mais, dans le cas d'un réservoir cryogénique, le dépassement de ce critère devient réellement préoccupant car rapidement ces fissures (fissuration transverse du pli appelée également méso-fissuration) peuvent entraîner des micro-fuites inacceptables dans le fonctionnement du réservoir (perte du vide poussé).

Les différents critères (Hashin, ONERA, NASA...) sont relativement équivalents comme cela est illustré sur la Fig. 1 pour deux types de composites à température ambiante. Mais ces critères ne doivent pas être considérés comme intrinsèques au pli car il est bien connu maintenant que leurs valeurs dépendent de l'épaisseur du pli mais également de l'ordre de la séquence d'empilement (Huchette, 2005), (Briand, 2021), (Nicol, 2023).

Pour la conception d'un réservoir composite cryogénique, il est important de connaître l'évolution du critère interfibre entre la température ambiante et la température cryogénique. Par ailleurs, on peut aisément démontrer que sous l'effet d'un chargement biaxial et des fortes contraintes de dilatations opposées, tous les plis seront soumis à de fortes sollicitations de traction transverse. Si le critère de fissuration est atteint et que la propagation de la fissure dans l'épaisseur du matériau n'est pas maîtrisée, l'ensemble des plis pourraient fissurer rapidement.

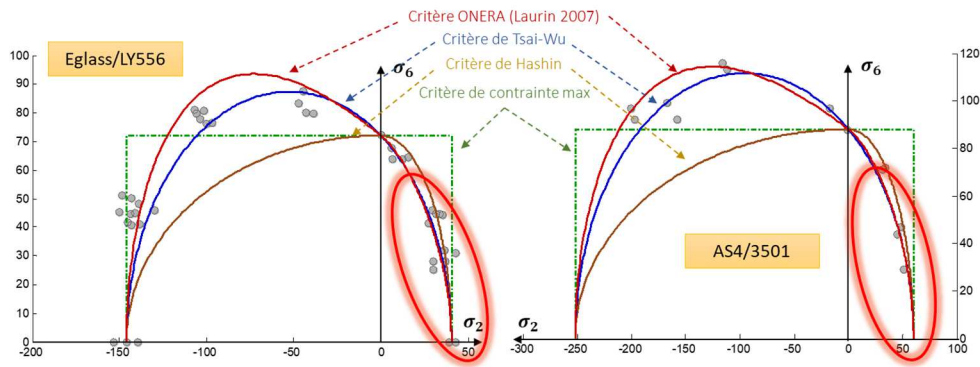


Fig. 1. Comparaison de différents critères « interfibre » sur deux composites (fibre de verre à gauche, fibre de carbone à droite) avec encadré en rouge le domaine d'intérêt pour les applications aux réservoirs cryogéniques

Cette information est difficile à obtenir à très basse température car les observations *in situ* de la fissuration sont rendues impossibles par la présence de givre. Pour toutes ces raisons, nous avons, dans le cadre du projet DGAC-STOHCY et en collaboration avec le CETIM Nantes, mis en place un protocole d'essais interrompus dans le but de déterminer le seuil de fissuration à  $-185^{\circ}\text{C}$ , température la plus basse atteignable actuellement sur les moyens expérimentaux auxquels nous avons accès.

### 3. Protocole d'essais interrompus à $-185^{\circ}\text{C}$

Le matériau étudié est un matériau thermodurcissable fourni par Hexcel. Les éprouvettes sont constituées d'un empilement hybride avec des plis de deux grammages différents que nous appellerons plis standards et plis fins dans la suite. Les essais ont été réalisés sur des éprouvettes stratifiées qui contiennent des plis standards à  $0^{\circ}$  et  $90^{\circ}$  et dans lesquelles est inséré un pli fin. L'empilement étudié est  $[0/90/0/90_2/0/90/0/90_2/0/90/0]$ , le pli fin est indiqué en gras, tous les autres plis sont des plis au grammage standard. Au final, nous pouvons distinguer trois épaisseurs de plis pour les  $90^{\circ}$  dans l'empilement que nous noterons par la suite  $90_2$ ,  $90_1$  et  $90_{\text{fin}}$ . Étant donné l'incertitude sur la fissuration du pli fin à  $-185^{\circ}\text{C}$  et notre capacité à la détecter, nous avons volontairement privilégié la détection de fissures dans les plis  $90_2$  et  $90_1$  en multipliant leur nombre. L'objectif de ce type d'essai est de déterminer le seuil de méso-fissuration en température ambiante et à basse température en fonction de l'épaisseur du pli en appliquant des niveaux croissants de déformations aux différentes éprouvettes.

La réalisation et l'analyse d'essais de traction interrompus à  $-185^{\circ}\text{C}$  ont été menés conjointement au CETIM et à l'ONERA (Fig. 2). Des essais de traction à  $-185^{\circ}\text{C}$  ont été réalisés dans l'enceinte refroidie à l'azote liquide pulvérisé disponible au laboratoire de tests composites ETIM, filiale du CETIM. Chaque éprouvette a été soumise à une déformation maximale définie au préalable. Au total, 12 essais ont été réalisés à  $-185^{\circ}\text{C}$  sur la machine ETIM.

### 4. Détermination des seuils de fissuration et des cinétiques en fonction de l'épaisseur des plis

L'analyse de la fissuration a ensuite été faite à l'ONERA puisqu'il n'est pas possible de suivre l'évolution de la densité de fissures directement au cours d'un essai à basse température. Pour ce faire, des paliers d'observations au cours desquels le déplacement de la traverse est bloqué sont réalisés afin de faire des micrographies avec un microscope optique sur la tranche de l'éprouvette comme illustré sur la Fig. 2 à droite. Les paliers d'observations sont réalisés à des niveaux de déformation inférieurs à la déformation appliquée à  $-185^{\circ}\text{C}$ . Les différentes images sont ensuite assemblées pour chaque niveau de paliers et la détection de fissures au moyen du logiciel Deepflow

est réalisée comme détaillé dans (Nicol et al., 2023). Des tomographies ont été réalisées pour vérifier si les fissures observées à la surface traversent la largeur de l'éprouvette. Leur analyse est actuellement en cours.

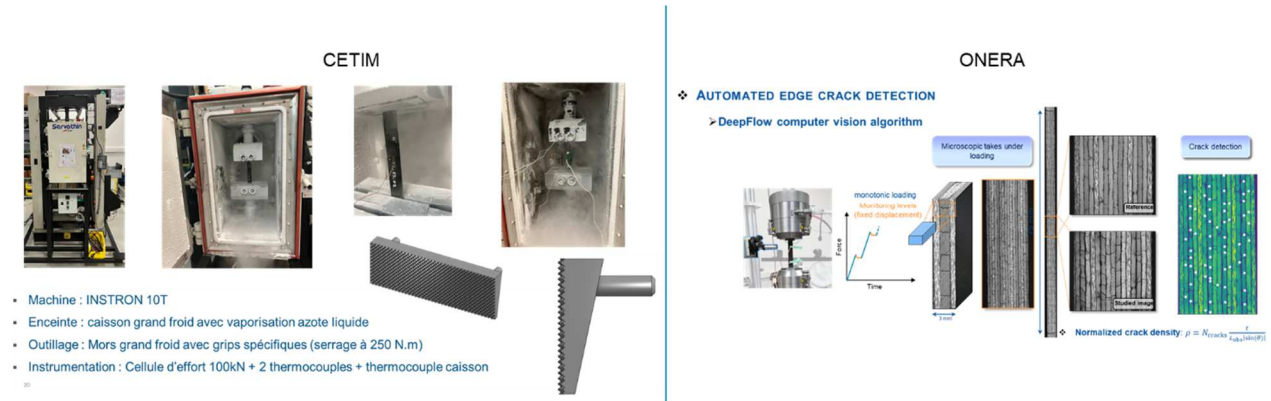


Fig. 2. Machine d'essai utilisée à ETIM (à gauche) et protocole de détection de fissures utilisé à l'ONERA (à droite)

Avant de réaliser les essais à basse température, deux essais de traction ont été réalisés à l'ONERA à température ambiante pour estimer le seuil de fissuration du pli fin dans l'empilement précédent [0/90/0/90<sub>2</sub>/0/90<sub>fin</sub>/0/90<sub>2</sub>/0/90/0]. L'évolution des densités de fissures en fonction de la déformation normalisée appliquée au stratifié est présentée à gauche sur la Fig. 3. Le seuil de fissuration des plis à 90<sub>2</sub> est 20% moins élevé que le seuil des plis 90<sub>1</sub>. Le pli fin n'a pas encore fissuré aux derniers niveaux de chargement atteints et l'éprouvette présente un endommagement très important (beaucoup de rupture de fibres sont visibles sur la tranche), laissant penser qu'elle est très proche de la rupture en mode fibre.

Les résultats en termes de densités de fissures, fonction de la déformation mécanique normalisée appliquée à basse température, sont présentés également sur la Fig. 3. La déformation de tous les essais, indépendamment de la température et l'épaisseur des plis, est normalisée par la déformation maximale vue par l'éprouvette à température ambiante. Le seuil de fissuration du pli double 90<sub>2</sub> est inférieur d'environ 33% par rapport au seuil du pli double 90<sub>2</sub> à température ambiante et le seuil de fissuration du pli simple 90<sub>1</sub> est inférieur d'environ 40% par rapport au seuil du pli simple 90<sub>1</sub> à température ambiante. Le pli fin 90<sub>fin</sub> présente un seuil de fissuration d'environ 35% supérieur à celui du pli simple 90<sub>1</sub> à basse température.

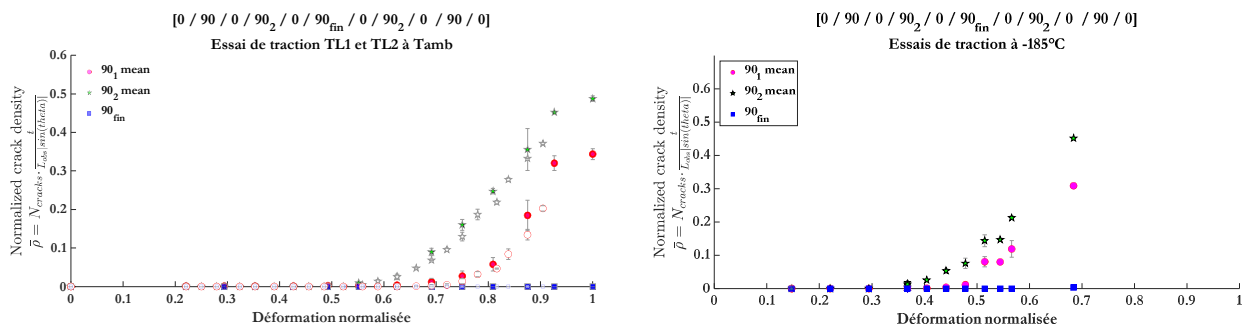


Fig. 3. Evolution des densités de fissures à température ambiante (gauche) et à -185°C (droite) dans les plis à 90° de différentes épaisseurs en fonction de la déformation normalisée appliquée sur le stratifié

## 5. Proposition d'un critère de fissuration dépendant de la température et de l'épaisseur des plis

En se basant sur les travaux de thèse de (Patti, 2023), les données expérimentales nous ont permis d'identifier le critère couplé à température ambiante et à  $-185^\circ\text{C}$  en prenant en compte les contraintes d'origine thermique comme illustré sur la Fig. 4 à gauche et droite respectivement.

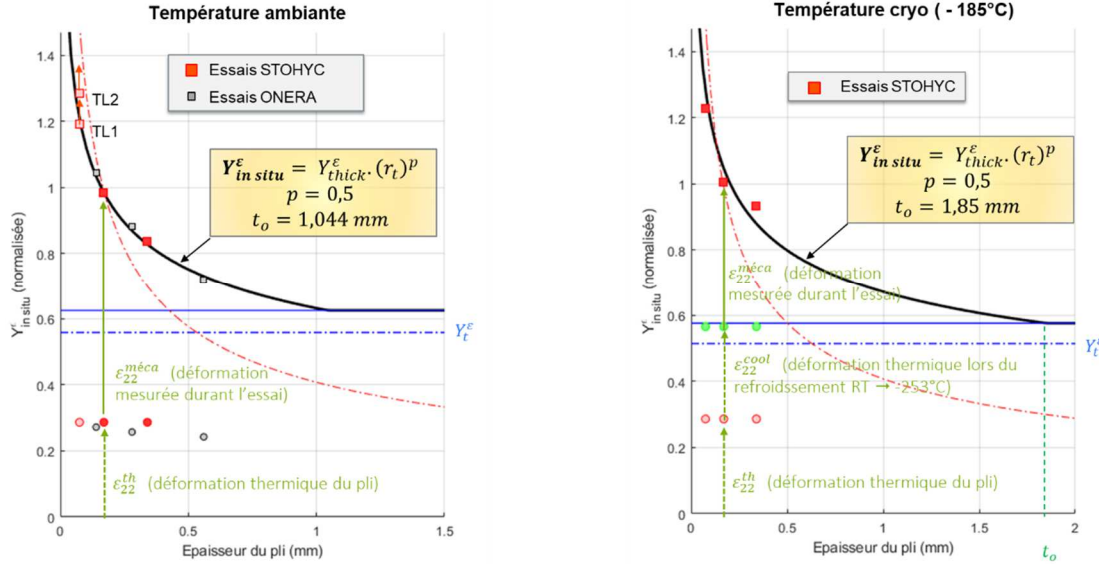


Fig. 4. Identification du critère couplé basé sur la mécanique de la rupture à température ambiante (gauche) et à  $-185^\circ\text{C}$  (droite) avec  $Y_t^{\varepsilon}$  la valeur des déformations à rupture sur plis unidirectionnels fournies par Airbus.

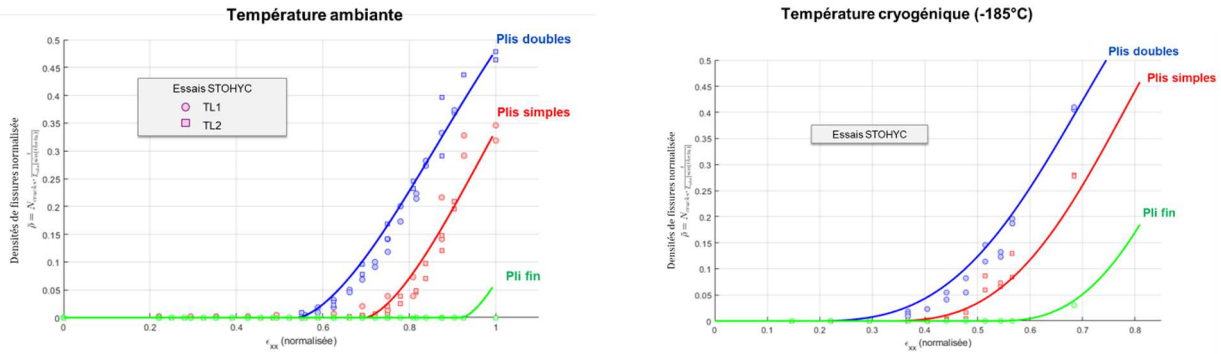


Fig. 5. Modélisation de l'évolution de la densité de fissures à température ambiante (gauche) et à  $-185^\circ\text{C}$  (droite)

L'évolution normalisée de la densité de fissures est ensuite obtenue par l'équation  $\bar{\rho} = \bar{\rho}_c \left(1 - \exp\left(-\frac{\mathcal{G} - \mathcal{G}_0(e_{pli})}{\mathcal{G}_c}\right)\right)_+$  où  $\mathcal{G}_0(e_{pli})$  est le seuil de fissuration qui dépend de l'épaisseur du pli  $e_{pli}$  et  $\bar{\rho}_c$ ,  $\mathcal{G}_c$ ,  $n$  sont des coefficients à déterminer. La force motrice de l'endommagement  $\mathcal{G}$  est définie comme  $\mathcal{G} = \frac{1}{2} E_t : \varepsilon_{22}^2$  (dans notre cas de stratifiés croisés, il n'y a pas de déformation de cisaillement) avec  $E_t$  le module transverse. La force motrice de l'endommagement est définie en dehors du cadre thermodynamique standard, ce qui signifie qu'elle ne correspond pas directement à la dérivée du potentiel thermodynamique. Cependant, l'inégalité de Clausius-Duhem est toujours vérifiée, garantissant ainsi la cohérence thermodynamique du modèle. Cette approche propose de conditionner l'amorçage de l'endommagement à  $\mathcal{G} > \mathcal{G}_0(e_{pli})$  pour un pli d'épaisseur  $e_{pli}$ . On obtient ainsi les courbes tracées sur la Fig. 5 qui sont en bon accord avec les données expérimentales.

## 6. Conclusion

Dans le domaine aéronautique, la conception de réservoirs cryogéniques performants, fiables et légers constitue un enjeu majeur. Ces systèmes de stockage doivent résister à des environnements extrêmes, notamment aux températures cryogéniques qui peuvent descendre jusqu'à 20K. Parmi les critères de sélection des matériaux composites pour cette application, le seuil de fissuration transverse représente une donnée cruciale.

Dans cette optique, un protocole expérimental a été développé afin d'étudier la fissuration transverse des composites à basse température. Ce protocole permet d'estimer le seuil de fissuration à température ambiante et aux températures cryogéniques. Un composite Carbone/Epoxy aéronautique a ainsi été caractérisé sur des éprouvettes comportant des plis de grammages différents et le critère de méso-fissuration en fonction de l'épaisseur a été déterminé.

Ces essais ont démontré la possibilité des plis fins à supporter en conditions cryogéniques des sollicitations mécaniques supérieures à 0.8% ce qui ouvre la porte à la réalisation de réservoir en composites pour le stockage LH2. D'un point de vue modélisation, les travaux réalisés concernent le critère couplé de première méso-fissuration et la modélisation de la cinétique de fissuration. Les données expérimentales nous ont permis d'identifier le critère couplé et les lois l'évolution des densités de fissures.

La méthodologie mise en place va pouvoir guider la sélection des matériaux et l'élaboration de stratégies de conception adaptées pour minimiser le risque de fissuration transverse dans les conditions de service prévues. Néanmoins des travaux supplémentaires restent nécessaires pour mieux comprendre l'influence de ces méso-fissures pour le stockage cryogénique du LH2, comme par exemple : l'influence complète de l'évolution de ces fissures sur l'étanchéité du réservoir, le rôle des défauts et des singularités de fabrication sur cette fissuration ou encore l'évolution de ces fissures durant toutes les phases de vie du réservoir (remplissages, roulage, vols, vidanges complètes, etc.).

## Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier la DGAC pour le financement du projet STOHYC (plan France-Relance) ainsi que l'ensemble des partenaires du projet pour toutes les discussions autour des réservoirs cryogéniques en composite.

## Références

- Briand, T., 2021. Caractérisation et modélisation de la relation entre l'endommagement et la perméabilité d'un composite stratifié en condition cryogénique (These de doctorat). Bordeaux.
- Grogan, D.M., 2015. Damage and permeability in linerless composite cryogenic tanks. National University of Ireland, Galway.
- Huchette, C., 2005. Analyse multiéchelle des interactions entre fissurations intralaminaires et interlaminaires dans les matériaux composites stratifiés (PhD Thesis). Université Paris VI.
- Laeuffer, H., 2017. Caractérisation et modélisation des réseaux de fissures pour la prédiction de la perméabilité des réservoirs composites stratifiés sans liner (PhD Thesis). ENSAM.
- Nicol, M., 2023. Compréhension et modélisation de l'influence de l'ordre d'empilement sur les scénarios d'endommagement dans des composites stratifiés de plis unidirectionnels (PhD Thesis). Université Paris-Saclay.
- Nicol, M., Laurin, F., Hirsekorn, M., Kaminski, M., Feld-Payet, S., Paulmier, P., Albouy, W., 2023. Automated crack detection in laminated composites by optical flow measurements. *Compos. Part B Eng.* 255, 110599. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2023.110599>
- Patti, S., 2023. From an experimental study of static and fatigue transverse matrix cracking in laminated composites towards damage prediction using an incremental model with an observable variable (These de doctorat). Université Paris-Saclay.
- Yokozeki, T., Aoki, T., Ishikawa, T., 2005. Experimental Cryogenic Gas Leakage Through Damaged Composite Laminates for Propellant Tank Application. *J. Spacecr. Rockets* 42, 363–366. <https://doi.org/10.2514/1.13955>