



# Etude de l'endommagement de structures composites à matrice thermoplastique : application aux réservoirs de stockage hyperbare de l'hydrogène = Study of damages on thermoplastic composite structures: application for hydrogen storage vessels under high pressure

Cédric Thomas, Fabien Nony, Stéphane Villalonga, Christophe Magnier,  
Philippe Mazabraud, Jacques Renard

## ► To cite this version:

Cédric Thomas, Fabien Nony, Stéphane Villalonga, Christophe Magnier, Philippe Mazabraud, et al.. Etude de l'endommagement de structures composites à matrice thermoplastique : application aux réservoirs de stockage hyperbare de l'hydrogène = Study of damages on thermoplastic composite structures: application for hydrogen storage vessels under high pressure. Philippe OLIVIER et Jacques LAMON. JNC 16, Jun 2009, Toulouse, France. AMAC, 9 p., 2009. <hal-00384460>

**HAL Id: hal-00384460**

**<https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00384460>**

Submitted on 11 Jun 2009

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

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

# Etude de l'endommagement de structures composites à matrice thermoplastique : application aux réservoirs de stockage hyperbare de l'hydrogène

## *Study of damages on thermoplastic composite structures: application for hydrogen storage vessels under high pressure*

**Cédric Thomas<sup>1</sup>, Fabien Nony<sup>1</sup>, Stéphane Villalonga<sup>1</sup>, Christophe Magnier<sup>1</sup>, Philippe Mazabraud<sup>1</sup> et Jacques Renard<sup>2</sup>**

1 : CEA, DAM, LE RIPULT  
– F - 37260 MONTS, France  
e-mail : fabien.nony@cea.fr

2 Centre des Matériaux  
Ecole des Mines de Paris – BP 87 - 91003 EVRY CEDEX  
e-mail : jacques.renard@ensmp.fr

### Résumé

Le stockage de l'hydrogène est un verrou technologique et scientifique majeur à son utilisation comme vecteur énergétique, en remplacement des sources d'énergie traditionnelles. En effet, aujourd'hui encore, aucune solution « Haute pression » ne satisfait pleinement l'ensemble des spécifications techniques et économiques des industriels. Des progrès sont donc encore nécessaires pour améliorer les performances et la durabilité des réservoirs. Depuis 1998, le CEA travaille sur le développement de réservoirs de stockage haute pression de type IV (liner polymère renforcé d'une structuration composite). L'identification des paramètres matériaux et procédé influents ainsi que des sollicitations susceptibles de modifier les performances et la durabilité des réservoirs doit être prise en compte. En ce sens, les composites à matrice thermoplastique apparaissent comme de bons candidats en terme de durabilité et sécurité (Projet Français HYPE).

Cet article présente les premiers résultats de travaux visant à développer les connaissances sur les mécanismes d'endommagement de structures composites à matrice thermoplastique (polyamide) liés à leur procédé de mise en forme (enroulement filamentaire) et leur utilisation pour le stockage hyperbare. Cette étude vise notamment à optimiser les étapes de conception numérique et de fabrication grâce à la connaissance des lois de comportement et de la durabilité du matériau. Dans un premier temps, on s'intéresse à des endommagements sous sollicitations statiques avant de s'intéresser à des sollicitations dynamiques comme l'impact.

### Abstract

Hydrogen storage is a key enabling technologic and scientific issue for its use as an energy carrier, in order to shift from traditional energy sources. Indeed, up to now, none of current technologies satisfies technological and economical requirements of industrials. Despite the performance achievements, much research and development are still needed to improve vessels performance and durability. Since 1998, CEA has been involved in the development of type IV high pressure vessel (polymeric liners reinforced by a structural composite layer).. It is essential to determine the materials and process parameters that can have an influence on the vessels performance and durability. Considering durability and safety aspects, reinforced thermoplastic matrices can be considered as relevant candidates (French Collaborative research project HYPE).

This paper reports first results from a study focusing on the development of knowledge of damage processes of thermoplastic composite structures (polyamide) in relationship with manufacturing process (filament winding) or their use for high pressure storage. Major expected outcomes are improvement of the modelling and the manufacturing thanks to the knowledge of material behaviour and durability. Firstly, damages under static load are considered and then damages under dynamic load, like impact will be studied.

**Mots Clés** : endommagement, composite, thermoplastique, réservoir haute pression, hydrogène  
**Keywords** : damage, composite, thermoplastic, high pressure vessels, hydrogen

## 1. Introduction

Parmi les différentes voies de stockage, le stockage de l'hydrogène gazeux sous forme comprimée est le plus mature. Pour concurrencer le pétrole, notamment dans le domaine du transport, il est nécessaire de généraliser le stockage à 700 bars. Le CEA a obtenu de très bons résultats sur les réservoirs de type IV constitués d'un liner polymère, pour assurer l'étanchéité, relié à des connecteurs métalliques et renforcé par une structure composite fibre de carbone matrice organique [1]. Maintenir l'hydrogène à cette pression demande un effort mécanique important, qui s'exerce sur la couche composite. Cette dernière est dimensionnée pour résister à une certaine pression maximum (1645 bar) et un nombre de cycles de remplissage, qui varie suivant l'application (15 000 pour les applications véhicules et jusqu'à 100 000 cycles pour les couplages aux énergies intermittentes). Ce dimensionnement est effectué en considérant les propriétés mécaniques initiales, mais la durabilité reste méconnue et par conséquent non prise en compte. L'étude de l'endommagement des matériaux composites permet de connaître l'évolution de leurs propriétés et de déterminer leurs valeurs à long terme. Le dimensionnement, en tenant compte de ces dernières, offrira de meilleures garanties en termes de sécurité et de sûreté.

Inscrit dans cet objectif, cet article porte sur l'endommagement de structures composites fibres de carbone à matrice polyamide. Les composites à matrice thermoplastique occupent une place de plus en plus importante dans divers secteurs comme l'aéronautique. Ils présentent en effet de nombreux avantages comme une grande résistance à l'endommagement, un recyclage plus facile, des capacités de soudage et des durées de mise en forme plus faibles en l'absence d'étape de réticulation coûteuse en termes de temps et d'énergie [2]. Ces composites se présentent comme de bons candidats pour assurer une sécurité accrue des réservoirs de stockage.

Le renfort composite est déposé par enroulement filamentaire, procédé souvent employé pour les réservoirs de stockage. Cette technique, initialement dédiée aux composites à matrice thermodurcissable, peut également s'appliquer aux composites à matrice thermoplastique. La principale difficulté réside dans la rigidité de la nappe et la nécessité de la chauffer de manière contrôlée pour l'assouplir, faire fondre la matrice et permettre une consolidation optimale sur le mandrin.

L'étude s'effectue suivant deux axes. Le premier porte sur l'étude de l'endommagement des matériaux composites fibres de carbone à matrice polyamide réalisée sur des stratifiés mis en forme par thermo compression. Dans un premier temps, deux types d'endommagement, la fissuration transverse et l'endommagement par impact, sont étudiés. En parallèle, des échantillons sous forme de tube et d'anneaux sont réalisés par enroulement filamentaire, pour développer le procédé.

La finalité de cette étude est, à travers la compréhension du comportement du matériau de proposer et d'évaluer des concepts pour améliorer la conception et la mise en forme de la couche composite structurante.

## 2. Aspect expérimental

L'étude est faite en parallèle sur deux types d'échantillons : des stratifiés plans réalisés par thermo compression et des échantillons sous forme d'anneaux et tubes, réalisés par enroulement filamentaire.

### 2.1 Matériau support de l'étude

Le matériau support de l'étude est un tissu unidirectionnel constitué de fibres de carbone imprégnées par une résine Polyamide 12 (Carbostamp PA 12, Soficar) semi cristalline. Les fibres de carbone sont de type Toray T 700 (Tab. 1). Le taux volumique de fibres est d'environ 50%. L'imprégnation est réalisée par pultrusion en voie fondue.

Résistance en traction (MPa)	Module en traction (GPa)	Allongement (%)	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	Diamètre (µm)
4900	230	2.1	1.80	7

Tab. 1. Caractéristiques des fibres de carbone Toray T700

Des analyses thermiques ont été réalisées par calorimétrie différentielle (DSC) sur un appareil Q200 de TA instrument, afin de déterminer la température de fusion et le taux de cristallinité de la matrice. La fusion de la phase cristalline peut être en effet identifiée grâce au pic endothermique lors d'une montée en température (vitesse de 10°C/min, de 50 à 300°C, Fi g. 1).

L'enthalpie spécifique de fusion est déterminée à partir de l'aire du pic. Connaissant cette valeur, on peut déduire le taux de cristallinité, qui représente la fraction massique de phase cristalline (eq. 1).

$$X_C = \frac{\Delta H_{fus}}{\Delta H_{fus}^0} \quad (\text{eq. 1})$$

$\Delta H_{fus}$  : Enthalpie spécifique de fusion mesurée

$\Delta H_{fus}^0$  : Enthalpie spécifique de fusion d'un cristal parfait de polyamide à son point de fusion, 95 kJ/Kg

La température de fusion est de 175°C et le taux de cristallinité de 55%. La connaissance de ces paramètres est importante en vue du procédé de mise en forme.

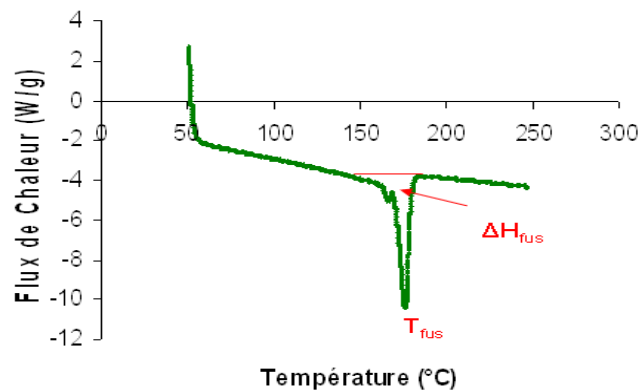


Fig. 1. Pic endothermique de fusion pour le PA 12 obtenu par DSC.

## 2.2 Etude expérimentale sur échantillons stratifiés plans

### 2.2.1 Procédé de mise en forme des échantillons

Les échantillons sont mis en forme en plaques (400x400 mm<sup>2</sup>) par thermo compression en utilisant une presse deux plateaux 1000 kN [3]. Les plis superposés sont introduits dans le moule, et l'ensemble est mis en chauffe entre les deux plateaux jusqu'à 210°C à une vitesse de 5°C/min. Une fois en température, les plis sont mis sous pression (5 bars). Après un palier de dix minutes à cette température, les plis sont refroidis jusqu'à température ambiante tout en maintenant sous pression. Enfin le stratifié consolidé est extrait.

### 2.2.2 Méthodes de caractérisation

La densité et la porosité ouverte des échantillons sont déterminées par pesée hydrostatique. Chaque échantillon est pesé dans l'air et dans un liquide d'une certaine densité (l'eau dans le cadre de notre étude), et la densité est évaluée en utilisant le calcul suivant (eq. 2). La porosité ouverte est également déterminée (eq. 3).

$$d_{app} = \frac{M_s \cdot D_l}{(M_h - \mu)} \quad (\text{eq. 2})$$

$$p_0 = \frac{M_h - M_s}{M_h - \mu} \quad (\text{eq. 3})$$

$M_h$  : Masse humide

$\mu$  : Masse de l'échantillon immergé dans l'eau

$M_s$  : Masse sèche

$D_l$  : Densité de l'eau dans les conditions de mesure

Les propriétés mécaniques en traction sont déterminées en réalisant des essais conformément à la norme NF ISO 527-5 [4] à une vitesse de déformation de 1 mm/min. Des éprouvettes de type B (250x25x2 mm<sup>3</sup>) sont testées avec les renforts en orientation longitudinale et transverse (cinq éprouvettes par

orientation). La contrainte à la rupture, la déformation à la rupture et le module d'élasticité sont mesurés. Les essais sont réalisés avec une machine 150 kN de Instron.

Les propriétés en flexion (flexion trois points) sont également étudiées, conformément à la norme NF ISO 14 125, sur des éprouvettes avec renforts longitudinaux ( $100 \times 15 \times 1.7 \text{ mm}^3$ ). Ces essais sont réalisés sur le même appareil Instron avec une cellule de force de 150 kN et une vitesse de 1 mm/min. La contrainte normale en flexion et la contrainte de cisaillement inter laminaire sont déterminées.

Enfin des essais rhéologiques sont réalisés en torsion rectangulaire avec un rhéomètre dynamique de type ARES (TA instrument). Des balayages en déformation et en température sont réalisés sur des éprouvettes parallélépipédiques ( $50 \times 5 \times 1.6 \text{ mm}^3$ ) avec renforts longitudinaux. Outre les propriétés viscoélastiques dynamiques, ces essais permettent de visualiser les transitions thermiques de la matrice du matériau (température de transition vitreuse  $T_g$ ). Le balayage en déformation est effectué de 0.0001 à 2% à différentes températures (0, 20, 40, 60, 100 et 200°C) à une fréquence de 1 rad/s. Le balayage en température est quant à lui effectué de 0 à 200°C à une vitesse de 10°C/min, sous une déformation de 1 % et pour une fréquence de 1 rad/s.

### 2.2.3 Etude de l'endommagement sous sollicitations statiques

L'endommagement par fissuration transverse est un mode d'endommagement qui se rencontre dans les stratifiés où existent des orientations « faibles » (30 ou 80°) encadrées par des raidisseurs (0 ou 10°). Lors d'une sollicitation mécanique comme la traction longitudinale suivant la direction des raidisseurs, des fissures apparaissent dans les couches d'orientations faibles. La fissuration est suivie par différents moyens (émission acoustique, analyse optique, RX après infiltration des fissures par un opacifiant).

Dans le cadre de notre étude, la fissuration transverse est suivie grâce à des essais de traction charge/décharge avec des paliers de chargement sur des éprouvettes parallélépipédiques prélevées dans un stratifié [0<sub>2</sub>, 90<sub>4</sub>, 0<sub>2</sub>]. L'évolution de la densité de fissures sera observée à l'aide d'une caméra munie d'un microscope optique à faible grossissement.

### 2.2.4 Etude de l'endommagement sous sollicitations dynamiques (impact)

En parallèle des analyses sous sollicitations statiques qui n'occasionnent qu'une faible dégradation du matériau, des sollicitations dynamiques à haute vitesse, comme l'impact, sont également étudiées. Ce type de sollicitations peut être très pénalisant pour l'intégrité de la structure.

Des essais d'impact à masse tombante sont donc réalisés sur des échantillons stratifiés de 15 plis renforcés unidirectionnellement ( $90 \times 90 \times 4 \text{ mm}^3$ ) avec une machine Instron Dynatup 9250 HV [6].

La masse de l'impacteur est de 6.5 kg, son diamètre de 10 mm et la vitesse de chute de 4.4 m/s.

Lors de la chute de l'impacteur, l'échantillon est déformé et perforé, les évolutions de différentes grandeurs sont suivies : la charge, l'énergie de dissipation, la vitesse de l'impacteur et la déflexion.

## 2.3 Etude expérimentale sur anneaux et tubes réalisés par enroulement filamentaire

### 2.3.1 Procédé de mise en forme des échantillons

L'enroulement filamentaire est une technique initialement dédiée aux composites à matrices thermodurcissables. Fréquemment utilisée pour la fabrication de tubes et de réservoirs, elle consiste à enrouler une nappe autour d'un mandrin en rotation, avec un certain angle par rapport à l'axe longitudinal. L'objectif est de recouvrir le mandrin avec une épaisseur constante en composite.

Ce procédé peut également être transposé aux composites à matrices thermoplastiques, qui présentent de nombreux avantages, comme l'absence d'étape de polymérisation et réticulation. Cependant, les pré imprégnés thermoplastiques ont une très grande rigidité à froid, d'où la nécessité d'utiliser un système de chauffage contrôlable. Il existe différentes techniques de chauffage (gaz chaud, infrarouge, laser, ultrasons, induction, microondes). La plupart des systèmes comportent deux étapes, un préchauffage juste en-dessous de la température de fusion et un chauffage juste avant le contact avec le mandrin [7]. L'apport d'un galet presseur est nécessaire afin de compacter les couches entre elles, pour favoriser le transfert matriciel et ainsi l'adhésion. De nombreux paramètres peuvent influencer sur la structure et les propriétés des pièces [8, 9, 10]. La température de chauffage doit être suffisamment élevée pour assurer une viscosité optimale pour favoriser le transfert matriciel en prenant soin d'éviter toute dégradation thermique ou oxydation. La pression exercée au niveau de la dépose doit être suffisamment élevée pour assurer le compactage, tout en évitant de dégrader les fibres. La vitesse de rotation du mandrin ne doit pas être trop élevée pour éviter la dégradation des fibres et réduire l'efficacité du compactage. La tension exercée sur la nappe en sortie de dévidoir a également une influence.

Dans cette étude, des échantillons sous forme d'anneaux (1.5 mm d'épaisseur) sont réalisés sur un support cylindrique en aluminium de 150 mm de diamètre en rotation autour d'un axe fixe (3 m/min) (Fig. 2). La nappe est mise sous tension à la sortie du dévidoir par freinage magnétique (couple maximum de 4.5

N.m). Le système de chauffage se fait en deux étapes : un préchauffage dans un tunnel, où on insuffle de l'air chaud et un chauffage au niveau du contact, également par air chaud. Une pression est exercée pour favoriser le compactage (7 kg).

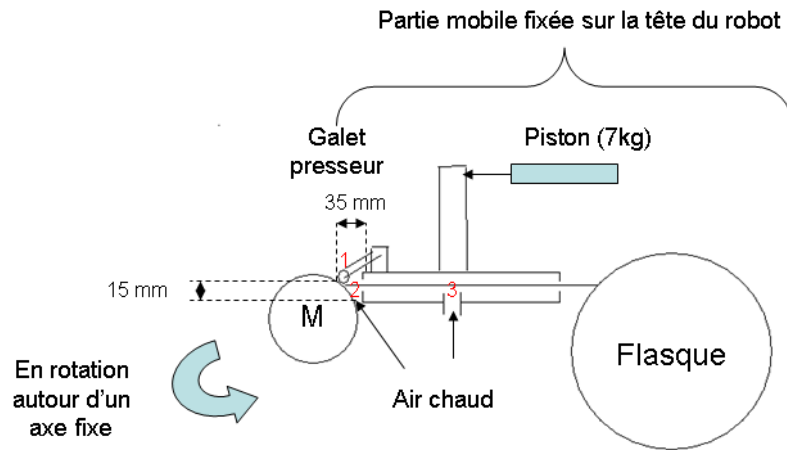


Fig. 2. Procédé de mise en forme d'anneaux par enroulement filamentaire.

### 2.3.2 Méthodes de caractérisation

La caractérisation en traction est réalisée suivant la norme ASTM D 2290 (Fig. 3) [11], permettant une évaluation mécanique simple de pièces tubulaires réalisées par enroulement filamentaire. Cet essai est facile à réaliser, mais la distribution de contrainte est inhomogène le long du périmètre de l'anneau. Le champ de contrainte est particulièrement élevé au niveau de la plus faible surface. Pour cette raison, seules de faibles épaisseurs peuvent être testées. Cette technique ne peut donc pas permettre une détermination du module. Ces essais sont réalisés sur une machine Instron 150 kN à une vitesse allant de 2.54 à 12.7 mm/min.



Fig. 3. Dispositif d'essai de traction sur anneaux.

La contrainte maximum est calculée à partir de la charge maximum et des aires des sections réduites (eq. 4).

$$\sigma = \frac{F_{\max}}{e_1 l_1 + e_2 l_2} \quad (\text{eq. 4})$$

$e$  : Épaisseur au niveau de l'aire réduite (mm)       $l$  : largeur de l'aire réduite (mm)

## 3. Résultats et Discussions

### 3.1 Etude sur échantillons stratifiés plans

### 3.1.1 Densité et porosités des échantillons d'étude

Les mesures de densité réalisées par pesée hydrostatique, révèlent une bonne homogénéité de cette dernière, et de faibles taux de porosité ouverte (Tab. 2). Le cycle de mise en œuvre des échantillons donne des résultats satisfaisant au regard de la structure.

Echantillon	Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )	Porosité ouverte (%)
1	1.416	0.34
2	1.416	1.02
3	1.417	0.48
4	1.432	0.13
<b>Moyenne</b>	<b>1.420</b>	<b>0.49</b>

Tab. 2. Densité et porosité mesurées par pesée hydrostatique

### 3.1.2 Propriétés mécaniques en traction et flexion

Les propriétés mécaniques en traction et flexion ont les valeurs suivantes (Tab. 3).

<b>Contrainte maximum en traction longitudinale (MPa)</b>	2200
<b>Module d'élasticité en traction longitudinale (GPa)</b>	150
<b>Contrainte maximum en traction transverse (MPa)</b>	36
<b>Module d'élasticité en traction transverse (GPa)</b>	5.4
<b>Coefficient de poisson</b>	0.32
<b>Contrainte normale en flexion (MPa)</b>	857
<b>Contrainte de cisaillement interlaminaire (MPa)</b>	9.55

Tab. 3. Propriétés mécaniques en traction et flexion trois pannes

### 3.1.3 Propriétés thermomécaniques

Les évolutions de trois grandeurs sont suivies au cours des essais de torsion en rhéologie dynamique. Il s'agit du module d'élasticité  $G'$ , du module visqueux  $G''$  et  $\tan \delta$ , le rapport de  $G''$  sur  $G'$ . Cette dernière grandeur, appelée facteur d'amortissement, traduit le pouvoir de dissipation du matériau.

Le balayage en déformation à température et fréquence fixées permet de déterminer le domaine de linéarité, c'est-à-dire la plage de déformation pour laquelle on a une réponse linéaire de  $G'$  et  $G''$  (réponse linéaire entre cisaillement et viscosité). Il faut ensuite travailler dans ce domaine pour les balayages en température, car la caractérisation est alors indépendante de l'amplitude maximum de la déformation. Quelle que soit la température d'essai, le domaine de linéarité du matériau s'étend de  $10^{-3}$  à 1 % en déformation (Fig. 4).

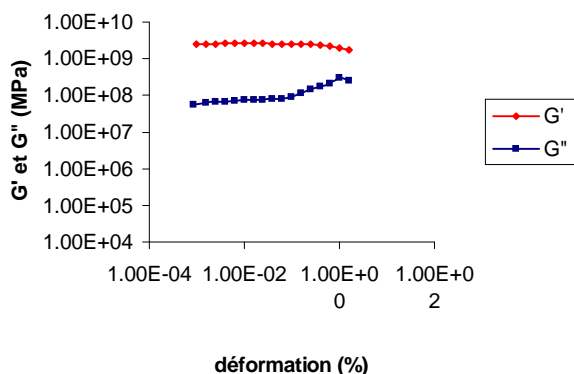
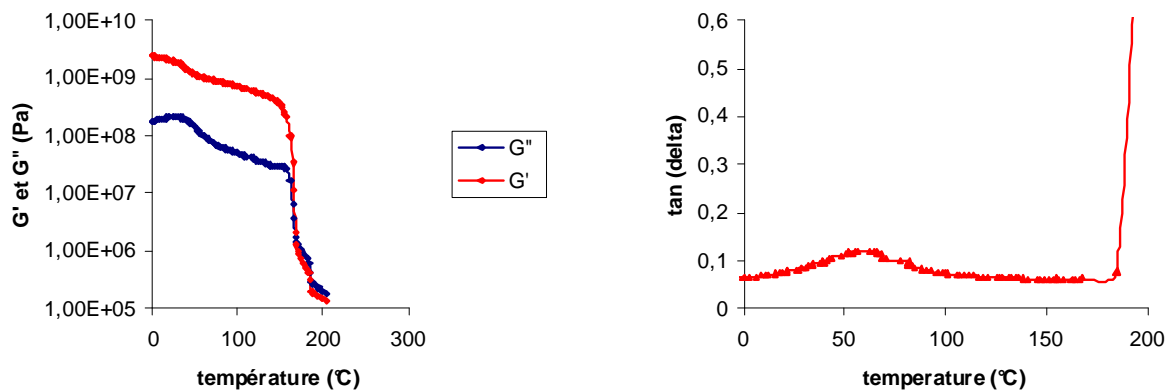


Fig. 4. Détermination du domaine linéaire par balayage en déformation.

Les essais de balayage en température (de 0 à 200°C à 10°C/min avec une fréquence de 1 rad/s et une déformation de 1%) montrent les résultats suivants (Fig. 5). Le module élastique  $G'$  diminue progressivement jusqu'à une température proche de 175°C, qui marque le début d'une chute brutale associée à la fusion de la matrice. Le module visqueux  $G''$  présente un maximum à 47°C, correspondant à la température de transition vitreuse,  $T_g$ , de la matrice. Il diminue ensuite progressivement puis brutalement



après la fusion. La température de fusion est visible grâce à la présence des renforts continus fibre de carbone. La courbe de  $\tan \delta$  présente également un maximum pour la température de transition vitreuse.



(a)

(b)

Fig. 5. Evolution du module d'élasticité (a), du module d'élasticité (a) et du coefficient de dissipation (b) en balayage en température (de 0 à 200°C, 10°C/min).

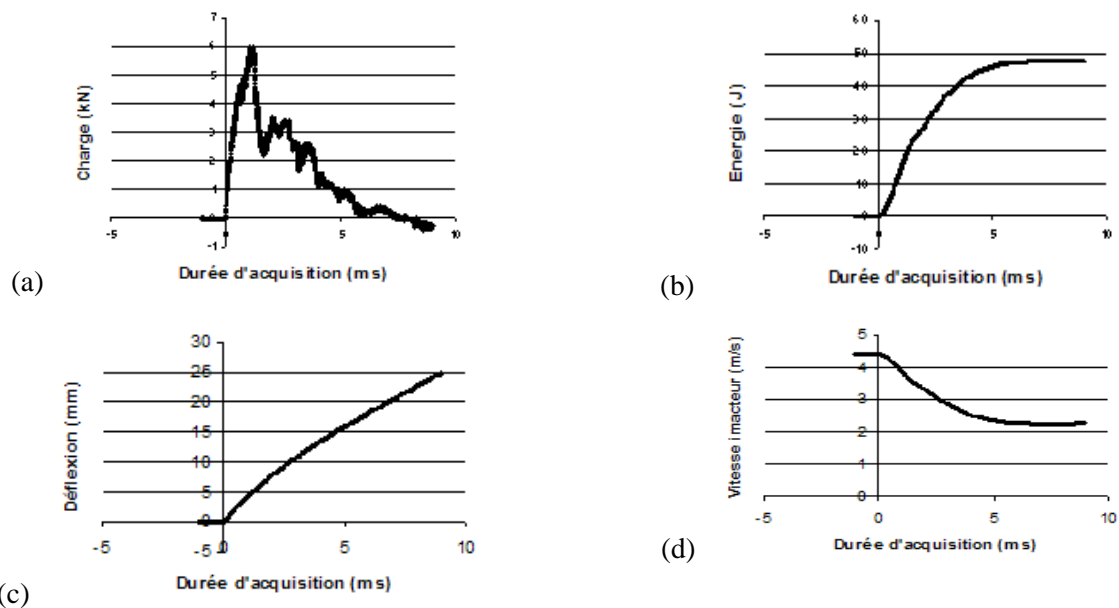
### 3.1.4 Etude de l'endommagement de stratifiés plan

L'étude de l'endommagement par fissuration transverse sous sollicitation statique n'a pas encore été abordée. En revanche, des premiers essais d'impact à grande vitesse ont été réalisés. Lors de ces derniers, l'impacteur passe au travers de la plaque. La dégradation se situe principalement dans le sens des fibres qui, soumises à un effort en traction, rompent (Fig. 6).



Fig. 6. Echantillons avant et après impact.

A l'aide de différents capteurs, on peut suivre l'évolution de la charge, de l'énergie de dissipation, de la vitesse de l'impacteur et de la déflexion. (Fig. 7).



(a)

(b)

(c)

(d)

Fig. 7. Evolution de la charge (a), de l'énergie de dissipation (b), de la déflexion (c) et de la vitesse de l'impacteur (d).

Dans le cadre de cette étude, le mode d'endommagement par impact est celui d'une masse tombante, qui frappe et passe à travers un échantillon, fixé sur un support pneumatique. L'impacteur entre en contact avec la surface de l'échantillon en la déformant. Son énergie (énergie cinétique) est absorbée par l'échantillon sous forme d'énergie de déformation élastique jusqu'à ce que la charge atteigne une valeur maximum. Ensuite, le processus de fissuration est initié. En effet, la mise sous tension de la surface la plus éloignée de la zone d'impact peut provoquer l'apparition de fissures dans la matrice, de délaminations et de ruptures de fibres. L'énergie de déformation élastique est répartie entre l'énergie des fissures et l'énergie cinétique donnée aux débris de l'échantillon. L'impacteur continue de pénétrer dans l'échantillon, tout en perdant de la vitesse. Lors de sa progression, il rassemble des débris autour de lui, ce qui augmente sa contribution à l'endommagement. Après l'essai, le composite présente une matrice fissurée avec des fibres rompues. La charge peut être associée à la résistance du matériau composite et celle-ci diminue, lorsque le processus d'endommagement commence.

### 3.2 Etude sur anneaux réalisés par enroulement filamentaire

Seules les propriétés en traction ont été étudiées. Lors des essais, la rupture se produit au niveau des surfaces les plus réduites. Les fibres rompent et les anneaux se fragmentent parallèlement aux fibres (Fig. 8).



Fig. 8. Anneaux pour essais de traction avant et après rupture.

La contrainte maximale calculée grâce à l'équation 4 donne des valeurs comparables à celles obtenues avec des éprouvettes renforcées longitudinalement si l'on tient compte de la courbure, du procédé et des limites de l'essai (inhomogénéité des contraintes) (Tab. 4).

Echantillons	Contrainte maximale (MPa)
1	1320
2	1530
3	1410
<b>Moyenne</b>	<b>1420</b>

Tab. 4. Propriétés mécaniques en traction des anneaux réalisés par enroulement filamentaire

## 4. Conclusions et perspectives

Dans cet article, nous avons décrit l'approche de l'étude de l'endommagement de structures composites fibres de carbone / matrice polyamide 12 sous sollicitations statiques et dynamiques. Les apports de cette étude seront mis à profit pour le développement du procédé de mise en forme par enroulement filamentaire de la couche structurante des réservoirs de stockage sous haute pression, à partir de ce matériau. Dans un premier temps, les propriétés mécaniques et thermomécaniques ont été observées sur des échantillons plans renforcés uni directionnellement. Des essais de sollicitation dynamique (impact de masse tombante à grande vitesse) ont été également réalisés. Enfin, des premières mises en forme d'échantillons par enroulement filamentaire ont été effectuées.

Il apparaît judicieux d'étudier l'endommagement sous sollicitations statiques, qui peut être à l'origine de défauts similaires (fissuration dans le pli, délaminage ou rupture de fibres) sans avoir d'incidences trop importantes pour l'intégrité de la structure. Ainsi, l'étude de l'endommagement sous sollicitations dynamiques pourra être abordée de manière plus constructive.

Par ailleurs, l'influence des sollicitations environnementales (vieillessement hydrique ou thermique et exposition au feu) sur les propriétés mécaniques et le processus d'endommagement peut être également étudiée.

Enfin, l'influence des contraintes résiduelles, apparaissant au cours du refroidissement lors du procédé de mise en forme, peut également être prise en compte. Ces dernières, dues à des gradients de températures ou des gradients de densité (cas des matrices semi cristallines comme le polyamide 12 de cette étude) peuvent être à l'origine de défauts fragilisant la structure [12, 13, 14].

Les résultats de ces études seront comparés à ceux obtenus avec des composites à matrice thermodurcissable pour évaluer l'apport des composites à matrice thermoplastique.

## 5. Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier la société MF Tech pour leur soutien dans le développement des procédés de mise en forme par enroulement filamentaire, l'ensemble des partenaires du projet Hype, notamment SOFICAR et le Pôle d'Ingénierie des Matériaux Macromoléculaires de l'Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers, ainsi que l'ANR PANH pour son soutien financier (ANR PANH HYPE).

## Références

- [1] F. Nony, P. Mazabraud, S. Villalonga et al, « Type IV 700 bar-vessel for compressed gaseous hydrogen storage: material research and performance achievements ». *17th World Hydrogen Energy Conference*, Brisbane, Australia, 15-19 June 2008.
- [2] W.J. Tomlimson, J.R. Holland, « Advantages of pultruding thermoplastics ». *Reinforced Plastics*, Vol 37, Issue 10, pp. 46-49, 1993.
- [3] P. McDonnell, K.P. Mc Garvey, *et al.*, « Processing and mechanical properties evaluation of a commingled carbon-fibre/PA-12 composite ». *Composites: Part A*, Vol. 32, pp.925-932, 2001.
- [4] NF EN ISO 527-5, « Détermination des propriétés en traction, conditions d'essai pour les composites plastiques renforcés de fibres unidirectionnelles », juillet 1997.
- [5] NF EN ISO 14125, « Composites plastiques renforcés de fibres-Détermination des propriétés de flexion », janvier 1998
- [6] J.P. Dear, S.A. Brown, « Impact damage processes in reinforced polymeric materials ». *Composites: Part A*, Vol. 34, pp.411-420, 2003.
- [7] J.A.H.M. Buijs, P.J. Nederveen, « A study of consolidation in filament winding with thermoplastic prepregs ». *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, Vol. 5, pp.276-286, 1992.
- [8] F. Henninger, K. Friedrich, « Thermoplastic filament winding with online impregnation. Part A: process technology and operating efficiency ». *Composites: Part A*, Vol. 33, pp.1479-1486, 2002.
- [9] F. Henninger, K. Friedrich, J. Hoffmann, « Thermoplastic filament winding with online impregnation. Part B: Experimental study of processing parameters ». *Composites: Part A*, Vol. 33, pp.1677-1688, 2002
- [10] B. Lauke, A. Schöne, K. Friedrich, « High performance thermoplastic composites fabricated by filament winding ». *Proceedings of International Conference on Advanced Composites*, Wollongong, Australia, 1993.
- [11] Standard ASTM D 2290, « Standard Test Method for Apparent Hoop Tensile Strength of Plastic or Reinforced Plastic Pipe by Split Disk Method », janvier 2004.
- [12] P.P. Parlevliet, H.E.N. Bersee, A. Beukers, « Residual stresses in thermoplastic composites-A study of litterature-Part I: Formation of residual stresses ». *Composites: Part A*, Vol. 37, pp.1847-1857, 2006.
- [13] P.P. Parlevliet, H.E.N. Bersee, A. Beukers, « Residual stresses in thermoplastic composites-A study of litterature-Part II: Experimental techniques ». *Composites: Part A*, Vol. 38, pp.651-665, 2007.
- [14] P.P. Parlevliet, H.E.N. Bersee, A. Beukers, « Residual stresses in thermoplastic composites-A study of litterature-Part III: Effects of thermal residual stresses ». *Composites: Part A*, Vol. 38, pp.1581-1596, 2007.