



HAL
open science

Étude de l'endommagement de structures céramiques "nid d'abeilles" sous sollicitations thermomécaniques : application à la régénération des filtres à particules

Arnaud Beurotte

► **To cite this version:**

Arnaud Beurotte. Étude de l'endommagement de structures céramiques "nid d'abeilles" sous sollicitations thermomécaniques : application à la régénération des filtres à particules. Matériaux. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011. Français. NNT : 2011ENMP0063 . pastel-00677124

HAL Id: pastel-00677124

<https://pastel.hal.science/pastel-00677124>

Submitted on 7 Mar 2012

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

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

École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité “ Sciences et génie des matériaux ”

présentée et soutenue publiquement par

Arnaud BEURROTTE

le 9 décembre 2011

**Etude de l'endommagement de structures céramiques « nid d'abeilles »
sous sollicitations thermomécaniques : application à la régénération des
filtres à particules**

Directeur de thèse : **Michel BOUSSUGE**

Co-encadrement de la thèse : **Laurent JEANFAIVRE**

Jury

M. Jean DENAPE, Professeur, ENIT

M. Alain GASSER, Professeur, Polytech'Orléans

M. David SMITH, Professeur, ENSCI

Mme Marianne BALAT-PICHELIN, Directrice de recherche, PROMES-CNRS

M. Benoît DELATTRE, Docteur, PSA Peugeot-Citroën

M. Michel BOUSSUGE, Maître de recherches, MINES ParisTech

M. Laurent JEANFAIVRE, Docteur, MINES ParisTech

Président
Rapporteur
Rapporteur
Examinatrice
Examineur
Examineur
Examineur

**T
H
È
S
E**

REMERCIEMENTS

Ce travail de thèse a été réalisé au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris, dans le groupe CHT (Comportement des matériaux à haute température) d'octobre 2007 à mars 2011, et fait partie d'un projet ANR Véhicules et Transports Terrestres, DuraFAP, en partenariat avec PSA Peugeot-Citroën, Faurecia, Saint-Gobain CREE et le laboratoire Crismat de l'Ensicaen.

Mes remerciements s'adressent tout d'abord à MM. Alain Gasser et David Smith pour avoir accepté la charge de rapporter sur mes travaux, ainsi qu'à M. Jean Denape, président du jury, et Mme Marianne Balat-Pichelin, examinatrice, de m'avoir fait le plaisir de prendre part au jury de ma thèse.

Je tiens à remercier sincèrement mes directeurs de thèse, Michel Boussuge et Laurent Jeanfaivre, pour leur encadrement, leur disponibilité, leurs précieux conseils distillés tout au long de ces quatre années ; c'est un truisme d'affirmer que ce mémoire ne serait pas ce qu'il est sans votre aide, mais il est toujours bon de le rappeler.

Je remercie chaleureusement Sylvain Gaillieue, sans qui la moitié des résultats expérimentaux présentés n'auraient pas vu le jour, pour ta disponibilité, ta bonne humeur et ton soutien dans les moments les plus difficiles.

Je souhaite également remercier toutes les personnes du Centre des Matériaux avec qui j'aurai eu l'occasion de partager d'enrichissants moments professionnels : Odile Adam (bibliographie), Maria Betbeder (microscopie), René Cluzet (atelier), Franck Nguyen (analyse d'image), Daniel Pachoutinsky (analyse cristallographique), Brigitte Raviart (microscopie), Konaly Sar (administration), Joseph Valy (électronique du banc), Karine Vieilleigne (mesures physiques), ainsi que tous les membres de l'équipe CHT, et les personnes que j'aurais malencontreusement oublié de citer, mais qui j'espère se reconnaîtront.

Une pensée pour les collègues doctorants avec qui j'ai partagé mon quotidien : Yang, Laetitia, Guillaume, Josserand, Mamane, Vincent, Michel.

Ces travaux n'ont pas été réalisés en complète autarcie au Centre des Matériaux, et ont fait l'objet de nombreux échanges avec les partenaires du projet DuraFAP. A ce titre, je tiens à remercier : chez

Remerciements

PSA, Karine Pajot, et particulièrement Benoit Delattre pour les formations express Abaqus et Scilab, ainsi que les débats constructifs sur les développements réalisés avec ces outils ; chez Faurecia, Edouard Pawlak et Benoit Vejux pour l'accueil chaleureux lors des essais banc moteur effectués à Bavans ; au laboratoire Crismat, Moussa Gomina et Chahid Benaqqa pour leurs disponibilités ; et finalement à Saint-Gobain CREE, Fabiano Rodrigues pour ses orientations au cours du projet.

Ces dernières lignes s'adressent à mes proches, à qui je dois l'écoute et le soutien, mais aussi et surtout, la bonne humeur et le plaisir. Parmi eux, je remercie en premier lieu Cathy, d'être là et d'avoir enduré ces mois qui n'ont pas toujours été une partie de plaisir, je remercie également Christophe, Pierre, Henri, Simon, mes oreilles scientifiques (et bien plus encore), ma famille pour m'avoir soutenu tout au long de mes études, Franck, pour sa ponctualité le vendredi soir, et tous ceux qui n'ouvriront jamais ce mémoire mais qui ont été, et sont toujours, à mes côtés.

TABLE DES MATIERES

TABLE DES MATIÈRES	1
LISTE DES FIGURES	5
LISTE DES TABLEAUX	11
NOMENCLATURE DES GRANDEURS PHYSIQUES.....	13
CONTEXTE DE L'ÉTUDE	15
1 INTRODUCTION À LA FILTRATION DES PARTICULES	17
1.1 LES PARTICULES DIESEL.....	19
1.1.1 <i>Origine et caractéristiques</i>	19
1.1.2 <i>Réglementation</i>	22
1.2 LA FILTRATION DES PARTICULES.....	22
1.2.1 <i>Filtres à particules de type « Wall-Flow »</i>	23
1.2.2 <i>Régénération des filtres à particules</i>	25
1.2.3 <i>Matériaux constitutifs des filtres à particules</i>	27
1.3 LE SYSTEME DE FILTRATION DEVELOPPE PAR PSA	30
1.3.1 <i>Chaîne de filtration</i>	30
1.3.2 <i>Géométrie des filtres</i>	30
1.4 ENDOMMAGEMENTS CONSTATES SUR DES FILTRES ISSUS D'ESSAIS SEVERES.....	32
2 CARACTÉRISATIONS MICROSTRUCTURALE, TOPOLOGIQUE ET MÉCANIQUE DES SEGMENTS DE FAP.....	35
2.1 ANALYSE DES MEMBRANES DU NID D'ABEILLES	38
2.1.1 <i>Analyse microstructurale du matériau</i>	38
2.1.2 <i>Caractérisation du comportement mécanique du SiC poreux</i>	44
2.2 CONSTRUCTION DU MATERIAU HOMOGENE EQUIVALENT AU NID D'ABEILLES	51
2.2.1 <i>Anisotropie et symétries du motif</i>	51
2.2.2 <i>Géométrie du motif</i>	52

2.2.3	<i>Définition du Matériau Homogène Equivalent au nid d'abeilles</i>	54
2.3	ANALYSE DE L'ASSEMBLAGE DU FILTRE.....	55
3	ESSAI DE RÉGÉNÉRATION SÉVÈRE SUR BANC MOTEUR	59
3.1	ANALYSES DES RESULTATS BRUTS D'ESSAI.....	62
3.1.1	<i>Analyse des températures mesurées en cours d'essai</i>	62
3.1.2	<i>Analyse de l'activité acoustique pendant l'essai</i>	66
3.1.3	<i>Etat de fissuration des filtres après essai de régénération sévère</i>	70
3.2	DESCRIPTION DU CHAMP DE TEMPERATURE DANS LES SEGMENTS CENTRAUX.....	74
3.3	SIMULATION THERMOMECHANIQUE DES SEGMENTS CENTRAUX	80
3.4	DETERMINATION DES INSTANTS DE FISSURATION	85
4	BANC D'ESSAI « GRADIENTS THERMIQUES »	87
4.1	DESCRIPTION DU BANC D'ESSAI.....	89
4.2	ESSAI PAR PALIERS DE PUISSANCE.....	92
4.2.1	<i>Description des champs de température mesurés en régime stabilisé</i>	92
4.2.2	<i>Description analytique des échanges thermiques en régime stabilisé</i>	95
4.2.3	<i>Modélisation thermique par éléments finis</i>	99
4.3	ESSAIS EN RAMPE DE PUISSANCE.....	102
4.3.1	<i>Essais en régime quasi-stationnaire</i>	102
4.3.2	<i>Essai en régime transitoire</i>	105
4.3.3	<i>Profil de fissuration des essais en configuration « fils centrés »</i>	108
4.4	ESSAIS EN REGIME QUASI-STATIONNAIRE : CONFIGURATIONS ALTERNATIVES.....	108
4.4.1	<i>Variation de la longueur des segments testés</i>	109
4.4.2	<i>Variation de la position de la source de chaleur dans la section des segments</i>	109
5	ANALYSE DE LA RUPTURE	115
5.1	MESURE DES CONTRAINTES A RUPTURE DU MHE	117
5.1.1	<i>Contrainte normale dans la direction longitudinale des segments</i>	117
5.1.2	<i>Contrainte de cisaillement dans les plans transversal et longitudinal</i>	119
5.2	SIMULATION NUMERIQUE THERMOELASTIQUE DES ESSAIS SUR BANC « GRADIENTS THERMIQUES » ...	121
5.2.1	<i>Analyse des contraintes sur la configuration « fils centrés »</i>	121
5.2.2	<i>Analyse des contraintes sur les configurations « fils décentrés »</i>	126
5.3	COMPARAISON AVEC LES SIMULATIONS DES ESSAIS BANC MOTEUR	129
	RÉSUMÉ ET PERSPECTIVES	131
	ANNEXES	135
A.	CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE DES ÉPROUVETTES 4 MM × 3 MM × 45 MM	137

B.	MÉTHODES ALTERNATIVES DE DÉTERMINATION DE LA POSITION DU FRONT DE COMBUSTION	139
C.	CARACTÉRISTIQUES DU BANC « GRADIENTS THERMIQUES »	143
D.	DESCRIPTION ANALYTIQUE COMPLÈTE DU CHAMP DE TEMPÉRATURE DANS LA CONFIGURATION C... ..	145
E.	CONCENTRATION LOCALE DE LA CHALEUR PAR VARIATION DE SECTION DES FILS RÉSIDIFS	147
F.	COMPARAISON DES TEMPÉRATURES SIMULÉES PAR ÉLÉMENTS FINIS AUX MESURES EXPÉRIMENTALES	155
BIBLIOGRAPHIE.....		157

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Mécanismes de formation des agrégats [van Setten 2001].....	19
Figure 2 : Mécanismes d'adsorption et de nucléation dans la phase gazeuse [Scheer 2005]	20
Figure 3 : Nanoparticules (a) et agrégats (b) (micrographies MET) [Stratakis 2004]	21
Figure 4 : Distribution en nombre et en masse des particules en fonction de leur diamètre aérodynamique [Kittelson 1998].....	21
Figure 5 : Principe de filtration « Wall-Flow » (Source : Saint-Gobain, www.ceraclean.com).....	24
Figure 6 : Mécanismes de filtration [Scheffler 2005]	24
Figure 7 : Dépôt de suies sur les membranes d'un nid d'abeilles (Source : IFP).....	25
Figure 8 : Evolution des températures au sein du filtre lors d'une régénération sur banc moteur [Mizuno 1987]	26
Figure 9 : Représentation spatiale des températures, résultat d'une simulation de la combustion des suies lors de la régénération [Stratakis 2004].....	26
Figure 10 : Filtre à particules en carbure de silicium : les segments en SiC sont assemblés par un coulis de liaison à faible résistance mécanique	29
Figure 11 : Système de filtration PSA (source : PSA).....	30
Figure 12 : Faces d'entrée (gauche) et de sortie (droite) des FAP à géométrie « octosquare » (source : PSA)	31
Figure 13 : Spécimen fissuré après régénération sévère au-delà de la « MLS » (périphérie du FAP).....	32
Figure 14 : Spécimen fissuré après régénération sévère au-delà de la « MLS » (faces des segments constituant le FAP)	32
Figure 15 : Micrographies MEB en électrons rétrodiffusés d'une face découpée de membrane de nid d'abeilles.....	38
Figure 16 : Micrographies MEB en électrons rétrodiffusés d'une face polie de membrane de nid d'abeilles.....	38
Figure 17 : Diffractogramme X réalisé sur la peau extérieure des segments en nid d'abeilles.....	39
Figure 18 : Diffractogrammes effectués sur la peau extérieure des segments en nid d'abeilles sous différentes directions	40
Figure 19 : Principe d'obtention des images 3D en microtomographie par rayons X	41

Figure 20 : Principe de traitement des images pour l'identification des phases	42
Figure 21 : Distribution des niveaux de gris dans un volume et seuillage correspondant (logiciel Avizo)	42
Figure 22 : Principe de calcul de la covariance : pour chaque pas de translation (h), la covariance est donnée par l'intersection des phases de l'image d'origine (traits pleins) et de l'image translatée (traits pointillés)	43
Figure 23 : Covariance en fonction de la distance h calculée dans les trois directions de l'espace pour les pores (à gauche) et les grains de SiC (à droite)	43
Figure 24 : Evolution de la température et de la flèche mesurée lors de l'essai de fluage anisotherme	44
Figure 25 : Mesures des contraintes et déformations au cours de cycles en contrainte à 20 et 1300°C, les modules d'élasticité sont calculés à partir de la droite en rouge.....	45
Figure 26 : Principaux modes de vibration en résonance libre (flexion, traction/compression et torsion).....	46
Figure 27 : Images d'une section de segment brute (à gauche) et après seuillage (à droite).....	47
Figure 28 : Maillage d'un volume cubique de SiC poreux de 105 µm de côté (SiC en violet et porosité en vert)	48
Figure 29 : Détail d'une section de segment et défauts de forme	52
Figure 30 : Détails de la géométrie octosquare (microscopie optique)	53
Figure 31 : Définition de la géométrie octosquare pour le calcul numérique (corps de section, bord et coin).....	53
Figure 32 : Décomposition en parties moyenne et fluctuante du champ de déformation [Bornert 2001]	54
Figure 33 : Cellule périodique unitaire de la géométrie octosquare	55
Figure 34 : Vue d'une section de FAP (coupe réalisée à 2 cm du bord).....	56
Figure 35 : Détail de la section de FAP.....	56
Figure 36 : Micrographies du coulis de liaison des segments (à gauche : microscopie optique, à droite : MEB en électrons rétrodiffusés).....	57
Figure 37 : Vue de la sortie du FAP et de son instrumentation sur la ligne d'échappement du banc moteur.....	62
Figure 38 : Schéma de positionnement des thermocouples dans le FAP	63
Figure 39 : Températures mesurées par les thermocouples A, H et K pour l'essai à 1 MLS	64
Figure 40 : Températures à 155 mm de profondeur enregistrées par l'ensemble des thermocouples de la section	65
Figure 41 : Températures à 185 mm de profondeur enregistrées par l'ensemble des thermocouples de la section	65

Figure 42: A gauche, vue de la face arrière du filtre : le guide d'onde est le fil isolé dans le quart non-instrumenté de thermocouples en bas à gauche de l'image. A droite, vue de la liaison entre le fil et le capteur.....	67
Figure 43 : Energie vraie en fonction du temps, essai à 1,29 MLS de suie, la régénération commence aux environs de 970 secondes.....	68
Figure 44 : Energie et amplitude relevées sur les essais à 1 MLS.....	69
Figure 45 : Energie et amplitude relevées sur les essais à 1,29 MLS.....	70
Figure 46 : FAP découpé en segments.....	71
Figure 47 : Faces internes des segments périphériques (haut), externes des segments centraux (milieu) et internes des segments centraux (bas) pour l'essai chargé à 1 MLS.....	72
Figure 48 : Segments centraux et périphériques : les fissures représentées par un trait blanc appartiennent aux segments périphériques, celles en trait noir aux segments centraux.....	73
Figure 49 : Segments centraux : les traits blancs et noirs correspondent aux faces en regard l'une de l'autre.....	74
Figure 50 : Températures mesurées par les thermocouples (en noir) et interpolation directe des températures dans la profondeur du filtre (en couleur) : les maximums et la progression du front de combustion ne sont pas respectés.....	75
Figure 51 : Visualisation de l'interpolation directe dans l'espace temps-profondeur et mise en évidence des oscillations associées au phénomène de "boudinage".....	76
Figure 52 : A gauche : pentes maximales des exothermes calculées et reportées sur les exothermes expérimentaux ; à droite : pentes maximales des exothermes représentées dans l'espace temps-profondeur, une fonction polynomiale d'ordre 3 est utilisée pour décrire la répartition des points ...	76
Figure 53 : Exothermes réels et décalés ; position de thermocouple A pour l'essai à 1 MLS.....	77
Figure 54 : Interpolation du champ de température sur les exothermes décalés.....	78
Figure 55 : Interpolation finale du champ de température.....	78
Figure 56 : Comparaison de l'interpolation préalable présentant des instabilités (gauche) et de l'interpolation finale (droite).....	79
Figure 57 : Définition du rayon r dans les segments centraux.....	79
Figure 58 : Cartographie instantanée des températures dans le volume du filtre.....	80
Figure 59 : Maillage et conditions aux limites appliquées au segment central.....	81
Figure 60 : Principe de création des fissures en mode II et mode I. Les pointillés schématisent la déformée du segment.	82
Figure 61 : De haut en bas : champs de température (K), de contrainte normale dans la direction longitudinale σ_{33} (MPa) et de contraintes de cisaillement, σ_{23} et σ_{31} (MPa) (en coupe au maximum de contrainte). Le point noir de coordonnées (0, 0, 0) indique le centre de la section d'entrée du FAP. Les faces visibles sont les lieux de plus grandes contraintes.	83

Figure 62 : Localisation des maximums de contraintes et de gradients thermiques en fonction du temps.....	84
Figure 63 : Evolution de l'amplitude des maximums de contraintes.....	84
Figure 64 : Association des températures interpolées au thermocouple A et des fissurations observées après essai	85
Figure 65 : Vue d'ensemble du banc d'essai « gradients thermiques ».	89
Figure 66 : Détail de la configuration C de placement des fils (quatre fils positionnés au centre de la section).....	90
Figure 67 : Positions des fils résistifs : en bleu, configuration C ; en rouge D6 ; en jaune D12	91
Figure 68 : Températures dans la section centrale du segment lors d'un essai par paliers.....	92
Figure 69 : Températures mesurées en configuration C pour deux positions radiales et trois positions axiales dans le segment à une puissance de $0,87 \text{ W.mm}^{-1}$	93
Figure 70 : Positions et code de couleur des thermocouples dans la section centrale pour la visualisation de la répartition du champ de température en fonction de la distance au centre de la section	94
Figure 71 : Températures dans les canaux en fonction de la distance au centre de la section pour une puissance de $0,3 \text{ W.mm}^{-1}$	94
Figure 72 : Températures dans les canaux en fonction de la distance au centre de la section pour une puissance de $1,5 \text{ W.mm}^{-1}$	95
Figure 73 : Définition des variables dans un quart de section	96
Figure 74 : Conductivité thermique apparente du MHE (carrés) et coefficient de convection (triangles) déterminés par méthode inverse	98
Figure 75 : Conductivité thermique de différents SiC denses, en fonction de la température [Snead 2007]	99
Figure 76 : Maillage d'un huitième de segment en configuration C.....	100
Figure 77 : Conductivité thermique (carrés) et coefficient de convection (triangles) calculés par méthode analytique (en pointillés) et par éléments finis (en traits pleins).....	101
Figure 78 : Réseau de fissures typique d'un échantillon testé en rampe lente ($10 \text{ mW.mm}^{-1}.\text{s}^{-1}$ par fil)	103
Figure 79 : Températures à rupture mesurées sur quatre essais à $10 \text{ mW.mm}^{-1}.\text{s}^{-1}$ par fil en fonction de la distance au centre de la section.....	104
Figure 80 : Températures des thermocouples 1 (orange) et 4 (bleu) en fonction de la puissance linéique par fil : les points correspondent aux régimes stabilisés de l'essai par paliers, les courbes aux essais par rampe (en traits gras, l'essai à $15 \text{ mW.mm}^{-1}.\text{s}^{-1}$ par fil, en traits fins, les essais à $10 \text{ mW.mm}^{-1}.\text{s}^{-1}$ par fil).....	104
Figure 81 : Carte des températures à rupture (K) simulée pour un essai en rampe quasi-stationnaire (vue intérieure, le cercle noir correspond au centre du segment).....	105

Figure 82 : Profil de fissuration sur un échantillon testé en régime fortement transitoire	106
Figure 83 : Superposition des réseaux de fissuration obtenus en régime quasi-stationnaire (blanc) et transitoire (noir) dans la configuration C.....	106
Figure 84 : Températures mesurées au cours d'un essai transitoire	107
Figure 85 : Températures à rupture mesurées sur l'essai en régime transitoire, en fonction de la distance au centre de la section	107
Figure 86 : Carte des températures à rupture (K) simulée pour un essai en rampe quasi-stationnaire sur un segment de 9 cm (vue intérieure, le cercle noir correspond au centre du segment)	109
Figure 87 : Réseau de fissures d'un segment de 9 cm testé en configuration C et régime quasi-stationnaire	109
Figure 88 : Réseau de fissures des deux essais D6.....	110
Figure 89 : Cartes des températures à rupture (K) simulées en configuration D6. Vues en coupe, de haut en bas : coupes 1, 2 et 3 (le cercle noir correspond au centre du segment)	111
Figure 90 : Réseau de fissures de l'essai D12 ; les fissures transversales apparues en premier sont surlignées en jaune	112
Figure 91 : Cartes des températures à rupture (K) simulées en configuration D12. Vues en coupe, de haut en bas : coupes 1, 2 et 3 (le cercle noir correspond au centre du segment)	113
Figure 92 : Schéma du dispositif de flexion trois points développé pour tester les segments de FAP .	118
Figure 93 : Dispositif de flexion trois points développé pour tester les segments de FAP	118
Figure 94 : Principe de l'essai de cisaillement sur éprouvettes à double entaille (à gauche), éprouvette de la présente étude (à droite)	120
Figure 95 : Contraintes normales dans la direction 1 (σ_{11}) (MPa) au moment de la rupture pour la configuration C. Le cercle noir représente le centre du segment.	122
Figure 96 : Contraintes normales dans la direction 1 (σ_{11}) (MPa) au moment de la rupture pour la configuration C. Vue extérieure, le sommet caché est le centre du segment.	122
Figure 97 : Contrainte normale équivalente dans le plan transversal (MPa) au moment de la rupture pour la configuration C. Vue extérieure, le sommet caché est le centre du segment.	123
Figure 98 : Contrainte normale au moment de la rupture dans la direction 3 (σ_{33}) (MPa) pour la configuration C. Vue extérieure, le sommet caché est le centre du segment.	123
Figure 99 : Evolution de la contrainte σ_{33} sur une arête du segment en fonction de la distance à l'extrémité du segment dans la configuration C	124
Figure 100 : Contrainte de cisaillement σ_{12} (MPa) dans les plans longitudinaux au moment de la rupture pour la configuration C.....	124
Figure 101 : Contrainte de cisaillement équivalente dans le plan transversal (MPa) au moment de la rupture pour la configuration C.....	125
Figure 102 : Vue en coupe (à 6 mm de l'extrémité du segment) de la contrainte de cisaillement équivalente dans le plan transversal (MPa) au moment de la rupture pour la configuration C.....	125

Figure 103 : Représentation des chemins de fissure sur les extrémités de segments testés en configuration C	126
Figure 104 : Contraintes normales (MPa) dans la direction 1 (en haut), transversale (au milieu) et longitudinale (en bas) pour les configurations D6 et D12	127
Figure 105 : Contraintes σ_{33} calculées sur l'arête la plus proche des fils en fonction de la distance à l'extrémité du segment pour les configurations C, D6 et D12	128
Figure 106 : Champ de température (K) et de contrainte normale σ_{33} (MPa) à l'instant d'apparition de la fissure transversale principale de l'essai à 1 MLS	129
Figure 107 : Comparaison des spectres obtenus sur les membranes de segments et les éprouvettes parallélépipédiques	137
Figure 108 : Micrographie type et covariances calculées pour chaque direction des éprouvettes parallélépipédiques	138
Figure 109 : A gauche : maximums de température calculés et affichés sur les exothermes expérimentaux ; à droite : maximums représentés dans l'espace temps-profondeur, une fonction polynomiale d'ordre 3 est utilisée pour décrire la répartition des points	139
Figure 110 : Méthode de calcul de la position du front appliquée au thermocouple A2-155 de l'essai à 1 MLS	140
Figure 111 : A gauche : maximums de température et positions du front affichés sur les exothermes expérimentaux ; à droite : représentation dans l'espace temps-profondeur	141
Figure 112 : Description complète du champ de température dans la section du segment (en trait plein gras). Les points expérimentaux sont représentés par des ronds, la description physique par des tirets, le polynôme d'ordre 3 par des croix	146
Figure 113 : Fils résistifs adaptés à la configuration CC par diminution locale de la section	148
Figure 114 : Représentation schématique de la modélisation des différences de sections des fils : les éléments représentés en rouge correspondent à la section initiale, en vert à la section diminuée (un huitième de segment est représenté)	148
Figure 115 : Fissures générées dans la configuration CC	150
Figure 116 : Carte des températures à rupture (K) simulée en configuration CC (vue intérieure, le cercle noir correspond au barycentre du segment)	150
Figure 117 : Réseau de fissures des deux essais D6C	151
Figure 118 : Cartes des températures à rupture (K) simulées en configuration D6C. Vues en coupe, de haut en bas : coupes 1, 2 et 3 (le cercle noir correspond au barycentre du segment)	152
Figure 119 : Contraintes normales (MPa) transversale (en haut) et longitudinale (en bas) pour les configurations CC et D6C	153
Figure 120 : Contraintes σ_{33} calculées sur l'arête la plus proche des fils en fonction de la distance à l'extrémité du segment, pour les configurations C, CC et D6C	154

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Evolution des limites d'émission de particules des véhicules légers dans le cadre de la législation Euro.....	22
Tableau 2 : Propriétés thermomécaniques des matériaux denses [Adler 2005] et poreux (italique) [Carty 1996].....	29
Tableau 3 : Fréquences de résonance mesurées en flexion et traction/compression et modules d'élasticité correspondants pour deux longueurs de segment	46
Tableau 4 : Modules d'élasticité effectifs obtenus pour différentes conditions aux limites	50
Tableau 5 : Positionnement radial des thermocouples dans les sections.....	63
Tableau 6 : Nombre d'évènements acoustiques supérieurs au seuil de 40 pJ en énergie vraie et énergie maximale relevée pour chaque essai	68
Tableau 7 : Nombre d'évènements EA supérieurs aux seuils de 95 et 100 dB en amplitude et amplitude maximale relevée pour chaque essai.....	69
Tableau 8 : Nomenclature des essais réalisés sur le banc « gradients thermiques ».....	91
Tableau 9 : Contraintes à rupture en MPa du MHE et du SiC poreux pour les sept essais de flexion .	119
Tableau 10 : Contraintes à ruptures moyennes en MPa du SiC poreux déterminées par trois méthodes différentes	119
Tableau 11 : Contraintes à rupture en cisaillement (MPa) du MHE	120
Tableau 12 : Nomenclature des essais réalisés sur le banc « gradients thermiques ».....	147
Tableau 13 : Comparaison des températures obtenues par simulation aux températures mesurées expérimentalement dans les configurations C et CC.....	155
Tableau 14 Comparaison des températures obtenues par simulation aux températures mesurées expérimentalement dans les configurations D6 et D6C	155
Tableau 15 Comparaison des températures obtenues par simulation aux températures mesurées expérimentalement dans les configurations D12	156

NOMENCLATURE DES GRANDEURS PHYSIQUES

Sauf mention contraire, les unités données dans cette nomenclature sont celles utilisées dans le mémoire.

b , longueur (mm)

E , module d'élasticité (MPa) / énergie vraie des salves d'émission acoustique (J)

f , flèche (mm) / fréquence (Hz)

F , force (N)

h , longueur (mm) / coefficient de convection ($\text{W}\cdot\text{mm}^{-1}\cdot\text{K}^{-2}$)

L , longueur (mm)

P , puissance (W)

r , longueur (mm)

R , résistance (Ω)

S , surface (mm^2)

t , temps (s)

T , température (K)

V , volume (mm^3)

z , longueur (mm)

ε , déformation

ϑ , angle (rad)

λ , conductivité thermique ($\text{W}\cdot\text{mm}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)

Nomenclature

ρ , résistivité ($\Omega \cdot \text{mm}$)

σ, σ_{xx} , contrainte (MPa)

τ , contrainte (MPa)

ϕ , puissance linéique ($\text{W} \cdot \text{mm}^{-1}$)

CONTEXTE DE L'ETUDE

L'intérêt porté à la réduction des émissions polluantes des véhicules routiers n'a cessé de croître depuis plusieurs décennies, que ce soit en raison du principe de précaution ou des risques avérés pour la santé associés à certains composants rejetés dans l'atmosphère. La limitation du rejet des particules, composés carbonés volatils trouvant leur source au sein des motorisations Diesel et plus récemment identifiés également dans les motorisations essence, s'inscrit dans cette démarche globale de réduction des émissions.

D'un point de vue environnemental, les motorisations Diesel jouissent d'un avantage conséquent sur les motorisations essence du fait de moindres émissions de dioxyde de carbone (CO₂), dont une part importante en France est due au transport routier. Afin de garantir la pérennité du succès du Diesel, les constructeurs se doivent de développer des solutions technologiques adaptées aux émissions de particules, principal point noir des rejets de ce type de motorisation.

A partir de 2009, la limite de rejets de particules autorisés par la norme Euro 5 a été fortement abaissée, impliquant les petits véhicules précédemment épargnés par la réglementation. Afin de garantir des coûts de fabrication et d'entretien acceptables pour les constructeurs et la clientèle, l'endurance des systèmes de filtration des particules doit être améliorée.

Différents systèmes de filtration existent et sont utilisés, mais les filtres céramiques en nid d'abeilles constituent la part la plus importante du marché. Ces structures complexes requièrent un haut niveau de compétences pour leur fabrication et sont, de par les matériaux et les procédés de fabrication employés, des pièces mécaniques onéreuses.

La technologie FAP (filtre à particules) chez PSA Peugeot-Citroën n'a cessé d'évoluer depuis son lancement en 2000 sur les véhicules 607 du groupe. L'endurance des filtres a été portée à 120 000 km sur les dernières générations. Pour garantir de telles performances, et en l'absence de méthodes prédictives de la tenue des structures, le dimensionnement des FAP est réalisé au moyen d'une caractérisation expérimentale sur banc moteur et par roulage de véhicules. Dans le cadre d'une amélioration continue de l'endurance des FAP, et ce sur l'ensemble de la gamme, une alternative à la caractérisation actuelle, longue et coûteuse, est souhaitée.

L'expérience acquise par PSA sur la tenue des filtres, notamment durant ces essais de dimensionnement, semble indiquer que l'endommagement des FAP est uniquement dû aux gradients de température extrêmes rencontrés lors de la phase de décolmatage du filtre, dite phase de régénération. Les endommagements pouvant être obtenus sur un unique cycle lors de chargements extrêmes excluent d'emblée des mécanismes de type fatigue. L'absence d'oxydation observée sur les filtres en fin de vie ne laisse pas non plus de place à un rôle significatif d'un vieillissement du matériau dans l'endommagement des FAP.

Ces constatations invitent ainsi à ne considérer que l'aspect thermomécanique dans l'endommagement des structures en nid d'abeilles des FAP, en aval de la physique du chargement thermique lors de la régénération. La conception d'un banc d'essai adapté aux FAP permet alors d'offrir de nouvelles perspectives dans la compréhension de ces endommagements, et d'envisager ainsi l'établissement d'un critère de rupture utilisable lors de simulations numériques thermomécaniques du comportement des FAP.

Après une introduction à la filtration des particules et la présentation du système de filtration utilisé sur les véhicules Peugeot-Citroën (chapitre 1), la caractérisation structurale à différentes échelles, le comportement mécanique des matériaux et la structure de l'étude seront détaillés (chapitre 2). Les endommagements subis par les FAP lors d'essais de régénération sévère sur banc moteur feront l'objet du chapitre 3. Le banc d'essai conçu spécialement pour recréer ces types d'endommagement sera étudié au chapitre 4. La caractérisation des propriétés thermiques des structures nid d'abeilles, obtenue par méthode inverse à partir de ces essais, sera détaillée dans ce même chapitre. Finalement, l'analyse des endommagements subis par les structures sera présentée dans le dernier chapitre où les essais précédemment relatés seront simulés par éléments finis afin d'établir les bases d'un critère de rupture des FAP.

1 INTRODUCTION A LA FILTRATION DES PARTICULES

1.1	LES PARTICULES DIESEL.....	19
1.1.1	<i>Origine et caractéristiques</i>	19
1.1.2	<i>Réglementation</i>	22
1.2	LA FILTRATION DES PARTICULES.....	22
1.2.1	<i>Filtres à particules de type « Wall-Flow »</i>	23
1.2.2	<i>Régénération des filtres à particules</i>	25
1.2.3	<i>Matériaux constitutifs des filtres à particules</i>	27
1.3	LE SYSTEME DE FILTRATION DEVELOPPE PAR PSA	30
1.3.1	<i>Chaîne de filtration</i>	30
1.3.2	<i>Géométrie des filtres</i>	30
1.4	ENDOMMAGEMENTS CONSTATES SUR DES FILTRES ISSUS D'ESSAIS SEVERES.....	32

1.1 LES PARTICULES DIESEL

1.1.1 ORIGINE ET CARACTERISTIQUES

Les émissions de moteur Diesel regroupent plusieurs composés, organiques et inorganiques, sous formes gazeuse et solide. Le terme « particules » définit l'ensemble des composés susceptibles de rester en suspension dans l'air. On y retrouve des éléments sous forme solide et/ou sous forme de gouttelettes. La distribution granulométrique de ces particules est large : d'une dizaine de nanomètres à une dizaine de micromètres.

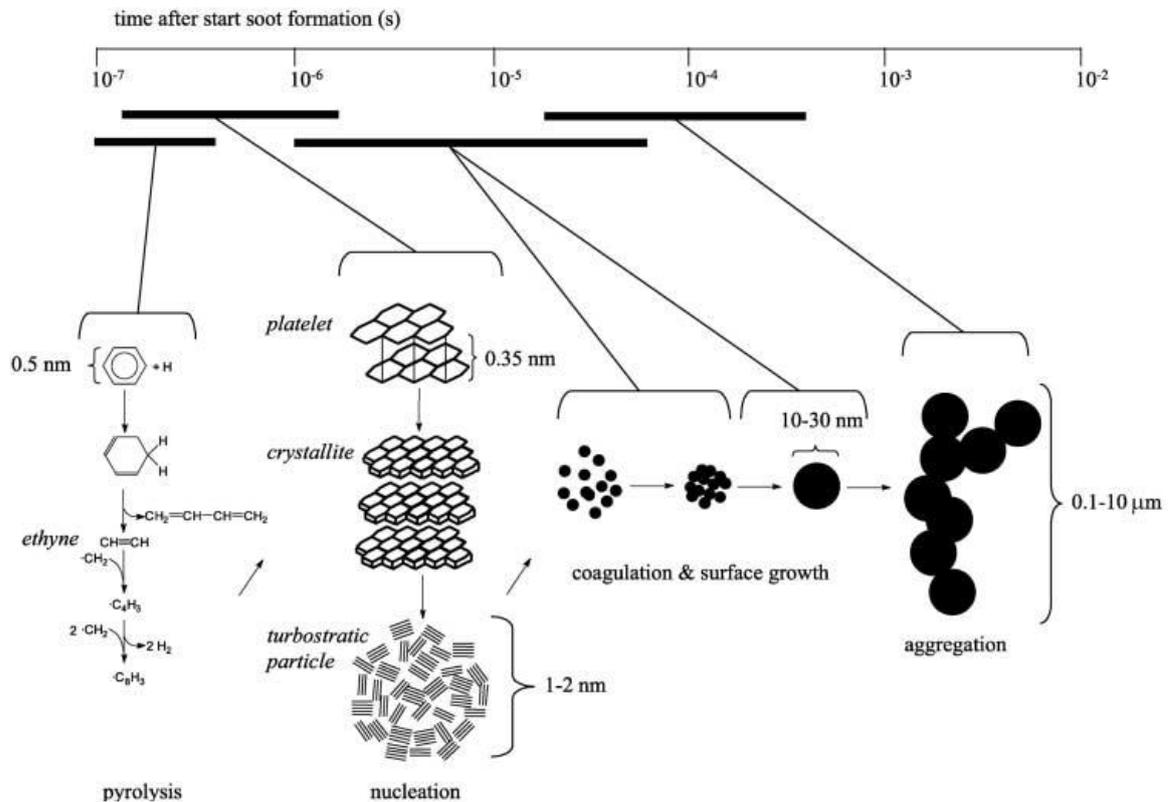


Figure 1 : Mécanismes de formation des agrégats [van Setten 2001]

Les particules solides sont générées au sein du moteur, dans la chambre de combustion. En théorie, la combustion complète de carburants automobiles n'entraîne que la formation, aux impuretés près, d'eau H_2O et de dioxyde de carbone CO_2 . Une réaction totale n'est cependant jamais obtenue en raison de la faible durée de la combustion, des variations rapides de température et du manque d'homogénéité du mélange air-carburant [Stratakis 2004]. Il en résulte la formation de sphérules carbonées de quelques dizaines de nanomètres ; celles-ci sont issues de réactions complexes à partir des hydrocarbures, formant des structures polycycliques (*platelets*, feuillets de graphite) qui, par réarrangement en cristallites puis coagulation et croissance, forment les sphérules (figure 1). Ces

sphérules carbonées peuvent, par la suite, croître par coalescence et former des agrégats de plusieurs micromètres [van Setten 2001].

En sortie du moteur, où la température des gaz est élevée, une partie des hydrocarbures et des huiles n'est pas oxydée et apparaît comme une phase gazeuse généralement appelée Soluble Organic Fraction (SOF). Celle-ci est composée d'Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP) et de dérivés oxygénés, nitrés et sulfurés [Kittelson 1998].

Le refroidissement et la dilution continus des gaz provoquent, par des phénomènes d'adsorption, de condensation et de nucléation, une transformation de cette phase gazeuse, schématisée par la figure 2. Une partie des SOF peut alors être adsorbée à la surface des agrégats de suie pour former des particules de plus gros diamètre. L'autre partie, par phénomène de nucléation, amène à la création de nouvelles particules de quelques dizaines de nanomètres (figure 3). La proportion de ces deux transformations est fortement influencée par les conditions de refroidissement et de dilution des gaz.

Des oxydes métalliques, issus des additifs contenus dans les huiles et carburants, ainsi que de l'acide sulfurique, provenant de l'oxydation des sulfures des SOF, apparaissent également dans les gaz d'échappement. Ils forment une population de particules de distribution granulométrique semblable à celle des nanoparticules issues de la nucléation des SOF.

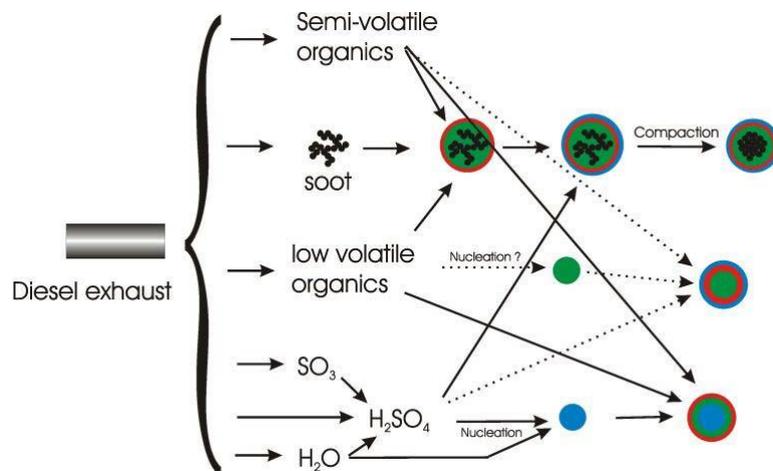


Figure 2 : Mécanismes d'adsorption et de nucléation dans la phase gazeuse [Scheer 2005]

On observe ainsi une distribution trimodale de la masse des particules, représentée par la figure 4. La majorité correspond aux particules solides, agrégats carbonés et composants adsorbés associés, de taille comprise entre 0,1 et 0,5 μm . Bien qu'elles ne représentent qu'une faible part en masse, les nanoparticules sont les plus nombreuses des particules comprises dans les aérosols. Une dernière partie de la distribution en masse, les particules de diamètre supérieure à 1 μm , est composée d'agrégats ayant été déposés sur le cylindre ou dans la ligne d'échappement, puis ré-entraînés dans les gaz.

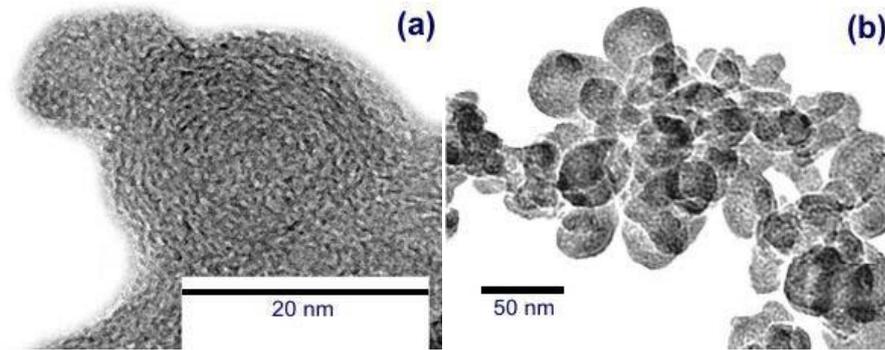


Figure 3 : Nanoparticules (a) et agrégats (b) (micrographies MET) [Stratakis 2004]

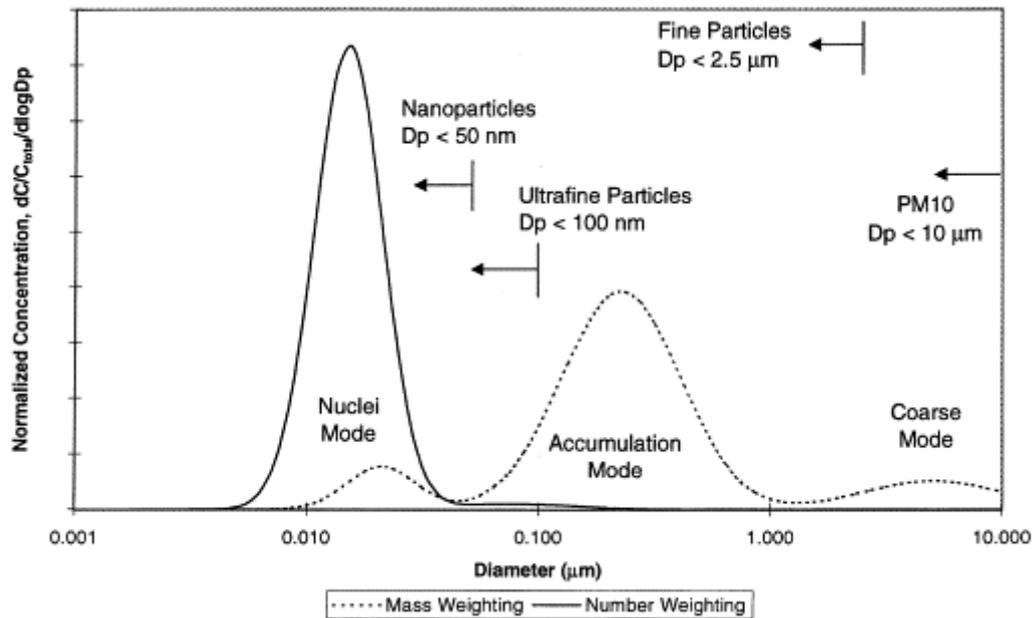


Figure 4 : Distribution en nombre et en masse des particules en fonction de leur diamètre aérodynamique¹ [Kittelson 1998]

Ainsi, si les nanoparticules ne constituent que 1 à 20% de la masse de particules, elles représentent 90% de la population en nombre. La figure 4 indique également des définitions en taille typiques pour les particules en suspension : PM₁₀ fait référence aux particules dont le diamètre aérodynamique¹, D_p , est inférieur à 10 μm , PM_{2,5} aux particules fines ($D_p < 2,5 \mu\text{m}$), PM₁ aux particules ultrafines, ...

La taille des particules influence fortement leur durée de séjour dans l'air : les particules de 0,1 à 10 μm sont les plus persistantes et restent en moyenne une semaine dans l'air. Les particules plus grosses subsistent moins facilement en suspension et retombent rapidement au sol. Les particules

¹ Les particules, présentant des formes variées et non régulières, peuvent être caractérisées dimensionnellement par leur diamètre aérodynamique. Il est défini par le diamètre de la sphère de masse volumique 1 g.cm^{-3} ayant la même vitesse de chute que la particule considérée, prenant en compte l'accélération de la pesanteur et la résistance exercée par le fluide environnant sur la particule.

plus fines ont une durée de séjour plus faible car elles finissent par s'agglomérer aux particules plus grosses. Ainsi, si elles perdent leur caractère de particules indépendantes, elles subsistent dans l'air pendant la même durée que les particules microniques [Kittelson 1998].

1.1.2 REGLEMENTATION

Les véhicules routiers sont soumis, depuis le début des années 1990, à des lois de plus en plus contraignantes en termes de limitation de leurs émissions polluantes à l'échappement. En Europe, ces lois sont fixées par le Parlement européen, et tous les véhicules neufs vendus en Europe doivent respecter ces limitations.

La norme actuelle, Euro 5 [JOUE 2007], a franchi un nouveau cap dans la diminution des rejets de particules des véhicules légers : ceux-ci sont désormais limités à 5 mg/km, ce qui représente une diminution de 80% par rapport au standard émis par la précédente norme Euro 4. De plus, les véhicules à essence sont maintenant également assujettis au contrôle des émissions de particules, en raison des nouveaux systèmes d'injection² sur ces motorisations, responsables d'un niveau d'émission de particules comparables aux motorisations Diesel [Barbusse 2005].

Le tableau ci-dessous retranscrit l'évolution des limites d'émission de particules pour les véhicules légers Diesel de la norme Euro 1 à Euro 6.

Norme	Euro 1	Euro 2	Euro 3	Euro 4	Euro 5	Euro 6
Particules en mg/km	140	100	50	25	5	5

Tableau 1 : Evolution des limites d'émission de particules des véhicules légers dans le cadre de la législation Euro

Si les normes actuelles contraignent la masse de particules émises par kilomètre parcouru, une limitation en nombre doit être adoptée au plus tard à la date d'entrée en vigueur de l'étape Euro 6 [JOUE 2007]. Cette nouvelle limitation fait suite au programme de recherche sur les mesures des émissions de particules, mené conjointement par plusieurs laboratoires européens, coréens et japonais [Andersson 2007].

1.2 LA FILTRATION DES PARTICULES

La limitation d'émission de particules issues du fonctionnement des moteurs Diesel est traitée à la fois à la source (au niveau du moteur) et dans la ligne d'échappement. Dans le premier cas, c'est par une combustion plus complète du mélange air-carburant, notamment par l'établissement de températures de combustion plus élevées, que la proportion des particules est diminuée. Dans le

² L'injection directe est utilisée pour le fonctionnement en charge stratifiée du moteur (mélange riche en essence dans la zone d'allumage et pauvre dans le reste de la chambre de combustion). Ce fonctionnement ne peut être bénéfique qu'en régime stable et un changement de régime aura pour effet une production de particules comparable aux émissions des moteurs Diesel.

second cas, le filtre à particules remplit le rôle curatif du piégeage et de l'élimination des particules restantes.

Plusieurs solutions technologiques ont été développées pour remplir ce rôle. Le concept global reste cependant identique et consiste à capturer les particules dans un filtre avant de les éliminer par une procédure dite de régénération. Les choix de la technique de filtration et de la procédure de régénération sont intimement liés.

Les différents types de filtre ainsi que les stratégies de régénération associées ont été détaillés dans de nombreuses revues bibliographiques dans le cas d'applications aux véhicules légers, lourds ou industriels [Adler 2005] [Barbusse 2005] [Neeft 1996] [van Setten 2001]. Ces revues détaillent les différentes structures de filtre (nid d'abeilles, mousses, fibres, ...), les stratégies de filtration (filtres catalysés, additivés, ...) ainsi que leur applicabilité aux différentes familles de véhicule pour lesquelles les contraintes de régénération ne sont pas identiques. En effet, dans le cas des véhicules industriels (« off-road »), voire les véhicules de transport urbain, la régénération peut être effectuée manuellement à intervalles réguliers, tandis qu'une utilisation sur véhicules particuliers nécessite un nettoyage in situ automatique des filtres.

Dans cette dernière catégorie, le filtre de type Wall-Flow s'est imposé depuis sa mise en service grâce à son efficacité de filtration, ses performances atteignables en termes de chute de pression à la traversée du filtre, ainsi que par sa facilité d'application d'une régénération in situ.

1.2.1 FILTRES A PARTICULES DE TYPE « WALL-FLOW »

La technologie « Wall-Flow », développée au début des années 1980 [Howitt 1981], consiste à forcer les gaz d'échappement à traverser une paroi poreuse, réalisant ainsi la filtration des particules. Le filtre est un nid d'abeilles en céramique dont la porosité et l'épaisseur des membranes est ajustée pour retenir les particules et permettre aux gaz de les traverser. Les canaux du nid d'abeilles sont bouchés en quinconce en face avant et en face arrière du filtre (figure 5). Cette configuration crée un chemin de filtration d'un canal vers les quatre canaux adjacents par l'intermédiaire des parois du nid d'abeilles. L'avantage d'un tel système est de créer une surface spécifique de filtration très importante en regard du volume externe du filtre. Cette caractéristique permet de réduire la perte de charge, tout en conservant une bonne efficacité de filtration dans un volume réduit.

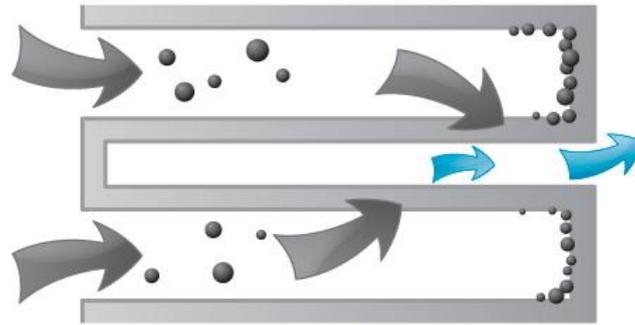


Figure 5 : Principe de filtration « Wall-Flow » (Source : Saint-Gobain, www.ceraclean.com)

Dans le cas d'un filtre à particules non catalytique, c'est-à-dire non enduit d'un revêtement catalytique, la porosité des membranes du nid d'abeilles se situe autour de 50%, avec une taille moyenne de pores d'approximativement 10 μm . Dans le cas d'un FAP à revêtement catalytique, la porosité, ainsi que la taille des pores du substrat vierge sont plus importantes en raison du dépôt catalytique [Adler 2005]. La figure 6 schématise les différents modes de filtration. Il est admis que la filtration s'effectue principalement par création de « gâteaux de filtration » (*cake filtration*) [van Setten 2001] [Scheffler 2005]. La filtration par tamisage (*sieving*) est prédominante au début de l'utilisation d'un filtre neuf : les particules de plus grosses tailles s'accumulent ainsi sur les membranes du nid d'abeilles. Cette couche de suie contribue grandement par la suite à la filtration des plus petites particules par la formation de « gâteaux de filtration ». A ces types de filtration peut également s'ajouter une filtration en profondeur (*deep-bed filtration*), plus couramment rencontrée dans les média filtrants présentant des pores de grandes tailles [Cutler 2004].

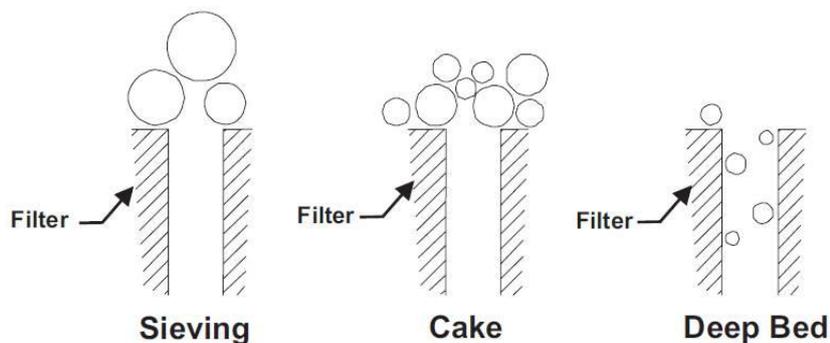


Figure 6 : Mécanismes de filtration [Scheffler 2005]

La structure en nid d'abeilles est réalisée par extrusion d'une pâte de céramique au travers d'une filière générant la forme finale de la section [Scheffler 2005] [Ohno 2008]. Le contrôle de la plasticité de la pâte céramique et celui du niveau d'usure de la filière d'extrusion déterminent la qualité des nids d'abeilles fabriqués [Carty 1996]. Le profilé ainsi obtenu est fritté pour obtenir la pièce finale. La composition et la distribution en taille des poudres céramiques contenues dans la pâte, ainsi que les paramètres de frittage, conditionnent principalement la taille finale des pores des membranes

[Cutler 2004]. Celle-ci est ajustée pour respecter un équilibre entre une bonne qualité de filtration et une perte de charge la plus faible possible à la traversée du filtre.

1.2.2 REGENERATION DES FILTRES A PARTICULES

Les particules capturées et accumulées durant l'utilisation du véhicule (figure 7) entraînent une augmentation de la perte de charge à la traversée du filtre. Typiquement, dans le cas de filtre de type Wall-Flow, un chargement en suie de l'ordre de 10 g/L décuple la différence de pression par rapport à un filtre neuf [Pattas 1987] [Adler 2005]. L'augmentation progressive de cette différence de pression avec le nombre de particules filtrées diminue progressivement les performances et le rendement du moteur. Il s'avère alors nécessaire de procéder périodiquement au nettoyage du filtre, afin de retrouver les performances optimales du moteur.

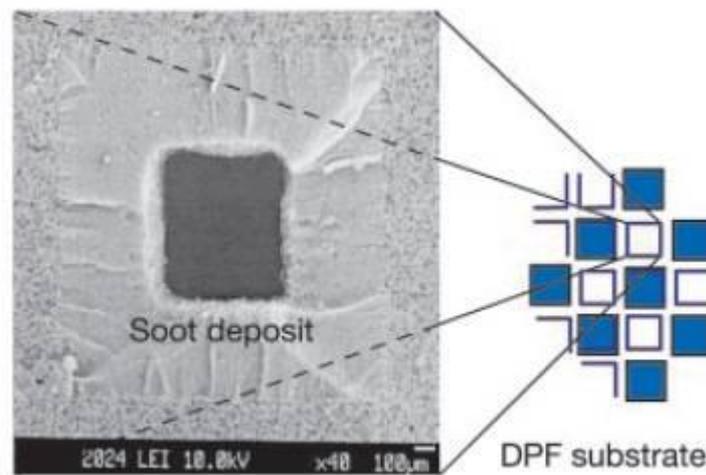


Figure 7 : Dépôt de suies sur les membranes d'un nid d'abeilles (Source : IFP)

La régénération du filtre consiste en une combustion des suies accumulées sur les membranes. Le démarrage de la phase de régénération nécessite d'atteindre une température de 600°C, température de combustion de suies [Hüthwohl 1987] [Adler 2005] [Fino 2007]. Pour une charge normale du moteur, la température des gaz d'échappement à l'entrée du filtre n'excède pas 200°C : il est donc nécessaire de diminuer la température d'amorçage de la combustion des suies et/ou d'augmenter celle des gaz.

La température d'amorçage de la combustion des suies peut être diminuée par l'utilisation d'un catalyseur. Celui-ci peut être déposé sur les membranes du nid d'abeilles ou être ajouté au carburant. L'utilisation d'un catalyseur permet d'abaisser la température d'oxydation des suies en dessous de 400°C [Dainty 1987]. La température des gaz peut être augmentée par des brûleurs externes, des méthodes de post-injection [Salvat 2000] ou des éléments chauffants en amont [Arai 1987] ou à l'intérieur [Hüthwohl 1987] du filtre. Ces dispositifs permettent d'élever la température des gaz au-delà de 400°C et d'amorcer ainsi la combustion.

Une fois initiée, la combustion des suies est auto-entretenue par le caractère exothermique de la réaction d'oxydation [Hüthwohl 1987]. La combustion s'effectue progressivement de l'entrée vers la sortie du filtre pendant une durée pouvant varier d'une dizaine de secondes à quelques minutes (figure 8). Le front de combustion présente une forme paraboïde (figure 9). La représentation des isothermes sur la figure 9 permet de visualiser les gradients de température au sein du filtre : en plus du gradient axial (dans la direction d'écoulement des gaz) dû à l'avancée du front de combustion, le filtre subit également des gradients radiaux (direction orthogonale à l'écoulement des gaz), la température étant plus élevée au centre.

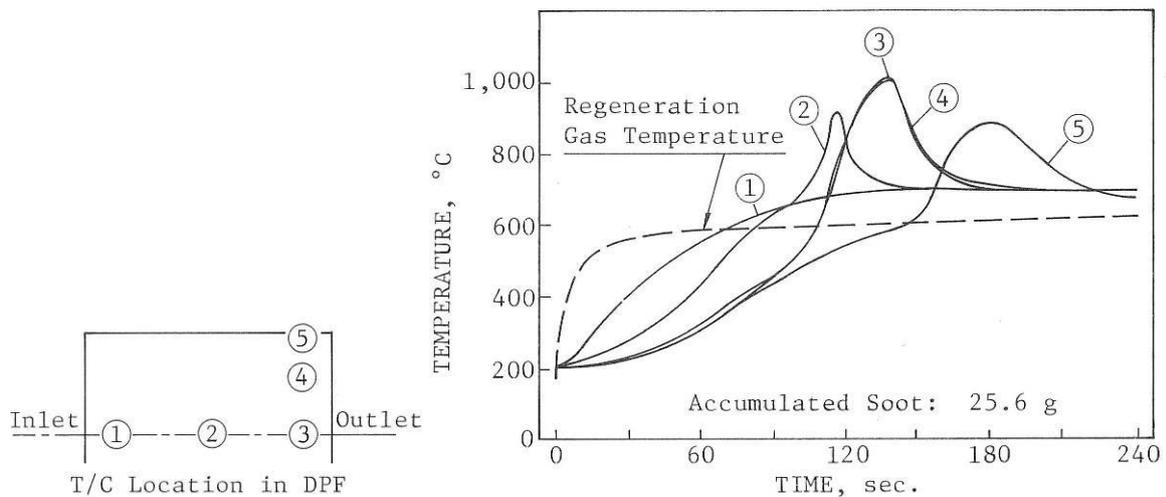


Figure 8 : Evolution des températures au sein du filtre lors d'une régénération sur banc moteur [Mizuno 1987]

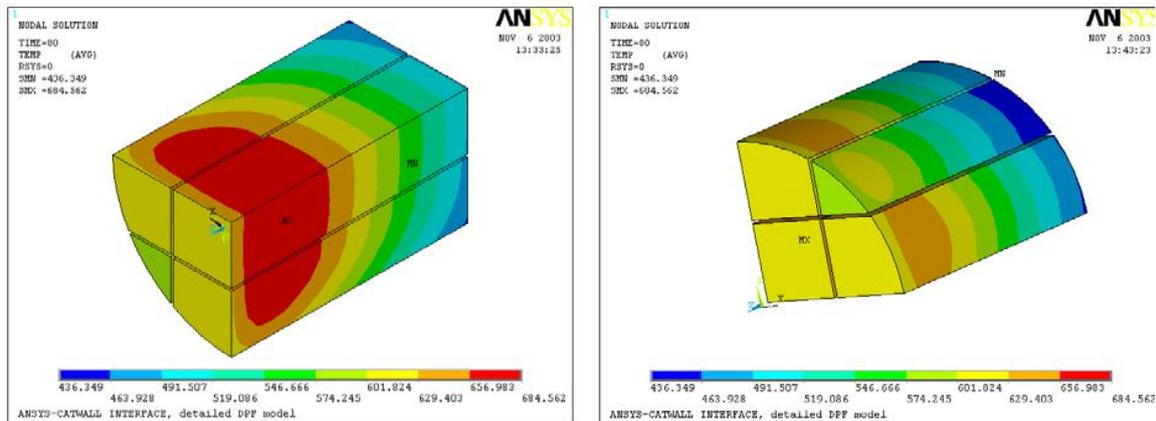


Figure 9 : Représentation spatiale des températures, résultat d'une simulation de la combustion des suies lors de la régénération [Stratakis 2004]

Ce dégagement de chaleur peut devenir néfaste lorsqu'une vitesse des gaz insuffisante ne permet pas le refroidissement de la structure [Pattas 1987]. Cette situation, rencontrée par exemple dans une régénération déclenchée avec un moteur au ralenti, peut conduire à un endommagement plus ou moins sévère du filtre en raison de la haute température et des gradients de température dans le filtre. Les fissures résultantes dans le nid d'abeilles peuvent être soit longitudinales, selon la direction

d'extrusion du nid d'abeilles, soit transversales, orthogonales à cette direction. Les gradients radiaux de température sont généralement considérés comme étant la cause des fissures longitudinales, tandis que les gradients axiaux seraient responsables des fissures transversales dans le filtre [Gulati 1991, 1992, 2003] [van Seten 2001]. Notons néanmoins que ces études ont été menées sur des filtres monolithiques en cordiérite et que l'étude des contraintes agissant dans la structure n'y a été traitée que par la mécanique des milieux continus de type isotrope transverse.

1.2.3 MATERIAUX CONSTITUTIFS DES FILTRES A PARTICULES

Le choix des matériaux des FAP est dicté par plusieurs facteurs associés à des contraintes de fonctionnalité, de régénération et de fabrication des filtres.

La fonctionnalité, c'est-à-dire une bonne qualité de filtration pour une chute de pression à la traversée du filtre la plus faible possible, est principalement conditionnée par la conception du filtre. La surface spécifique de filtration, la porosité, la taille et la connectivité des pores vont être les principales responsables, de manière antinomique, de l'efficacité de filtration et de la perte de charge à la traversée du filtre.

Concernant les contraintes provoquées par la régénération du filtre, le matériau doit supporter les températures et gradients thermiques élevés pouvant apparaître pendant une régénération dans un cas défavorable. Les propriétés intrinsèques concernées sont bien connues et rentrent souvent dans la formulation des paramètres dits de résistance au choc thermique [Kingery 1955] [Hasselman 1970]. Pour les propriétés mécaniques, le coefficient de dilatation thermique et le module d'élasticité doivent être faibles, tandis que la résistance à la rupture doit être élevée. Du point de vue des propriétés thermiques, une forte conductivité thermique est souhaitable, afin d'éviter températures et gradients excessifs dans le nid d'abeilles lors du passage du front de combustion.

Les propriétés intrinsèques aux matériaux ne sont toutefois pas seules responsables de la bonne ou mauvaise tenue du filtre aux régénérations les plus sévères. L'influence de l'épaisseur des membranes du nid d'abeilles sur la résistance à la rupture de la structure nid d'abeilles a été démontrée [Mizuno 1987]. L'influence de la taille de grain (généralement d'une dizaine de micromètres) sur les propriétés mécaniques d'un SiC utilisé dans les filtres à particules a également été mise en évidence [Sato 2004]. Par ailleurs, il est reconnu que la porosité d'un matériau joue un rôle majeur sur ses propriétés mécaniques et thermiques, ainsi que la géométrie des canaux des nids d'abeilles, qui influe également sur les zones de concentration de contraintes dans la structure cellulaire.

Dans le cas des FAP de type Wall-Flow, où les paramètres tels que le nombre de canaux, l'épaisseur des membranes et leur porosité ne peuvent être radicalement modifiés en raison des contraintes de fonctionnalité énoncées précédemment, différentes céramiques ont été retenues avec un succès variable [Adler 2005] [Cutler 2004].

La présentation qui suit ne donne que les tendances pour des matériaux denses ; les propriétés effectives demeurent fortement dépendantes de la porosité du filtre considéré. Le tableau 2 récapitule quelques propriétés des matériaux les plus souvent utilisés pour la réalisation de FAP : la cordiérite et le carbure de silicium.

La cordiérite, $2\text{MgO}\cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 5\text{SiO}_2$, déjà utilisée dans les substrats en nid d'abeilles pour pots catalytiques, a été le premier matériau employé dans la fabrication des filtres à particules de type Wall-Flow [Howitt 1981]. Si la cordiérite reste largement utilisée dans les nids d'abeilles pour applications catalytiques pour lesquelles aucune fonction de filtration n'est attendue, ses faibles caractéristiques mécaniques et sa tenue en température limitée l'ont éloignée de l'application FAP, bien qu'avantagée par un coefficient de dilatation thermique et un module d'élasticité faibles. La structure orthorhombique du cristal de cordiérite entraîne une dilatation fortement anisotrope qui peut, en plus des gradients de température macroscopiques, engendrer des contraintes mécaniques locales néfastes pour l'intégrité du filtre [Lachman 1981]. Un risque de transformation et de dégradation de la structure de la cordiérite par les composés présents dans les gaz d'échappement a également été rapporté [Carty 1996] : les oxydes de vanadium et de sodium, V_2O_5 et Na_2O , réagissent avec la cordiérite à partir de 700°C . Les composés obtenus peuvent être à l'origine de contraintes d'origine thermique en raison de coefficients de dilatation thermique différents. Cependant, si ces réactions peuvent s'avérer problématiques dans le cas de carburants utilisés dans certaines machines industrielles, ces oxydes sont peu rencontrés dans les lignes d'échappement des véhicules particuliers où le carburant utilisé est de meilleure qualité [van Setten 2001]. Lucchini *et al.* mettent en avant les contraintes d'origine thermique liées à la présence d'une phase vitreuse aux joints de grains de la cordiérite : les coefficients de dilatation thermique fortement différents entre la phase vitreuse et les grains de cordiérite seraient à l'origine de contraintes responsables de la microfissuration du matériau aux températures de régénération des filtres [Lucchini 1995]. La cordiérite peut toutefois être rencontrée dans les applications FAP sur véhicules industriels où la régénération s'effectue en régime stationnaire [Pattas 1987], sans risque de températures et de gradients excessifs [Stratakis 2004].

Le carbure de silicium présente des caractéristiques plus adaptées à l'utilisation dans les filtres à particules. Fritté à une température nettement plus haute que la cordiérite, il présente une meilleure résistance aux hautes températures (« réfractarité »). Conductivité thermique, capacité thermique massique et résistance à la rupture sont également plus élevées. Cependant, le fort coefficient de dilatation thermique du carbure de silicium est pénalisant. Pour limiter les contraintes d'origine thermique, les filtres à particules en SiC sont segmentés, c'est-à-dire constitués de plusieurs modules parallélépipédiques assemblés par un coulis de faible résistance mécanique (figure 10). Ce coulis de liaison, parfois appelé improprement « ciment », peut entre autres être composé de fibres alumino-silicatées, de poudre de SiC et de liant siliceux [Ohno 2003].

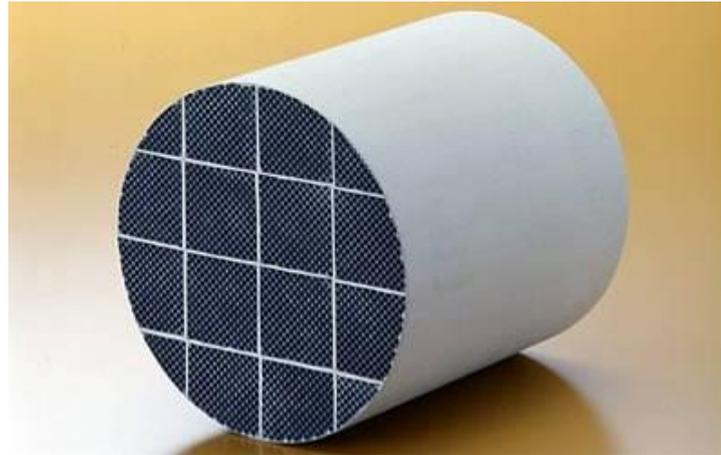


Figure 10 : Filtre à particules en carbure de silicium : les segments en SiC sont assemblés par un coulis de liaison à faible résistance mécanique

Dans les filtres à particules, le SiC recristallisé (R-SiC) est principalement utilisé, même si quelques autres procédés ont été rapportés [Adler 2005]. Le constructeur japonais Ibiden a démarré la production de FAP en SiC recristallisé à forte porosité dès 1985. Les filtres fabriqués actuellement ont une porosité de 42% pour une taille moyenne de pores de 10 μm [Ohno 2008]. Ces filtres sont obtenus à partir de poudres de SiC de distribution bimodale, extrudées puis frittées à plus de 2000°C. Cette distribution produit des grains de l'ordre d'une dizaine de micromètres, associés à des grains plus fins de l'ordre du micromètre. Des risques d'oxydation par certains composés présents dans les gaz d'échappement ont également été signalés pour le SiC [Dario 1998] : de la même manière que pour la cordiérite, les oxydes de vanadium et de sodium réagissent avec le SiC, même à des températures inférieures à 800°C. Comme indiqué précédemment, ces oxydes sont rencontrés principalement dans les carburants à destination des machines industrielles et ne posent pas de problème dans le cas des véhicules légers.

	Cordiérite	SiC
Conductivité thermique à l'ambiante ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)	1-3	90
Coefficient de dilatation à 20 et 1000°C (10^{-6}K^{-1})	0.9-2.5	4.7-5.2
Module d'élasticité (GPa)	130	410
<i>Contrainte à rupture des membranes poreuses (MPa)</i>	<i>3.5 (à 46% de porosité)</i>	<i>19.5 (à 50% de porosité)</i>

Tableau 2 : Propriétés thermomécaniques des matériaux denses [Adler 2005] et poreux (italique) [Carty 1996]

D'autres matériaux, comme la mullite et le titanate d'aluminium, ont été envisagés ou sont utilisés pour la fabrication des nids d'abeilles. Ces matériaux représentent toutefois une fraction anecdotique de l'industrie des FAP, en raison de performances thermomécaniques limitées, moins adaptées aux contraintes de fonctionnement des filtres [Adler 2005].

1.3 LE SYSTEME DE FILTRATION DEVELOPPE PAR PSA

1.3.1 CHAINE DE FILTRATION

PSA Peugeot-Citroën fut le premier constructeur à introduire en série un système de filtration des particules satisfaisant en termes de contraintes de régénération. Ce système, schématisé par la figure 11, a été implanté pour la première fois en 2000 sur les modèles 607 de la marque et consiste en une chaîne complexe mettant en jeu l'intégralité du système de motorisation. Plusieurs composants entrent en considération dans ce système, qui sont décrits ci-dessous [Salvat 2000] :

- le filtre Wall-Flow en carbure de silicium a été choisi en raison de sa grande surface de filtration et des propriétés mécaniques du SiC ;
- la régénération est déclenchée par post-injection, rendue possible par l'injection directe « common rail », qui permet l'automatisation du procédé de nettoyage au cours de l'utilisation du véhicule ;
- l'additivation du carburant à la cériine (oxyde de cérium) permet d'abaisser la température d'amorçage de combustion des suies à 450°C ;
- le pré-catalyseur, placé en amont du FAP, augmente encore la température des gaz par combustion des hydrocarbures imbrûlés.

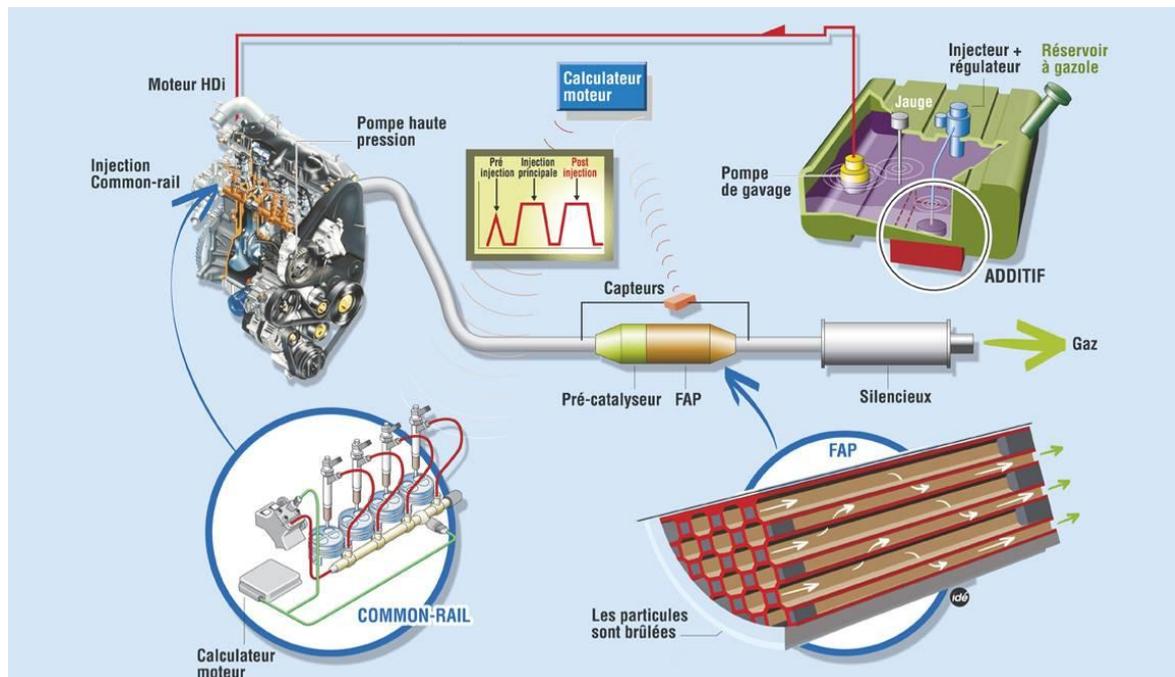


Figure 11 : Système de filtration PSA (source : PSA)

1.3.2 GEOMETRIE DES FILTRES

La chaîne de filtration du système PSA est composée d'un filtre en carbure de silicium à section cylindrique. L'utilisation d'un filtre de forme cylindrique est rendue possible grâce à la démarche de

conception intégrée des FAP dans les véhicules de la marque. Dans les démarches de rétroconception (FAP monté *a posteriori* de la conception d'un véhicule), l'espace nécessaire à l'installation d'un filtre cylindrique n'est souvent pas disponible et requiert dans ce cas l'utilisation de filtres à section ovale. Par rapport à cette dernière, la forme cylindrique a pour avantage d'offrir une plus grande homogénéité de température dans le FAP et de minimiser ainsi les gradients thermiques.

Un des filtres utilisé par PSA Peugeot-Citroën, dit « octosquare », présente une asymétrie de géométrie au niveau des canaux d'entrée – de section légèrement octogonale – et de sortie – de section carrée de plus petite taille (figure 12). Cette géométrie a pour avantage d'offrir une plus grande surface de filtration pour un même volume occupé, et de diminuer ainsi la perte de charge à la traversée du filtre [Ogyu 2004]. Cette géométrie a succédé aux filtres à canaux carrés implantés sur les premières chaînes de filtration installées par la marque.

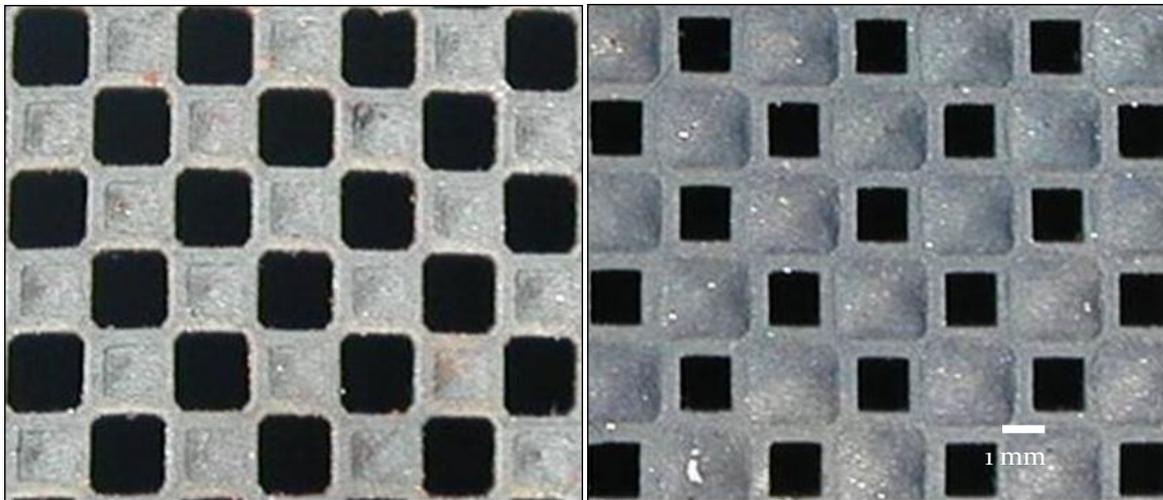


Figure 12 : Faces d'entrée (gauche) et de sortie (droite) des FAP à géométrie « octosquare » (source : PSA)

1.4 ENDOMMAGEMENTS CONSTATES SUR DES FILTRES ISSUS D'ESSAIS SEVERES

La question de l'endommagement mécanique des FAP est traditionnellement abordée au travers d'essais de régénération sévère. Ces essais conduisent à l'endommagement du FAP qui correspond à la limite ultime au-delà de laquelle ce scénario n'est pas envisageable en clientèle.

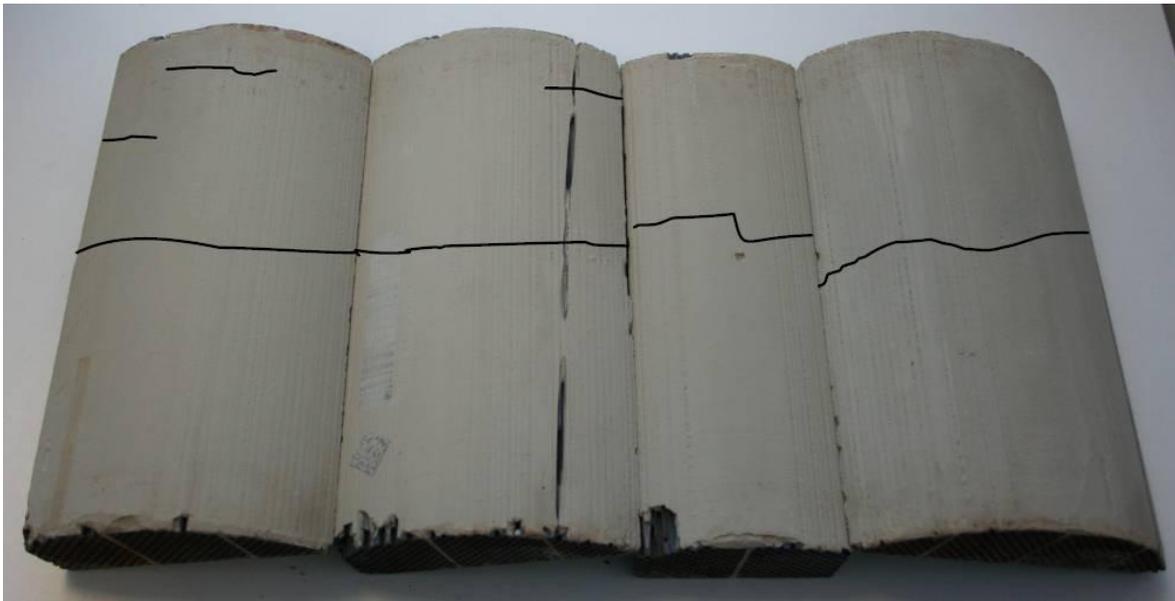


Figure 13 : Spécimen fissuré après régénération sévère au-delà de la « MLS » (périphérie du FAP)

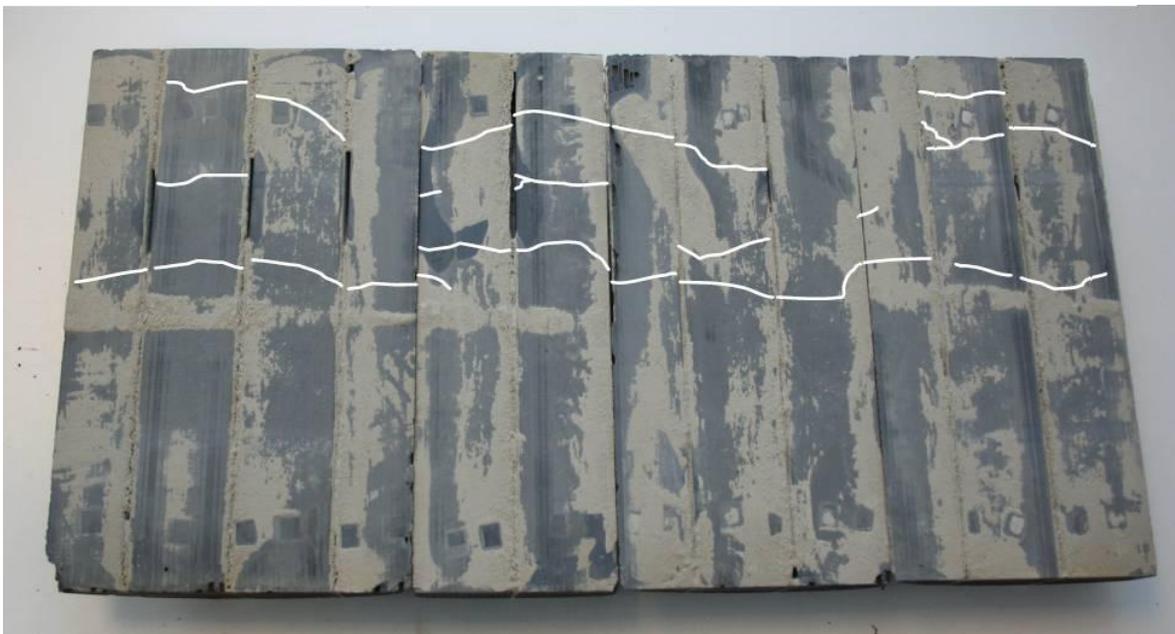


Figure 14 : Spécimen fissuré après régénération sévère au-delà de la « MLS » (faces des segments constituant le FAP)

Ces essais, réalisés sur banc moteur, sont utilisés pour le dimensionnement des FAP par le critère de Masse Limite en Suie (MLS). Comme indiqué dans le paragraphe 1.2.1, la filtration d'un filtre neuf s'effectue tout d'abord par tamisage, puis par les gâteaux de filtration formés par l'accumulation de particules sur les membranes des nids d'abeilles. L'efficacité maximale du filtre neuf ou régénéré est ainsi obtenue au bout d'un certain temps, appelé temps de (re)mise en filtration. L'essai consiste à augmenter les niveaux de chargement en suie dans le filtre jusqu'à ce que le temps de remise en filtration après régénération dépasse nettement le temps de mise en filtration d'un FAP neuf (ou que le FAP ne filtre plus à son efficacité nominale après remise en filtration). La MLS correspond alors au dernier chargement en suie supporté par le FAP sans endommagement. Les filtres qui ont été chargés au-delà de la MLS en régénération sévère présentent des fissures qui sont généralement orthogonales à la direction d'extrusion des nids d'abeilles. Ce type de fissures, que nous dénommerons fissures transversales, peut être rencontré à la fois à la périphérie des FAP (figure 13) et sur les faces des segments qui le constituent (figure 14). Ce type d'endommagement peut être visible même sur des filtres ayant conservé leur capacité filtrante.

Compte tenu du durcissement continu des réglementations sur les émissions des véhicules légers, seule une approche pragmatique du comportement et de l'endommagement mécaniques des FAP peut permettre une utilisation plus fiable de ce système au cours des prochaines années. Les diverses approches de la rupture des FAP (milieux continus, résistance au choc thermique) n'ont pu pour l'instant rendre compte de la complexité des structures et des chargements thermomécaniques rencontrés lors des phases de régénération. Une modélisation précise du comportement mécanique des structures nids d'abeilles à motifs complexes, ainsi qu'une analyse de l'influence des gradients thermiques sur la création de fissures dans ces structures cellulaires doivent être menées, afin d'identifier chacun des facteurs potentiellement influents dans l'apparition des premiers endommagements dans les FAP.

L'étude menant à la compréhension et à la caractérisation de l'endommagement des FAP (c'est-à-dire leur incapacité à assurer leur fonction de filtration) doit être conduite avec en ligne de mire la capacité d'un matériau fissuré à continuer à filtrer efficacement les particules. Au vu du mécanisme de filtration par les « gâteaux » rencontré dans les nids d'abeilles de type Wall-Flow, la prévention de l'apparition des premières fissures garantit la pérennité de la fonction de filtration du FAP.

2 CARACTERISATIONS MICROSTRUCTURALE, TOPOLOGIQUE ET MECANIQUE DES SEGMENTS DE FAP

2.1	ANALYSE DES MEMBRANES DU NID D'ABEILLES	38
2.1.1	<i>Analyse microstructurale du matériau.....</i>	38
2.1.1.1	Micrographies du SiC poreux.....	38
2.1.1.2	Analyse cristallographique du SiC.....	39
2.1.1.3	Analyse topologique du SiC poreux	40
2.1.2	<i>Caractérisation du comportement mécanique du SiC poreux</i>	44
2.1.2.1	Comportement mécanique en fonction de la température	44
2.1.2.2	Mesure du module d'élasticité sur segments.....	46
2.1.2.3	Calcul du module d'élasticité par éléments finis	47
2.2	CONSTRUCTION DU MATERIAU HOMOGENE EQUIVALENT AU NID D'ABEILLES	51
2.2.1	<i>Anisotropie et symétries du motif.....</i>	51
2.2.2	<i>Géométrie du motif.....</i>	52
2.2.3	<i>Définition du Matériau Homogène Equivalent au nid d'abeilles</i>	54
2.3	ANALYSE DE L'ASSEMBLAGE DU FILTRE	55

Pour analyser les causes de la fissuration des filtres à particules, il est nécessaire de connaître les contraintes mécaniques développées pendant la phase de régénération. Ces contraintes peuvent être obtenues par un calcul éléments finis, moyennant un maillage adéquat, la connaissance des sollicitations appliquées et le comportement mécanique du matériau.

Dans le cas des segments en nid d'abeilles, constituant principal du FAP, une simulation par éléments finis de la structure cellulaire réelle nécessiterait de trop importantes ressources de calcul car il s'agirait alors de mailler fidèlement la géométrie, ce qui impliquerait un nombre d'éléments démesurément grand. La définition d'un Matériau Homogène Equivalent (MHE), représentatif du comportement anisotrope de la structure cellulaire dans son ensemble, permet de contourner ce problème et de réaliser des calculs simples et peu gourmands en temps de calcul.

Les membranes des nids d'abeilles sont constituées de carbure de silicium (SiC) à forte porosité. Leur comportement mécanique doit être caractérisé pour définir celui du matériau homogène équivalent.

Pour caractériser les propriétés élastiques du matériau, nous avons disposé, en plus de segments (modules) de nid d'abeilles, d'éprouvettes rectangulaires de 4 mm × 3 mm × 45 mm de SiC poreux, de caractéristiques identiques à celles du matériau constitutif des membranes.

En premier lieu, le SiC poreux constitutif des membranes des segments a été étudié par analyse topologique et cristalline, afin de vérifier son isotropie mécanique.

Son comportement mécanique en température a été déterminé par des essais en flexion réalisés sur les éprouvettes de dimensions 4 mm × 3 mm × 45 mm.

Des mesures du module d'élasticité ont été réalisées sur les segments, par analyse des fréquences propres de vibration. Le module a été également évalué par simulation numérique sur un élément de volume de SiC poreux obtenu par microtomographie par rayons X.

La géométrie de la structure cellulaire des segments a été finalement caractérisée pour obtenir, par homogénéisation périodique, les coefficients de la matrice d'élasticité du MHE anisotrope.

2.1 ANALYSE DES MEMBRANES DU NID D'ABEILLES

2.1.1 ANALYSE MICROSTRUCTURALE DU MATERIAU

2.1.1.1 MICROGRAPHIES DU SiC POREUX

Des micrographies réalisées au microscope électronique à balayage (MEB) ont révélé la microstructure du SiC poreux constituant les membranes du nid d'abeilles : deux exemples sont donnés dans la figure 15.

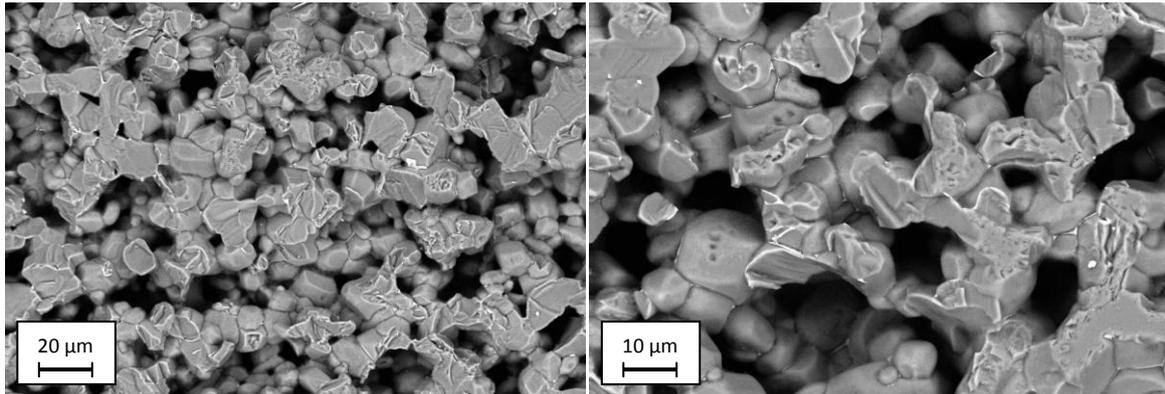


Figure 15 : Micrographies MEB en électrons rétrodiffusés d'une face découpée de membrane de nid d'abeilles

Ces micrographies révèlent une taille de grains variant de quelques micromètres à quelques dizaines de micromètres.

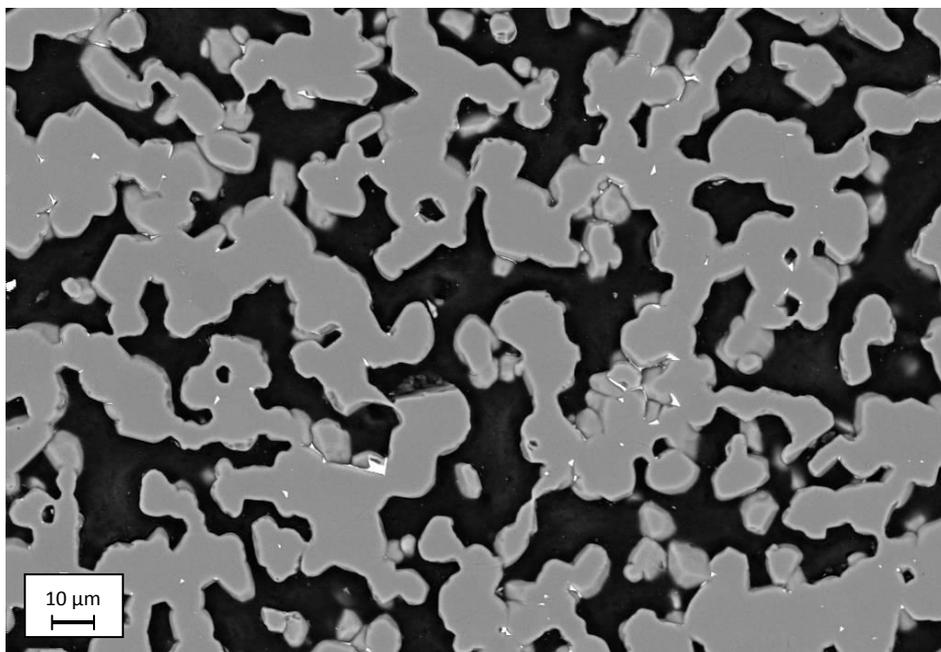


Figure 16 : Micrographies MEB en électrons rétrodiffusés d'une face polie de membrane de nid d'abeilles

Les observations en MEB réalisées sur échantillons polis, en mode d'électrons rétrodiffusés (figure 16), font apparaître un élément plus lourd que le SiC aux joints de grains : la présence de fer est révélée par analyse dispersive en énergie (EDX). Le fer serait utilisé comme additif de frittage, vraisemblablement dans le but d'abaisser la température de frittage, réalisé ici sans pression.

2.1.1.2 ANALYSE CRISTALLOGRAPHIQUE DU SiC

Pour déterminer les phases de carbure de silicium présentes dans le matériau des membranes, des échantillons ont été analysés par diffraction des rayons X.

Les résultats présentés ont été obtenus sur un échantillon de membrane, prélevé en peau (face extérieure du segment), qui offre une surface suffisamment grande d'interaction avec le faisceau de rayons X.

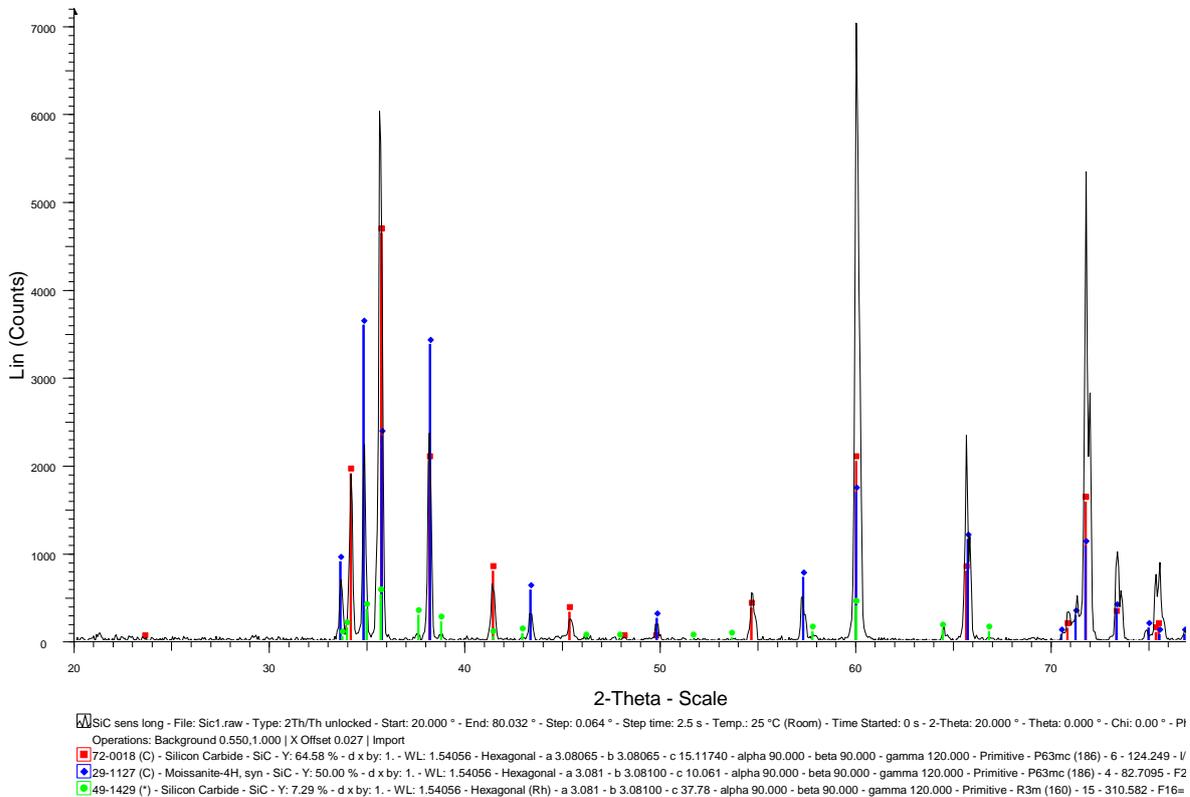


Figure 17 : Diffractogramme X réalisé sur la peau extérieure des segments en nid d'abeilles

L'identification des phases sur le diffractogramme fait apparaître trois formes cristallines, toutes trois hexagonales. Le procédé de mise en forme par extrusion est parfois à l'origine d'une orientation préférentielle des grains, en alignant leur plus grande dimension préférentiellement dans la direction d'extrusion [Lachman 1981]. Cette constatation a été réalisée sur des substrats de pot catalytique en cordiérite : le matériau, de structure orthorhombique, présentait des grains allongés, préférentiellement orientés dans la direction d'extrusion. Cette texturation avait pour conséquence une anisotropie de dilatation du matériau.

Des mesures selon différentes orientations de l'échantillon, ainsi qu'en faisant tourner le porte-objet durant l'acquisition, ont été réalisées pour tenter de détecter une éventuelle texturation du matériau. La comparaison des trois diffractogrammes est représentée sur la figure 18.

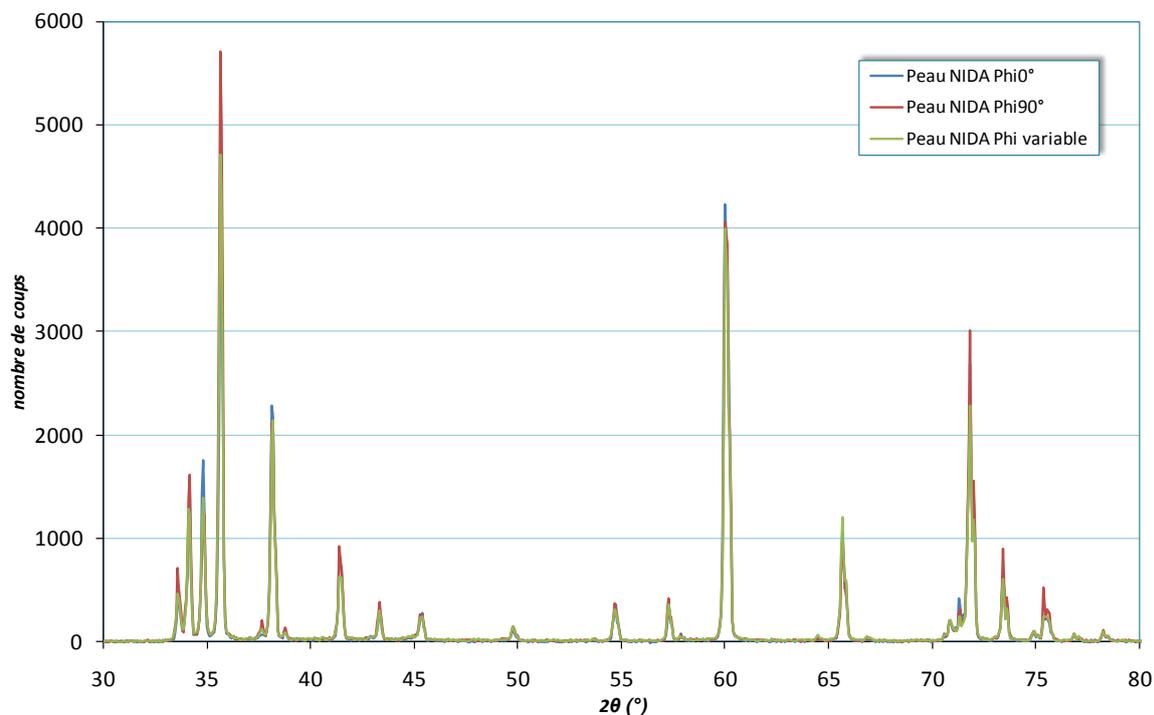


Figure 18 : Diffractogrammes effectués sur la peau extérieure des segments en nid d'abeilles sous différentes directions

Les trois diffractogrammes présentent les mêmes pics, seules les amplitudes varient légèrement. Au vu de ces résultats, le réseau cristallin peut être considéré comme non texturé, ce qui permet de conclure sur l'isotropie mécanique du matériau d'un point de vue cristallin.

2.1.1.3 ANALYSE TOPOLOGIQUE DU SIC POREUX

Le procédé d'extrusion peut également être à l'origine d'une orientation topologique des grains du matériau, même si ces derniers sont polycristallins : ce point devait encore être vérifié pour conclure sur l'isotropie du matériau constitutif des membranes.

Des observations sur de fins échantillons de membranes prélevés au sein d'un segment ont été réalisées en microtomographie par rayons X à l'ESRF de Grenoble (ligne ID19). Des images 3D d'échantillons de 1,4 mm × 1 mm × 0,4 mm ont été obtenues sous une résolution de 0,7 μm (taille du pixel).

Le principe de la technique de microtomographie par rayons X est schématisé par la figure 19.

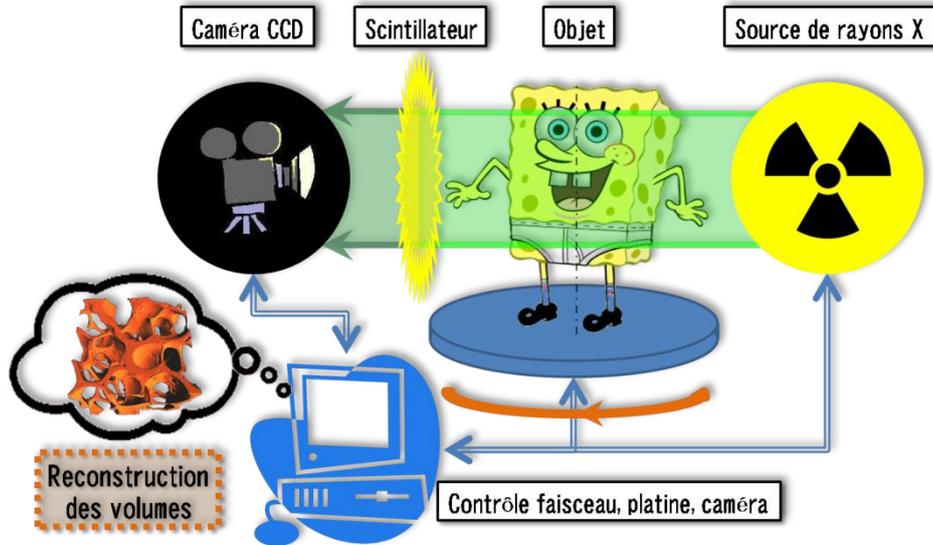


Figure 19 : Principe d'obtention des images 3D en microtomographie par rayons X

L'objet à étudier, monté sur un plateau rotatif doté d'un moteur pas-à-pas permettant des rotations de quelques fractions de degrés ($< 0,3^\circ$), est traversé par un faisceau de rayons X parallèles, monochromatiques et de forte puissance (jusqu'à 100 keV). Un écran fluorescent (scintillateur), placé entre l'échantillon et la caméra CCD, produit une lumière visible captée par la caméra. Le rapport entre l'intensité transmise et l'intensité incidente du faisceau est enregistré pour chaque position angulaire du plateau. Sachant que l'intensité du faisceau transmis est dépendante de la structure et du matériau traversés, les niveaux obtenus peuvent être reliés à la morphologie de l'échantillon. Un algorithme de reconstruction des volumes permet l'obtention d'une image tridimensionnelle de l'échantillon à partir des projections 2D.

Ces images ont été réalisées lors d'une campagne menée par l'équipe CHT du Centre des Matériaux sur des matériaux réfractaires à très haute teneur en zircone. L'énergie du faisceau (40 keV) a été choisie en fonction de ces matériaux, de masse atomique plus élevée. Malgré la puissance importante du faisceau, les images obtenues restent de bonne qualité et fournissent une représentation tridimensionnelle satisfaisante du matériau. La résolution de la caméra étant de $0,7 \mu\text{m}$ (taille du pixel) et le capteur comportant 2048×2048 pixels, des images d'une hauteur de 1,433 mm ont été obtenues. La sections des échantillons scannés a une épaisseur de 0,4 mm (épaisseur de membrane) et une largeur d'environ 1 mm.

Pour réaliser sur ces images différentes analyses morphologiques permettant de vérifier l'agencement spatial des deux phases (SiC et pores) au sein du matériau, il a été nécessaire, dans un premier temps, de « binariser » les images pour différencier le SiC et les pores (opération de segmentation).

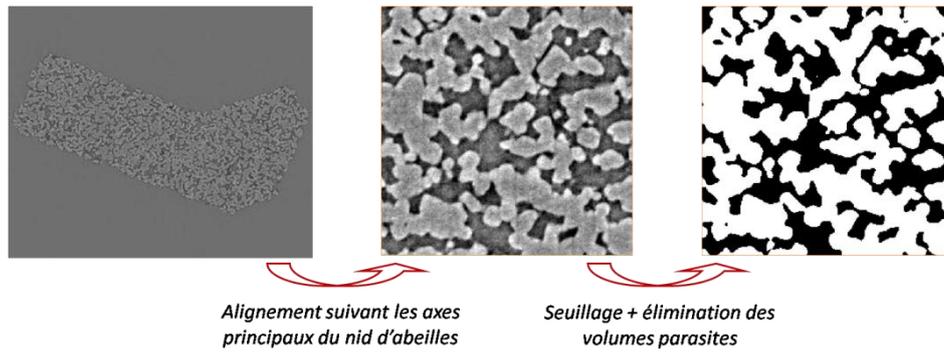


Figure 20 : Principe de traitement des images pour l'identification des phases

Cette opération a été réalisée au moyen d'Avizo [Avizo 2007], logiciel de visualisation tridimensionnelle. Elle consiste en un seuillage de l'image en fonction de son histogramme en niveaux de gris, puis à une opération de discrimination des volumes « parasites », non reliés à la structure principale et résultants de niveaux de gris communs aux deux phases dans l'image tridimensionnelle obtenue par microtomographie.

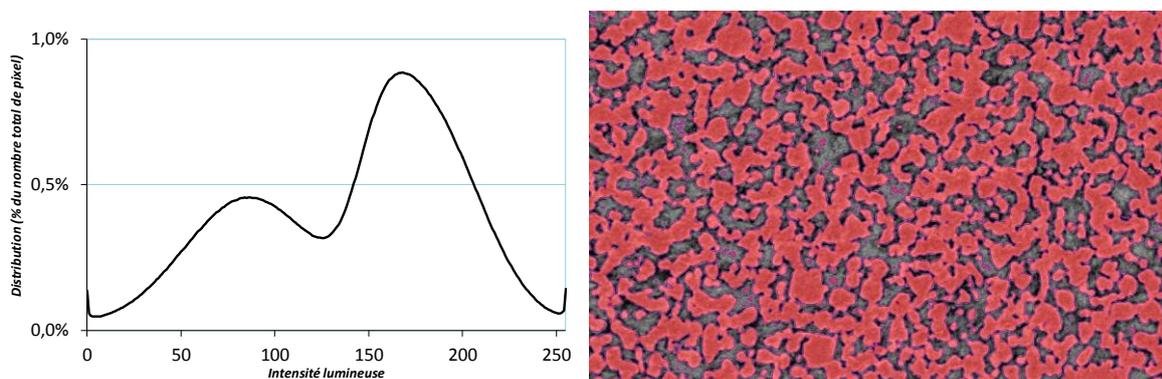


Figure 21 : Distribution des niveaux de gris dans un volume et seuillage correspondant (logiciel Avizo)

A partir de l'image binaire (noir et blanc) ainsi obtenue, des calculs de distribution des phases et de covariance ont été réalisés.

L'agencement spatial des phases au sein des membranes est une donnée importante pour pouvoir statuer sur l'isotropie du SiC poreux. La covariance est un outil d'analyse morphologique permettant de renseigner sur la répartition des phases au sein du matériau et de dégager les grandeurs caractéristiques de ces phases [Matheron 1967] [Jeulin 2001].

Elle est formulée par [Jeulin 2001] de telle sorte :

La covariance $C(x, x + h)$ d'un ensemble aléatoire A est donnée par :

$$C(x, x + h) = P\{x \in A, x + h \in A\}$$

Elle dépend seulement du vecteur h et s'écrit $C(h)$ pour un ensemble aléatoire stationnaire. Si, de plus, A est ergodique, $C(h)$ s'exprime en fonction de la fraction volumique de $A \cap A_{-h}$:

$$C(h) = V_V(A \cap A_{-h})$$

En d'autres termes, on effectue une translation de l'image binarisée dans une direction donnée, puis on calcule l'intersection C entre l'ensemble A (ou phase A) de l'image d'origine et de l'image tradatée. Ce calcul est réalisé pour plusieurs valeurs de h , le vecteur de translation, et l'on reporte le graphe de C en fonction de h .

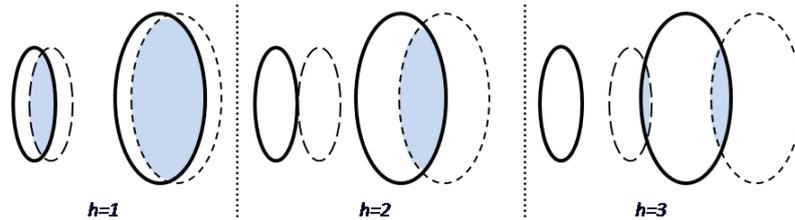


Figure 22 : Principe de calcul de la covariance : pour chaque pas de translation (h), la covariance est donnée par l'intersection des phases de l'image d'origine (traits pleins) et de l'image tradatée (traits pointillés)

Cette mesure est entreprise dans les trois directions de l'espace dans le cas d'une image tridimensionnelle. On détermine ainsi les évolutions de la covariance dans toutes les directions de l'espace qui, si elles sont identiques, traduisent l'isotropie de répartition des phases dans le matériau.

Toujours selon [Jeulin 2001], la covariance possède les propriétés suivantes :

- $C(0) = P(x \in A) = p$, fraction volumique initiale de la phase considérée ;
- $C(\infty) = p^2$, la covariance d'un ensemble aléatoire atteint un palier ;
- $C(L) = C(\infty) = p^2$, le palier est atteint à une distance L , appelée portée, qui est la longueur caractéristique de la structure dans la direction considérée.

On peut ainsi obtenir directement la mesure de la porosité par la covariance et déterminer la taille moyenne des pores ou des grains de SiC.

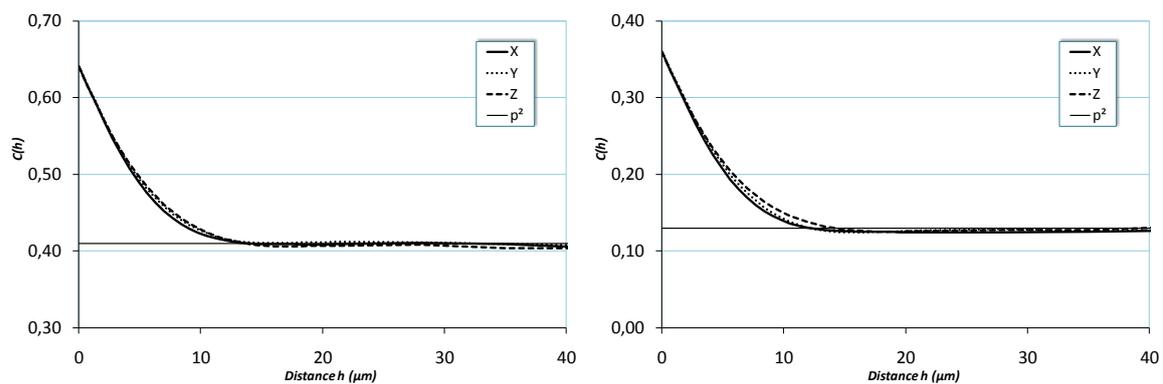


Figure 23 : Covariance en fonction de la distance h calculée dans les trois directions de l'espace pour les pores (à gauche) et les grains de SiC (à droite)

La covariance est calculée sur plusieurs éléments de volume, pour chaque phase et dans les trois directions de l'espace. Le palier confirme la distribution aléatoire des deux phases dans le matériau. Il

est atteint à la même distance h dans les trois directions pour le SiC, comme pour la porosité, et témoigne de l'isotropie topologique des deux phases.

On déduit également de ces courbes la porosité qui varie entre 36 et 38% pour les deux échantillons considérés, ainsi que la taille caractéristique des deux phases du matériau entre 10 et 15 μm , ce qui confirme les observations effectuées sur les micrographies du matériau.

L'isotropie cristallographique et l'isotropie topologique du matériau ayant été démontrées, on en déduit l'isotropie mécanique du SiC poreux constitutif du nid d'abeilles.

2.1.2 CARACTERISATION DU COMPORTEMENT MECANIQUE DU SiC POREUX

Pour identifier le comportement mécanique du SiC poreux en fonction de la température, des éprouvettes rectangulaires de dimensions 4 mm \times 3 mm \times 45 mm ont été utilisées. Ce format d'éprouvettes est standard pour l'évaluation des propriétés mécaniques des céramiques à chaud. Leur représentativité du SiC constituant les filtres à particules est démontrée dans l'annexe A.

2.1.2.1 COMPORTEMENT MECANIQUE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE

Deux types d'essai ont été entrepris pour déterminer le comportement du matériau à chaud : un essai de fluage anisotherme (élévation de température sous charge constante) jusqu'à 1500°C, et des mesures du module d'élasticité à 20°C et 1300°C.

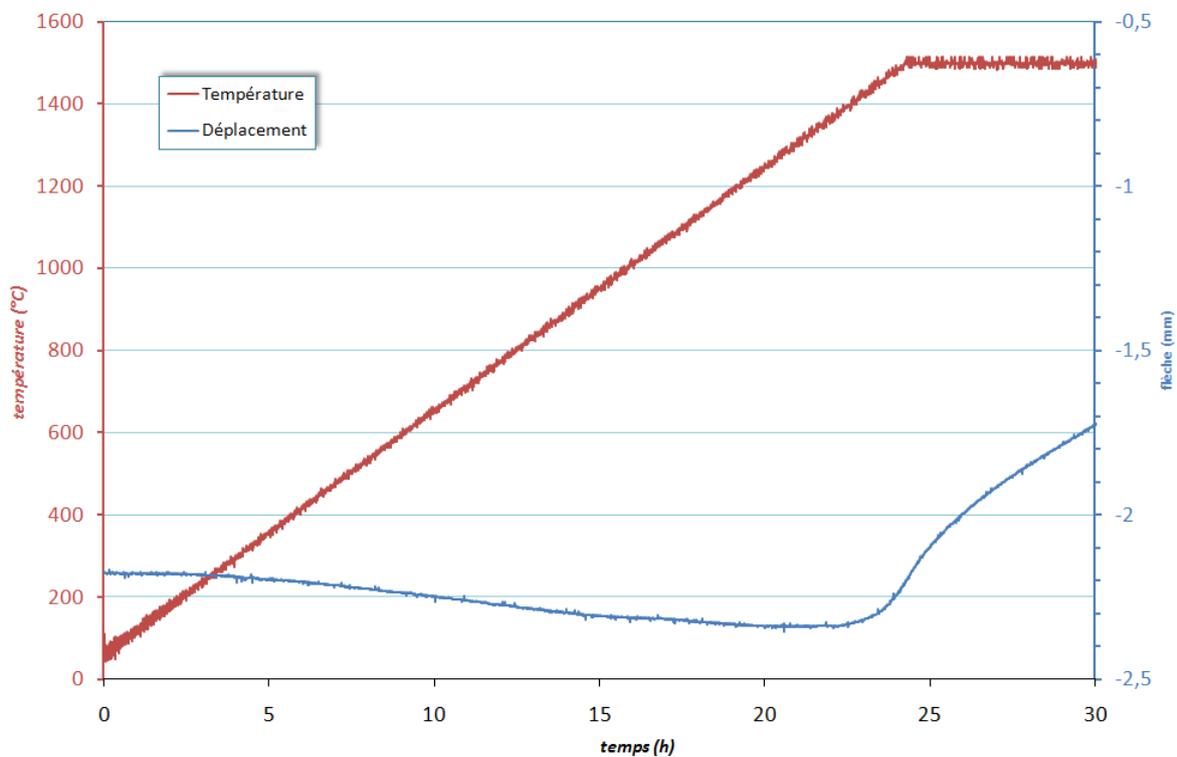


Figure 24 : Evolution de la température et de la flèche mesurée lors de l'essai de fluage anisotherme

Les essais anisothermes ont été réalisés en flexion trois points dans un four. La flèche de l'éprouvette est mesurée en continu sous une contrainte de 50 MPa, contrainte correspondant à 80% de la contrainte à la rupture mesurée sur ces éprouvettes (64 MPa).

On observe sur la figure 24 une rapide augmentation de la déformation à partir d'environ 1400°C (la variation de déformation entre 20 et 1400°C correspond à la dérive de l'extensomètre pendant la montée en température). L'absence de déformation jusqu'à 1400°C, sous une charge importante (80% de la charge à rupture), dénote un comportement *a priori* élastique du SiC poreux jusqu'à 1400°C.

Le module d'élasticité a ensuite été mesuré à 20°C et 1300°C par le même dispositif de flexion trois points. Les contraintes et déformations représentées sur la figure 25 ont été calculées à partir des relations suivantes, issues de la théorie des poutres :

$$\sigma = \frac{3FL}{2bh^2}$$

$$\varepsilon = \frac{6fh}{L^2}$$

où σ et ε représentent les contrainte et déformation en face inférieure de l'éprouvette, F la force appliquée, f la flèche mesurée sous le point d'application de la force, b et h la profondeur et la hauteur de la section de l'éprouvette et L la distance entre les points d'appui.

Les mesures du module d'élasticité à l'ambiante et à 1300°C confirment l'effet limité de la température sur les propriétés mécaniques. Ces mesures permettent de confirmer le comportement élastique du matériau et de vérifier la constance du module en température.

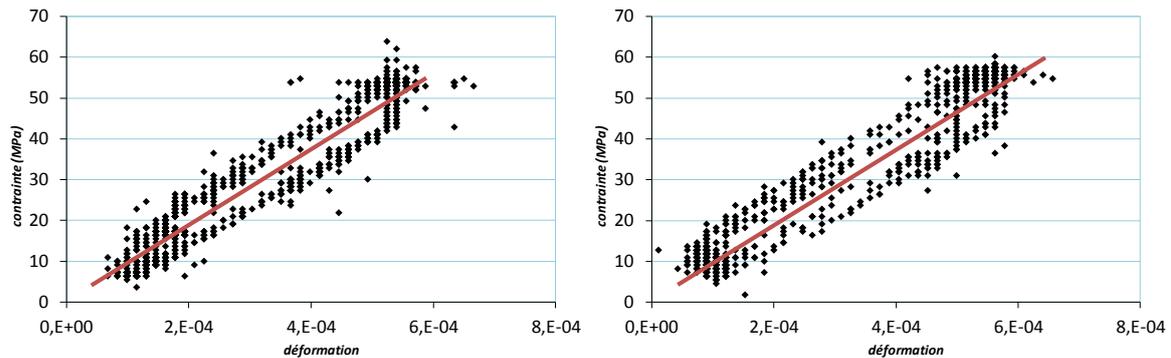


Figure 25 : Mesures des contraintes et déformations au cours de cycles en contrainte à 20 et 1300°C, les modules d'élasticité sont calculés à partir de la droite en rouge

Le module d'élasticité calculé aux deux températures est identique (90 GPa). Il est en bon accord avec le module mesuré lors d'un précédent essai de flexion à rupture sur les éprouvettes 4 mm × 3 mm × 45 mm.

On conclut que le comportement du matériau reste purement élastique linéaire, avec un module d'élasticité constant dans la gamme de température de l'étude, à savoir entre 20 et 1300°C.

2.1.2.2 MESURE DU MODULE D'ELASTICITE SUR SEGMENTS

Les essais réalisés sur les éprouvettes parallélépipédiques ont permis de caractériser le comportement en température du SiC poreux : le comportement est purement élastique et de module d'élasticité constant de la température ambiante jusqu'à 1300°C.

Afin de confirmer ce résultat sur le matériau constitutif des membranes du nid d'abeilles, le module d'élasticité du SiC poreux a également été déterminé sur les segments composant le filtre.

Les mesures ont été conduites en résonance libre. Cette méthode permet, par la mesure des fréquences propres de différents modes de vibration (figure 26), de déterminer les caractéristiques élastiques d'une structure.

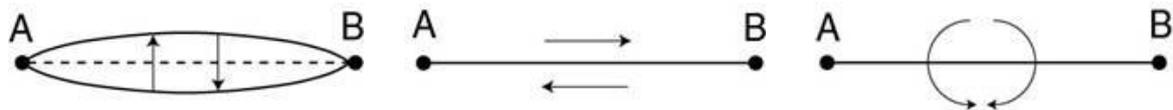


Figure 26 : Principaux modes de vibration en résonance libre (flexion, traction/compression et torsion)

La mesure de la fréquence de résonance est réalisée par un microphone ou un capteur piézoélectrique, les modes de vibration étant « suggérés » par l'opérateur (placement des supports sur les nœuds, frappe sur les lieux des ventres désirés). Les essais ont été menés sur des segments de différentes longueurs (100 et 278 mm). Deux modes de vibration (traction/compression et flexion) ont été analysés, permettant de déterminer le module d'élasticité du barreau dans la direction d'extrusion. Les fréquences moyennes, ainsi que les modules d'élasticité correspondants, sont reportés pour chaque mode dans le tableau 3.

L (mm)	278		110	
	Flexion	Traction/compression	Flexion	Traction/compression
f (MHz)	2,8	11,8	14,5	30
E (GPa)	27,9	29,5	27,4	29,8

Tableau 3 : Fréquences de résonance mesurées en flexion et traction/compression et modules d'élasticité correspondants pour deux longueurs de segment

Les modules d'élasticité ont été calculés au moyen du logiciel WinEmod [WinEmod 2003] de Grindosonic selon les normes [ASTM E1876] et [ASTM C1259]. Les modules ainsi calculés sont ceux du Matériau Homogène Equivalent (MHE) dans la direction d'extrusion. Pour déterminer le module d'élasticité du SiC poreux constitutif des membranes, le module du MHE doit être multiplié par le rapport de la section résistante (section de matière) sur la section totale du segment.

Le rapport entre la surface de SiC et la surface totale peut être mesuré par analyse d'image. Une section de nid d'abeilles de faible épaisseur a été enrobée dans une résine colorée, puis scannée. La résine colorée permet de rehausser le contraste et de faciliter le seuillage de l'image. Des opérations de fermeture³ sont utilisées pour obtenir une image binarisée satisfaisante.

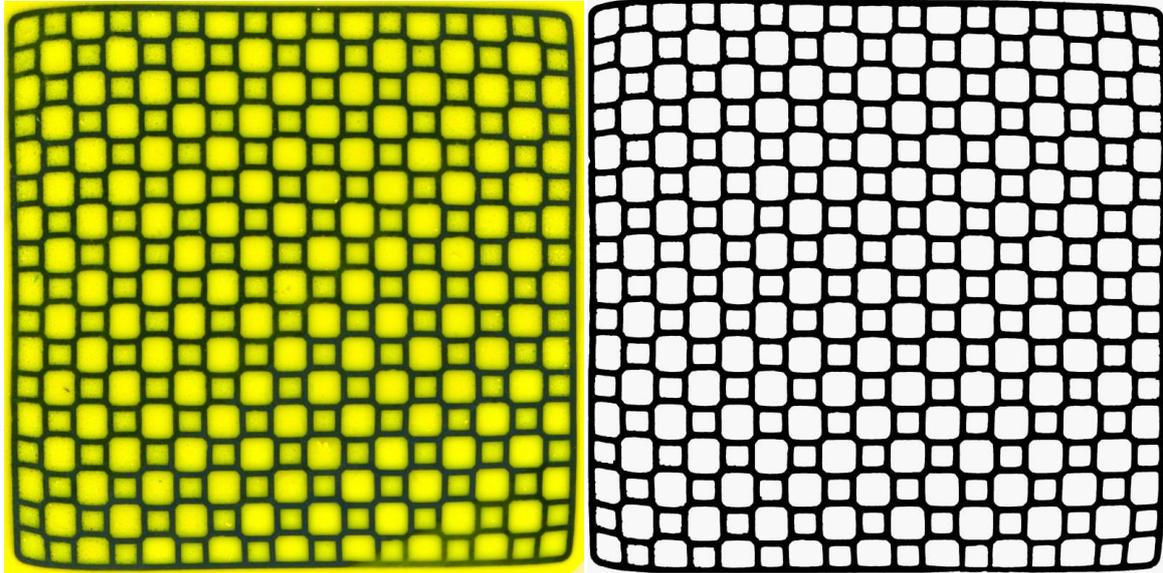


Figure 27 : Images d'une section de segment brute (à gauche) et après seuillage (à droite)

La mesure du rapport entre la surface de SiC et la surface totale sur cette image donne une valeur de 35,7%. On peut noter les défauts de géométrie des segments en nid d'abeilles sur ces images ; les faces ne respectent pas une parfaite planéité et les cellules de coin sont distordues. La section n'est pas parfaitement carrée et la largeur d'un module peut varier entre 34,1 et 34,7 mm selon le spécimen et selon l'endroit où la mesure est prise.

Le module d'élasticité du SiC poreux peut ainsi être déduit du ratio mesuré en analyse d'image et du module d'élasticité déterminé par résonance libre. Il est ainsi encadré entre 77 et 83 GPa.

2.1.2.3 CALCUL DU MODULE D'ELASTICITE PAR ELEMENTS FINIS

On a cherché à valider les modules précédemment obtenus par le calcul du module d'élasticité par éléments finis. A partir des images tridimensionnelles binarisées, un maillage de la microstructure a été construit, afin de mener des simulations par éléments finis sur des éléments de volume représentatifs de la morphologie du matériau réel. La figure 28 fournit une représentation de ce maillage.

³ Une opération de fermeture est un algorithme de morphologie mathématique permettant, sur une image binarisée (noir et blanc), de combler les trous contenus dans une surface. Elle est obtenue par dilatation (ajout d'une couche d'un pixel sur tous les contours de l'image) puis érosion (retrait d'une couche d'un pixel sur tous les contours) successives de l'ensemble de l'image.

Ces maillages, obtenus à l'aide du logiciel Avizo, ont permis d'entreprendre des calculs de module d'élasticité au moyen du code de calcul Zebulon.

Ces calculs ont été effectués sur des cubes de 105 μm de côté. Différentes conditions aux limites ont été utilisées : conditions « strictes » d'homogénéisation et conditions « mixtes ».

On entend par homogénéisation le passage des champs microscopiques, à l'échelle des hétérogénéités, aux champs macroscopiques à l'échelle globale du matériau homogénéisé.

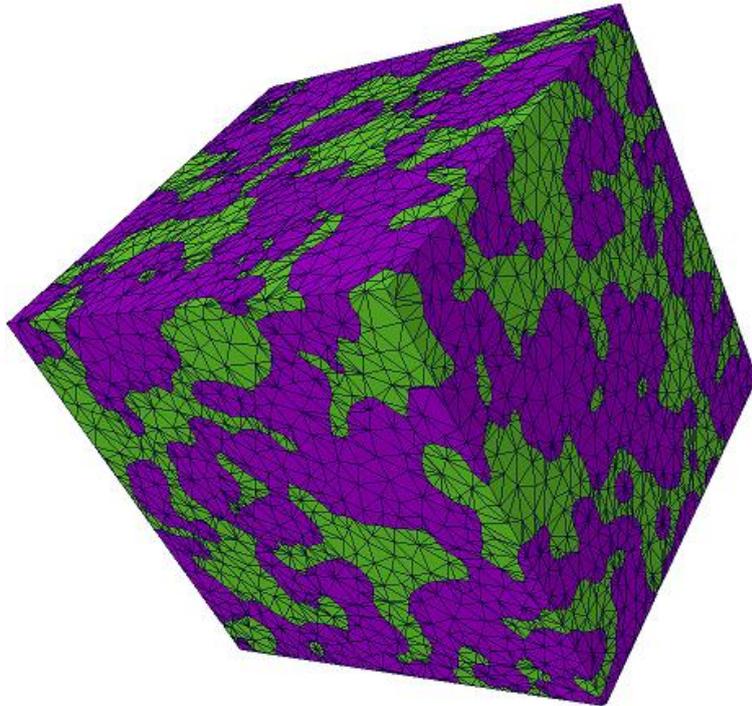


Figure 28 : Maillage d'un volume cubique de SiC poreux de 105 μm de côté (SiC en violet et porosité en vert)

Les grandeurs moyennes, à l'échelle macroscopique, sont définies à partir des grandeurs microscopiques par :

$$\langle C \rangle = \frac{1}{V} \int_V C dV$$

Le volume V , sur lequel le calcul des grandeurs microscopiques est effectué, doit être suffisamment grand devant la taille des hétérogénéités pour pouvoir être considéré comme représentatif (concept de VER, volume élémentaire représentatif).

Il faut toutefois noter qu'une définition exacte de ce volume ne peut être formulée et qu'il convient de considérer la définition de volume « suffisamment grand » relativement à une précision donnée pour une grandeur donnée [Bornert 2001] [Kanit 2003].

Les calculs d'homogénéisation consistent à appliquer à un élément de volume des champs de contrainte (ou de déformation) moyens et à déterminer le champ moyen dual associé. Dans le cas de simulations par éléments finis, on préfère à l'application d'un champ sur un volume l'application des sollicitations sur la frontière de l'élément. Le but est alors de choisir des conditions sur la frontière équivalentes à une sollicitation moyenne sur le volume.

Il existe trois types de conditions aux limites permettant d'arriver à ce résultat :

- contraintes homogènes au contour (Stress Uniform Boundary Conditions – SUBC) ;
- déformations homogènes au contour (Kinematic Uniform Boundary Conditions – KUBC) ;
- champs de contrainte (ou de déformation) périodiques.

L'équivalence de la sollicitation appliquée sur le contour d'un élément de volume à une sollicitation volumique est formalisée par la transformation d'une intégrale de surface en intégrale de volume par le théorème de Gauss-Ostrogradski.

Considérons le cas des déformations homogènes au contour ∂V .

$$\underline{u} = \underline{E} \underline{x}, \forall \underline{x} \in \partial V$$

$$\langle \underline{\varepsilon} \rangle = \frac{1}{V} \int_V \underline{\varepsilon} dV = \underline{E}$$

La justification de la dernière équation est donnée par :

$$\langle \varepsilon_{ij} \rangle = \frac{1}{V} \int_V u_{(i,j)} dV = \frac{1}{V} \int_{\partial V} u_{(i} n_{j)} dS = E_{(ik} \frac{1}{V} \int_{\partial V} x_k n_{j)} dS = E_{(ik} \frac{1}{V} \int_V x_{k,j)} dV = E_{(ik} \delta_{kj)} = E_{ij}$$

Il en va de même pour le cas des contraintes homogènes au contour.

$$\underline{\sigma} \underline{n} = \underline{\Sigma} \underline{n}, \forall \underline{x} \in \partial V$$

$$\langle \underline{\sigma} \rangle = \frac{1}{V} \int_V \underline{\sigma} dV = \underline{\Sigma}$$

Comme indiqué précédemment, les modules obtenus par ce type de méthode sont dépendants du volume V considéré et nécessitent donc une analyse préalable de la taille minimale du volume à prendre en compte pour les calculs. Toutefois, on peut noter que la condition SUBC sous-estime le module calculé pour un volume inférieur au VER alors que la condition KUBC le surestime. On a alors l'encadrement suivant [Huet 1990] :

$$C_{SUBC}^{app} \leq C^{eff} \leq C_{KUBC}^{app}$$

Pour un volume V suffisamment grand, la différence entre les modules calculés par les deux méthodes tend vers zéro et on obtient ainsi la valeur du module effectif [Sab 1992]. Un résultat

analogue est obtenu en multipliant le nombre de réalisations sur des volumes de mêmes dimensions [Kanit 2003]. Cette approche est intéressante dans le cas d'estimation de propriétés à partir de structures aléatoires « virtuelles » (créées selon des schémas probabilistes), mais lourde si l'on considère des microstructures réelles (préparation des volumes et des maillages coûteuse de temps).

La condition périodique peut, quant à elle, n'être appliquée qu'à un matériau périodique, c'est-à-dire un arrangement périodique de cellules identiques dans l'espace. Cette dernière condition est donc naturellement plus adaptée à des matériaux de type nid d'abeilles, dont la géométrie globale peut être déduite à partir de la translation dans les trois directions de l'espace d'une cellule de base.

Les deux autres conditions sont utilisées pour des structures aléatoires où les faces d'un élément de volume ne sont pas en regard l'une de l'autre.

En complément de ces approches, on peut choisir des conditions aux limites « mixtes » : une condition de type KUBC peut être assouplie en laissant libres les nœuds des faces non contraintes (chargement en déplacement, faces libres). De même, une condition SUBC peut être durcie en imposant aux nœuds des faces non contraintes les mêmes déplacements selon la normale, ou en les bloquant (chargement en pression, faces contraintes ou bloquées).

Le tableau ci-dessous présente les modules d'élasticité calculés pour les différentes conditions aux limites et un module d'élasticité de la phase de SiC de 450 GPa, valeur typique d'un carbure de silicium dense.

Conditions aux limites	Faces contraintes en déplacement				Faces contraintes en pression		
	KUBC	Faces bloquées	Faces contraintes	Faces libres	Faces bloquées	Faces contraintes	SUBC
E (GPa)	146	118	110	106	87	82	74

Tableau 4 : Modules d'élasticité effectifs obtenus pour différentes conditions aux limites

Les résultats présentés sont la moyenne des modules calculés dans les trois directions de l'espace ; l'isotropie mécanique du SiC poreux ayant été démontrée, on peut considérer les calculs dans les trois directions comme trois réalisations de volumes différents et obtenir ainsi une meilleure représentativité.

L'encadrement obtenu par les conditions KUBC et SUBC varie du simple au double (de 74 à 146 GPa). Ce résultat indique que le volume choisi est trop faible pour être considéré comme représentatif pour le calcul du module d'élasticité.

Pour estimer le module d'élasticité du SiC poreux, il est préférable de considérer les valeurs obtenues par les conditions mixtes ; on situe alors le module autour de 100 GPa.

Les écarts obtenus pour les différentes conditions aux limites illustrent les limitations d'une méthode numérique pour le calcul des propriétés du matériau constitutif des membranes. Toutefois, les estimations du module d'élasticité obtenues par éléments finis restent dans l'ordre de grandeur des valeurs obtenues expérimentalement.

La caractérisation du matériau constituant les membranes a permis de démontrer l'isotropie du SiC poreux constitutif. Son comportement demeure élastique jusqu'à 1300°C, de module d'élasticité 80 GPa, indépendant de la température. Ces conclusions constituent le point de départ de la caractérisation mécanique du Matériau Homogène Equivalent (MHE) à la structure en nid d'abeilles des segments de FAP.

2.2 CONSTRUCTION DU MATERIAU HOMOGENE EQUIVALENT AU NID D'ABEILLES

L'élément principal du FAP est une structure nid d'abeilles, dite octosquare, composée de deux motifs, carré et octogonal, périodiquement répétés sur la section du module.

L'utilisation d'un modèle homogène équivalent a pour but de diminuer les ressources nécessaires aux calculs par éléments finis sur le nid d'abeilles en évitant la charge et la redondance de la définition explicite de la géométrie. Il doit rendre compte de l'anisotropie de la structure réelle et de son comportement mécanique.

2.2.1 ANISOTROPIE ET SYMETRIES DU MOTIF

Les segments de filtre considérés comme homogènes présentent une forte anisotropie ; la direction d'extrusion constitue une direction forte où le comportement est similaire à celui du SiC poreux, au rapport de la section résistante sur la section totale du segment près (§ 2.1.2.2), tandis que les directions orthogonales à l'axe d'extrusion sont très dépendantes de la géométrie des motifs et représentent ainsi des directions faibles en raison des possibilités de flexion et de flambement des membranes.

La géométrie octosquare présente plusieurs symétries : elle est invariante pour chaque rotation de $\pi/2$ autour de l'axe d'extrusion du nid d'abeilles. On a par conséquent la relation suivante sur le tenseur d'élasticité :

$$A = P^{-1}P^{-1}APP$$

$$P = \begin{pmatrix} \cos \frac{\pi}{2} & \sin \frac{\pi}{2} & 0 \\ -\sin \frac{\pi}{2} & \cos \frac{\pi}{2} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

La forme du tenseur d'élasticité est donc la suivante :

$$\begin{pmatrix} A_{11} & A_{12} & A_{13} & 0 & 0 & 0 \\ A_{12} & A_{11} & A_{13} & 0 & 0 & 0 \\ A_{13} & A_{13} & A_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & A_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & A_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & A_{66} \end{pmatrix}$$

C'est une forme quadratique (orthotrope à deux directions équivalentes) à six composantes indépendantes.

Les symétries de la structure ayant permis d'obtenir la forme générale du tenseur d'élasticité, la géométrie doit être définie pour identifier les six composantes indépendantes qui le constituent.

2.2.2 GEOMETRIE DU MOTIF

La géométrie est construite sur la base des mesures réalisées sur les nids d'abeilles. La géométrie n'étant pas parfaite (cf § 2.1.2.2 et figure 29), les grandeurs sont moyennées pour la définition du modèle numérique. Elles sont issues des grandeurs macroscopiques de la structure (taille de la section totale des segments) et microscopiques (épaisseur de membrane, largeurs des cellules et éventuellement congés de raccordement).

Les détails de la microstructure sont présentés ci-dessous :

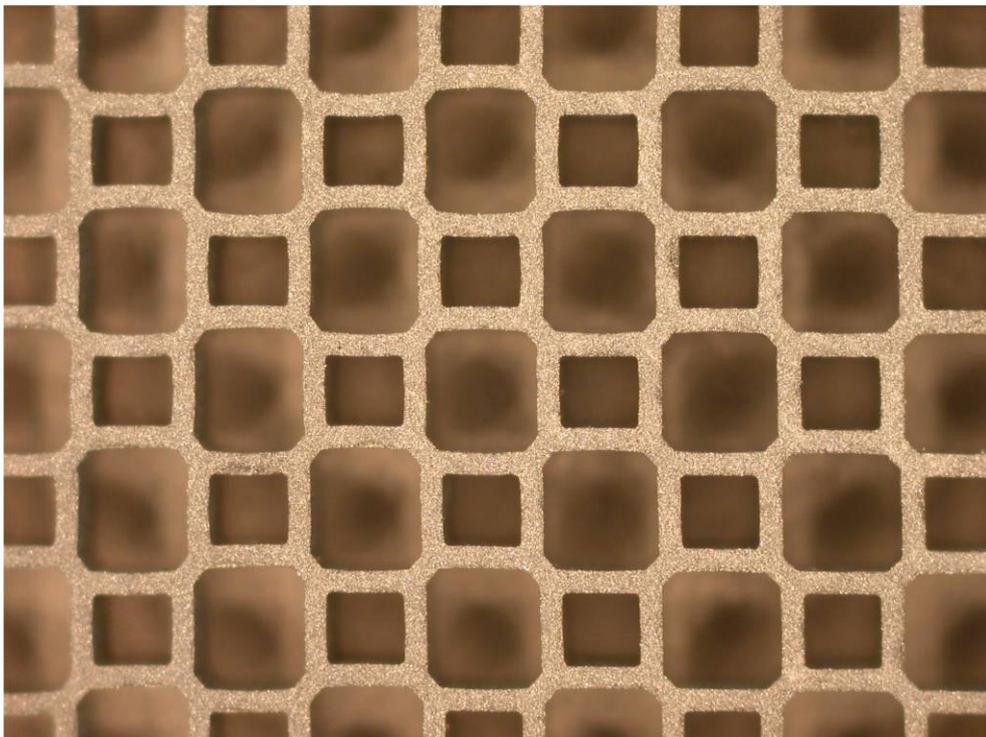


Figure 29 : Détail d'une section de segment et défauts de forme

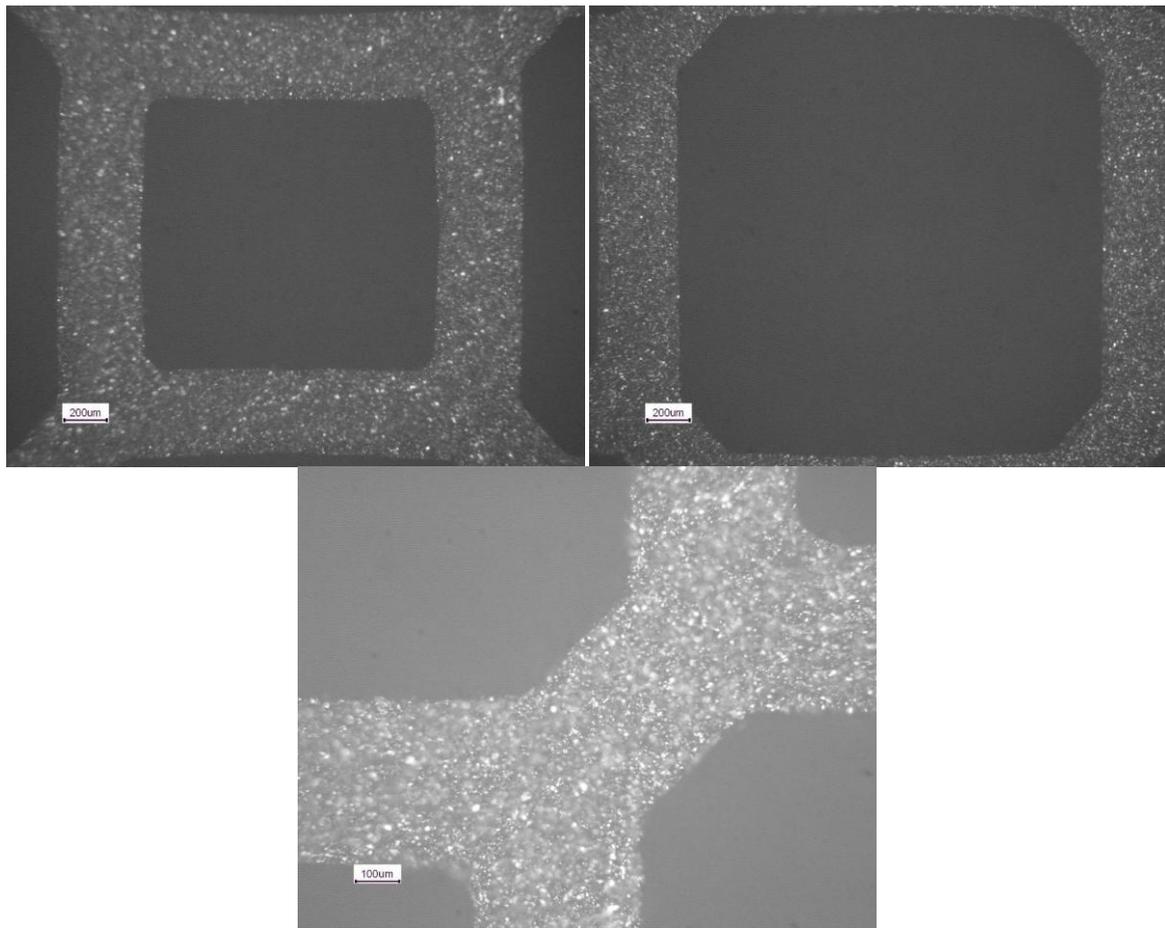


Figure 30 : Détails de la géométrie octosquare (microscopie optique)

La géométrie définie d'après les mesures est présentée ci-dessous :

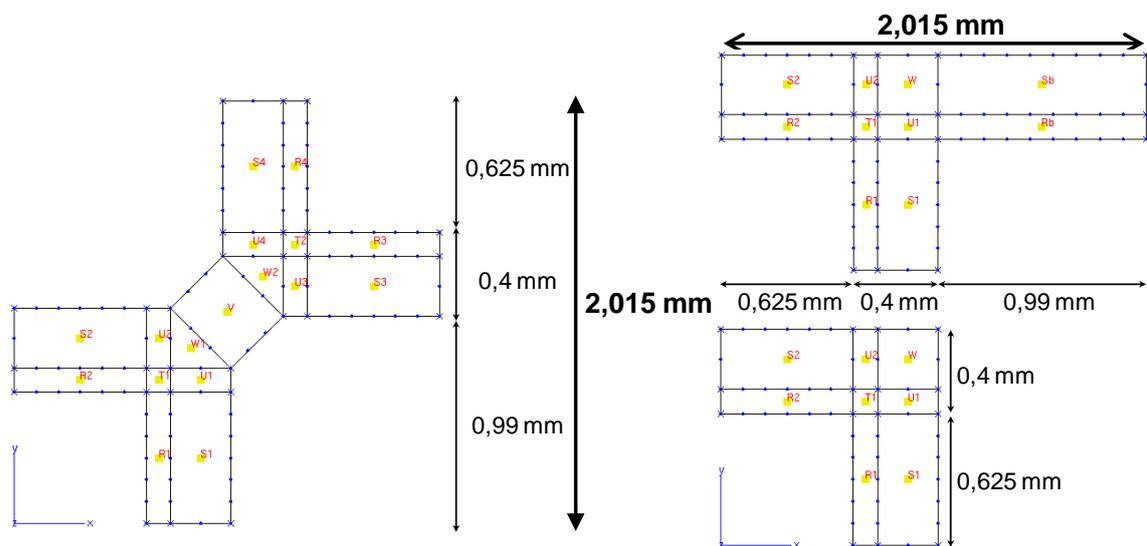


Figure 31 : Définition de la géométrie octosquare pour le calcul numérique (corps de section, bord et coin)

Les cellules étant définies de la sorte, la section du segment est 34,29 mm × 34,29 mm et le ratio de la section résistante sur la section totale du segment est de 35%. En comparaison à la section de

34,1 mm × 34,7 mm et au rapport entre la surface de SiC et la surface totale de 35,7% mesurés au §2.1.2.2, le motif ainsi défini traduit correctement la géométrie réelle du nid d'abeilles.

2.2.3 DEFINITION DU MATERIAU HOMOGENE EQUIVALENT AU NID D'ABEILLES

Les six composantes du tenseur d'élasticité du MHE sont identifiées par un calcul d'homogénéisation périodique sur une cellule élémentaire du nid d'abeilles.

Dans le cas de structures périodiques, on considère que le champ local des déformations oscille de manière périodique autour de la valeur moyenne non nulle du matériau homogène. Le champ de déplacements s'écrit alors selon la décomposition :

$$\underline{u} = \underline{\underline{E}} \underline{x} + \underline{u}', \forall \underline{x} \in V$$

avec \underline{u}' périodique.

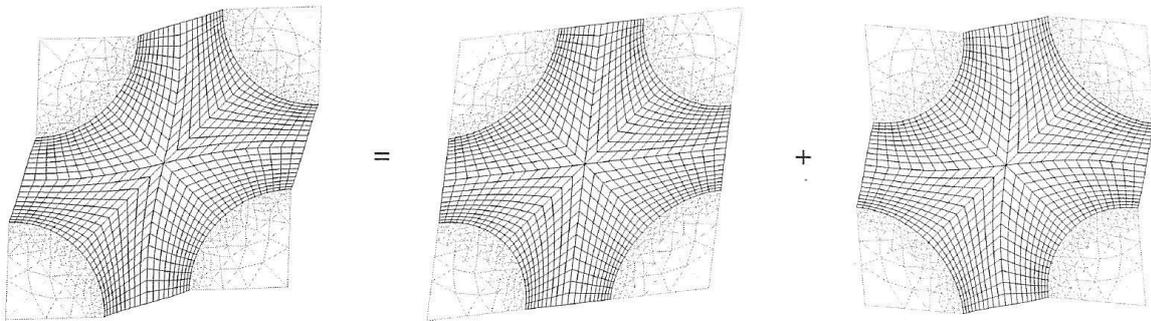


Figure 32 : Décomposition en parties moyenne et fluctuante du champ de déformation [Bornert 2001]

La décomposition en partie moyenne ($\underline{\underline{E}} \underline{x}$) et périodique (fluctuante \underline{u}') est illustrée sur la figure 32.

La périodicité se retrouve également sur le champ local de contraintes, celui-ci satisfaisant les conditions d'équilibre dans le volume V et sur le contour ∂V .

$$\begin{cases} \operatorname{div}(\underline{\underline{\sigma}}) = 0 \text{ dans } V \\ \underline{\underline{\sigma}} \underline{n} \text{ opposés sur côtés opposés de } \partial V \end{cases}$$

La cellule périodique la plus petite permettant de rendre compte de la forme du tenseur d'élasticité décrit précédemment est présentée ci-dessous.

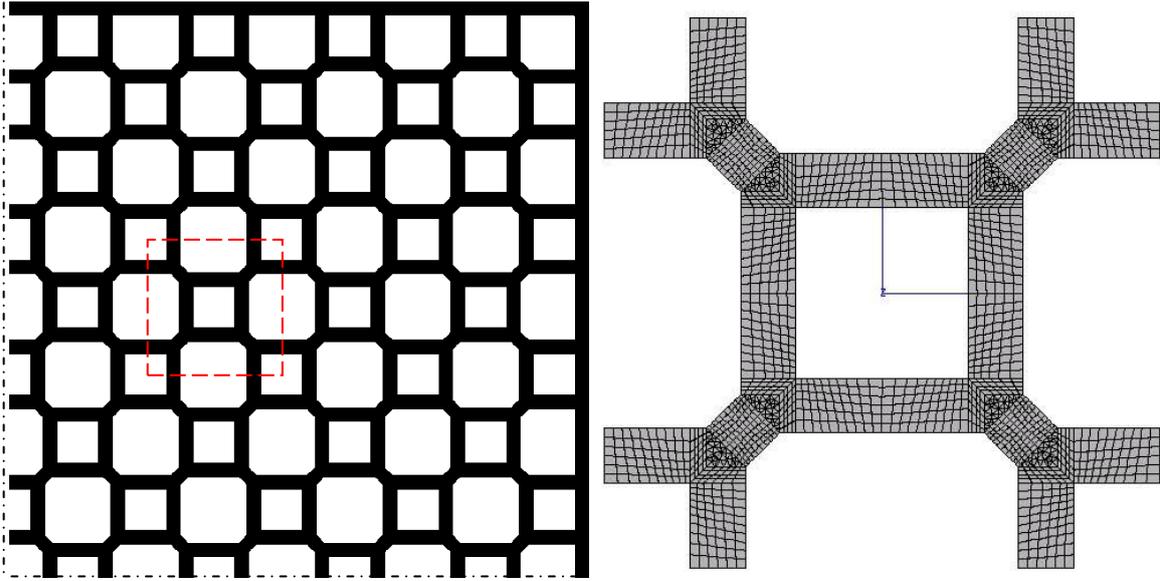


Figure 33 : Cellule périodique unitaire de la géométrie octosquare

Le calcul par homogénéisation périodique est réalisé au moyen du code de calcul Zebulon. A chaque couple de nœuds, appartenant au cube englobant la cellule périodique et en regard l'un de l'autre, est appliquée la condition de périodicité. Six sollicitations unitaires, traction et cisaillement dans les trois directions de l'espace, sont appliquées à cet élément de volume. Le tenseur d'élasticité du MHE est reconstruit à partir des contraintes moyennes calculées pour chaque sollicitation, normées par le volume total de la cellule périodique (volume du cube englobant la cellule).

Le SiC poreux est considéré élastique isotrope et de module d'élasticité 80 GPa tel que mesuré expérimentalement sur le nid d'abeilles. Le calcul par éléments finis confirme le bien-fondé de la forme choisie pour le tenseur d'élasticité. Les coefficients calculés sont présentés ci-dessous.

$$\begin{pmatrix} 1.195 \cdot 10^4 & 6.822 \cdot 10^3 & 5.632 \cdot 10^3 & 0 & 0 & 0 \\ 6.822 \cdot 10^3 & 1.195 \cdot 10^4 & 5.632 \cdot 10^3 & 0 & 0 & 0 \\ 5.632 \cdot 10^3 & 5.632 \cdot 10^3 & 3.066 \cdot 10^4 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 6.086 \cdot 10^3 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 6.086 \cdot 10^3 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 8.319 \cdot 10^2 \end{pmatrix}$$

2.3 ANALYSE DE L'ASSEMBLAGE DU FILTRE

Les segments en nids d'abeilles composant le FAP sont assemblés par un coulis de liaison. Ce coulis a entre autres rôles l'accommodation des gradients de déformation développés dans les segments soumis à des gradients thermiques élevés (cf. §.1.2.3 [Ohno 2003]). Une section de FAP est présentée à la figure 34 et détaillée à la figure 35.

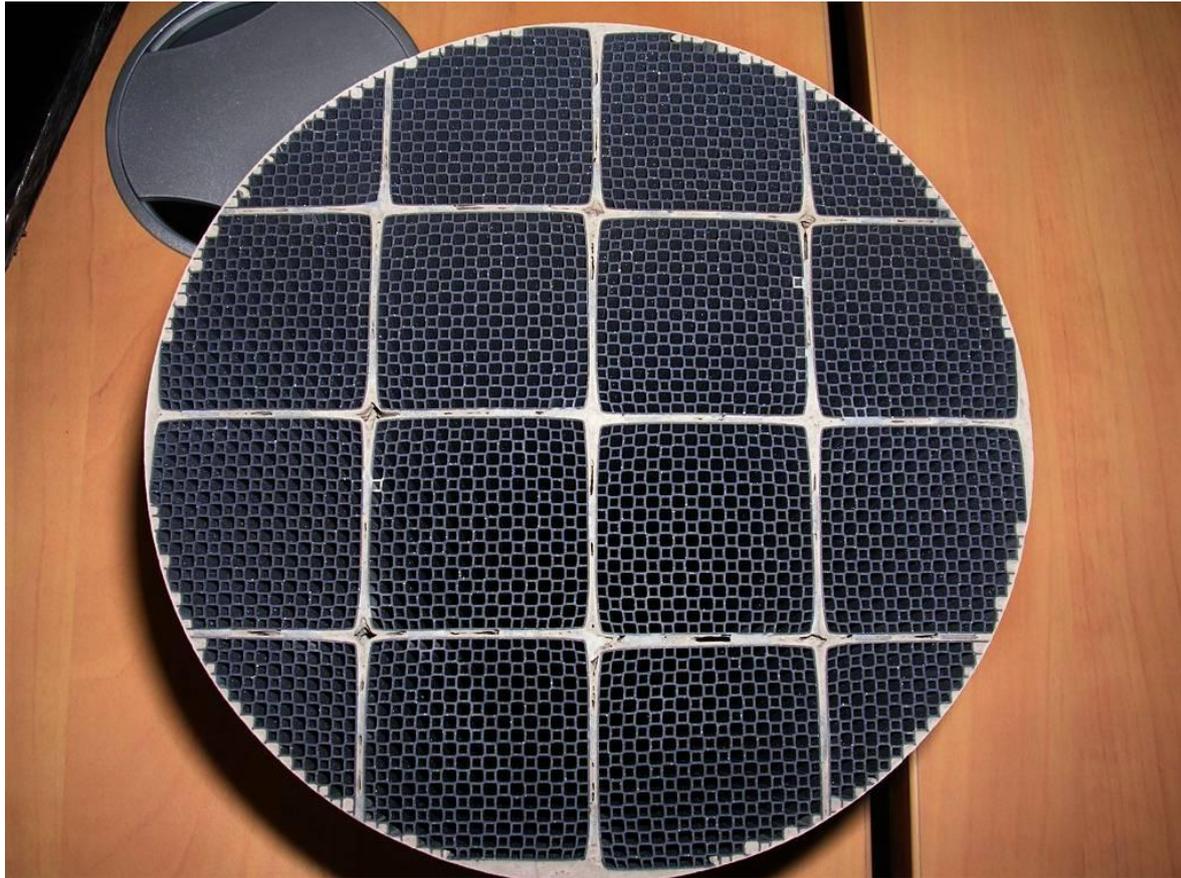


Figure 34 : Vue d'une section de FAP (coupe réalisée à 2 cm du bord)

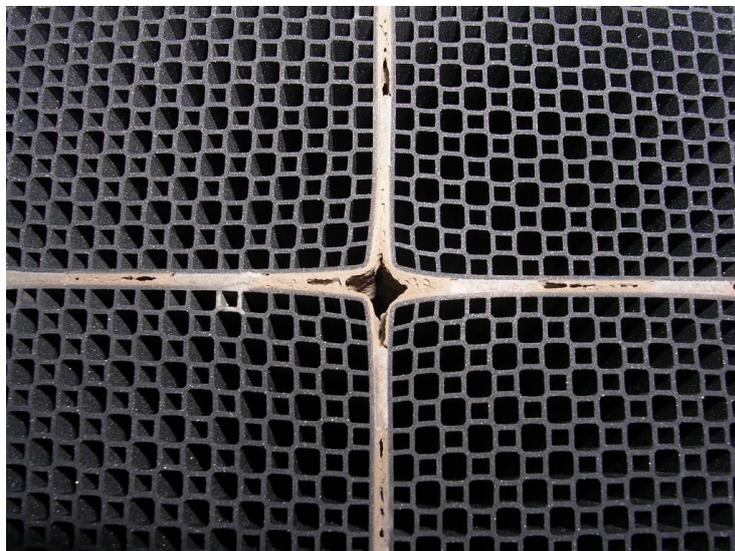


Figure 35 : Détail de la section de FAP

La découpe du filtre met en évidence des interstices dans certaines zones de l'assemblage : le coulis n'est pas présent uniformément entre les segments et présente une forte porosité macroscopique. La figure 34 illustre également les irrégularités dans le positionnement des segments dans la section du FAP, rattrapés par le coulis pour obtenir la forme finale cylindrique.

Des analyses thermo-gravimétriques (ATG) effectuées sur des échantillons de coulis ont révélé une perte de masse inférieure à 1% entre 20 et 500°C. On en déduit que, contrairement à un ciment, ce coulis ne contient pas de phases hydratées.

Des micrographies d'une zone du coulis réalisées sur microscope optique et MEB sont présentées sur la figure 36.

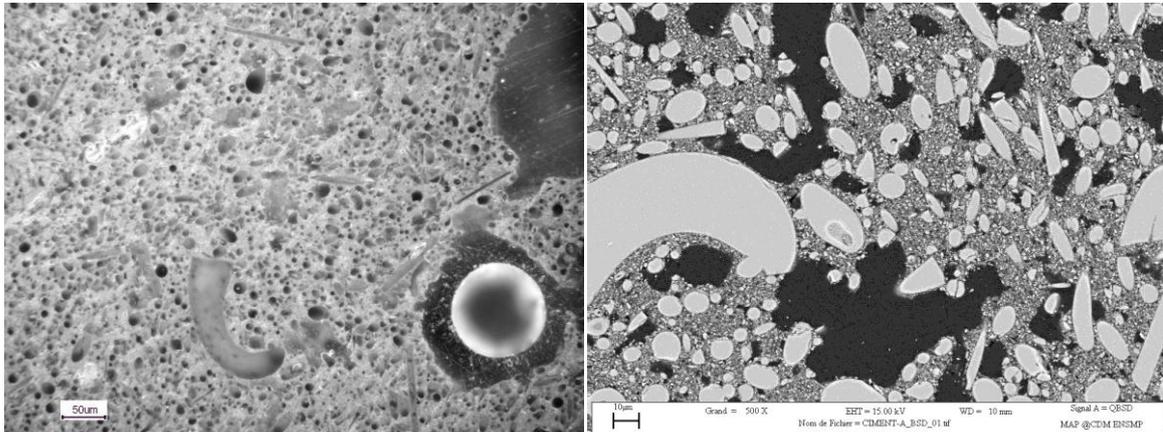


Figure 36 : Micrographies du coulis de liaison des segments (à gauche : microscopie optique, à droite : MEB en électrons rétrodiffusés)

L'échantillon est enrobé, la résine est mise en évidence sur le cliché MEB en électrons rétrodiffusés (gris foncé). Le coulis est composé de fibres (gris clair) enrobées par un liant, et présente une porosité importante. Une analyse dispersive en énergie (EDX) a révélé la composition chimique des deux constituants principaux du coulis. Avec 62% d'oxygène (pourcentage atomique), 27% de silicium et 9% de calcium, les fibres devraient être constituées principalement de silice SiO_2 et de chaux CaO , sans doute des fibres de verre. Seules des traces d'aluminium, en teneur inférieure à 1%, ont été mesurées dans ces fibres. La phase liante présente des pourcentages atomiques de 67% de carbone, 24% de silicium, 8% d'oxygène et des traces (inférieures à 1%) de fer et de calcium. Le principal constituant semble en être une poudre de SiC , le surcroît de carbone pouvant provenir de liants organiques.

Des essais mécaniques entrepris au laboratoire CNRT de l'ENSICAEN ainsi qu'au CREE de Saint-Gobain ont mis en évidence les très faibles caractéristiques mécaniques du coulis. Le module d'élasticité mesuré (en résonance libre et en flexion) est d'environ 8 GPa et la contrainte à rupture, obtenue par flexion trois points, est de 10 MPa (échantillons d'environ 2 mm d'épaisseur, 30 mm de largeur sur une portée de 50 à 90 mm).

Le comportement mécanique a ainsi été précisé pour l'ensemble des constituants du FAP. Un matériau homogène équivalent à la structure nid d'abeilles a été déterminé à partir des hypothèses réalisées sur le matériau constitutif des membranes (isotropie et comportement élastique à module d'élasticité constant jusqu'à 1300°C) et des mesures géométriques sur les filtres. L'observation de la

répartition du coulis de liaison entre les segments, ainsi que sa faible résistance à la rupture, laissent présager du faible rôle de celui-ci dans la transmission des contraintes dans le filtre. L'analyse de la fissuration peut maintenant être envisagée grâce au calcul des contraintes par éléments finis. Le chapitre suivant s'attachera à comprendre les mécanismes de fissuration lors des essais de régénération sévère sur banc moteur.

3 ESSAI DE REGENERATION SEVERE SUR BANC MOTEUR

3.1	ANALYSES DES RESULTATS BRUTS D'ESSAI	62
3.1.1	<i>Analyse des températures mesurées en cours d'essai</i>	62
3.1.2	<i>Analyse de l'activité acoustique pendant l'essai</i>	66
3.1.3	<i>Etat de fissuration des filtres après essai de régénération sévère</i>	70
3.2	DESCRIPTION DU CHAMP DE TEMPERATURE DANS LES SEGMENTS CENTRAUX.....	74
3.3	SIMULATION THERMOMECHANIQUE DES SEGMENTS CENTRAUX	80
3.4	DETERMINATION DES INSTANTS DE FISSURATION.....	85

Les essais de régénération sévère menés chez Faurecia sont traditionnellement utilisés pour le dimensionnement des FAP par le critère de « masse limite en suie » (MLS). Ce dernier est atteint (i.e. un chargement critique en suie a été atteint) lorsque, après régénération sévère, le FAP ne remplit plus correctement sa fonction de filtration.

L'essai est réalisé en trois phases distinctes. La première consiste à amener le FAP à une température suffisante pour provoquer le déliantage de la nappe intumescence qui sépare le filtre céramique de son enveloppe métallique (le "canning"). A la fin de cette phase, le filtre est pesé pour obtenir sa masse de référence. La deuxième phase revient à charger le FAP en suie. Le point de fonctionnement du moteur (régime, couple, ratio carburant/air) est choisi afin d'augmenter la production de suie par le moteur. Un fumimètre⁴, disposé en amont du FAP, permet de connaître la densité de suies introduites et de déterminer ainsi le temps nécessaire à l'obtention de la charge souhaitée. A la fin du chargement, une nouvelle pesée est effectuée, afin de mesurer la masse exacte de suie introduite. Le FAP est remonté sur le banc moteur et la phase de régénération proprement dite est alors démarrée ; la température au centre du filtre est amenée à 520°C, avant le retour au ralenti du moteur, accompagné d'une suralimentation en oxygène. Cette procédure est dite de régénération sévère car la chaleur dégagée par la combustion des suies ne peut être facilement évacuée par la circulation des gaz d'échappement en raison du faible régime moteur.

Au cours de cet essai, les températures sont mesurées en plusieurs endroits du filtre dans différents segments. Les thermocouples sont introduits en face arrière du filtre, dans les canaux de sortie (figure 37), la mesure n'est ainsi que peu perturbée par la combustion des suies au cours de la régénération. La température mesurée est celle des gaz traversant le filtre et il est fait l'hypothèse qu'elle est identique à la température locale de la céramique.

⁴ Le fumimètre est un appareil permettant la mesure de la masse de particules dans un aérosol par analyse optique : la mesure est fondée sur le coefficient d'absorption du carbone des suies Diesel.



Figure 37 : Vue de la sortie du FAP et de son instrumentation sur la ligne d'échappement du banc moteur

Les données étudiées sont issues d'une campagne d'essais réalisée au centre R&D de Faurecia à Bavans. Dans cette campagne, quatre niveaux de chargement en suie⁵ ont été testés pour observer l'évolution de l'endommagement dans les FAP. Ces essais ont été instrumentés de capteurs d'émission acoustique (EA) dans le but de tenter de détecter des événements, en particulier des fissurations, et de pouvoir les corrélérer avec les observations faites *a posteriori* et les situer dans le temps.

3.1 ANALYSES DES RESULTATS BRUTS D'ESSAI

3.1.1 ANALYSE DES TEMPERATURES MESUREES EN COURS D'ESSAI

La figure 38 indique la position des thermocouples à l'intérieur du FAP. Le premier terme de dénomination des thermocouples (A₂, B₂, etc.) fait référence à sa position dans un quart de section (A) et au numéro du quart de section (2) (position radiale). Les chiffres de dénomination des thermocouples (5, 65, 125, etc.) font référence à leur positionnement par rapport à l'entrée du filtre (position axiale). Les positions radiales (distances à l'axe du FAP) sont indiquées dans le tableau 5. Des essais préalables ont permis de configurer la ligne d'échappement du banc moteur pour minimiser les dissymétries de température entre les différents quarts du filtre. Pour ces essais, en

⁵ Les quatre chargements testés étant endommageants pour les FAP, ceux-ci sont nommés relativement au chargement le plus faible. Ainsi, si l'on considère à présent que la MLS correspond au premier chargement endommagement pour le filtre, les essais sont nommés, dans l'ordre croissant : 1 MLS, $7,5/7 = 1,07$ MLS, $8,5/7 = 1,21$ MLS et $9/7 = 1,29$ MLS. Notons toutefois que les essais notés 1 MLS et 1,07 MLS ont passé le test de remise en filtration.

faisant l'hypothèse d'une axisymétrie de la sollicitation thermique, l'instrumentation a été concentrée sur un huitième de filtre, dans le quart n°2.

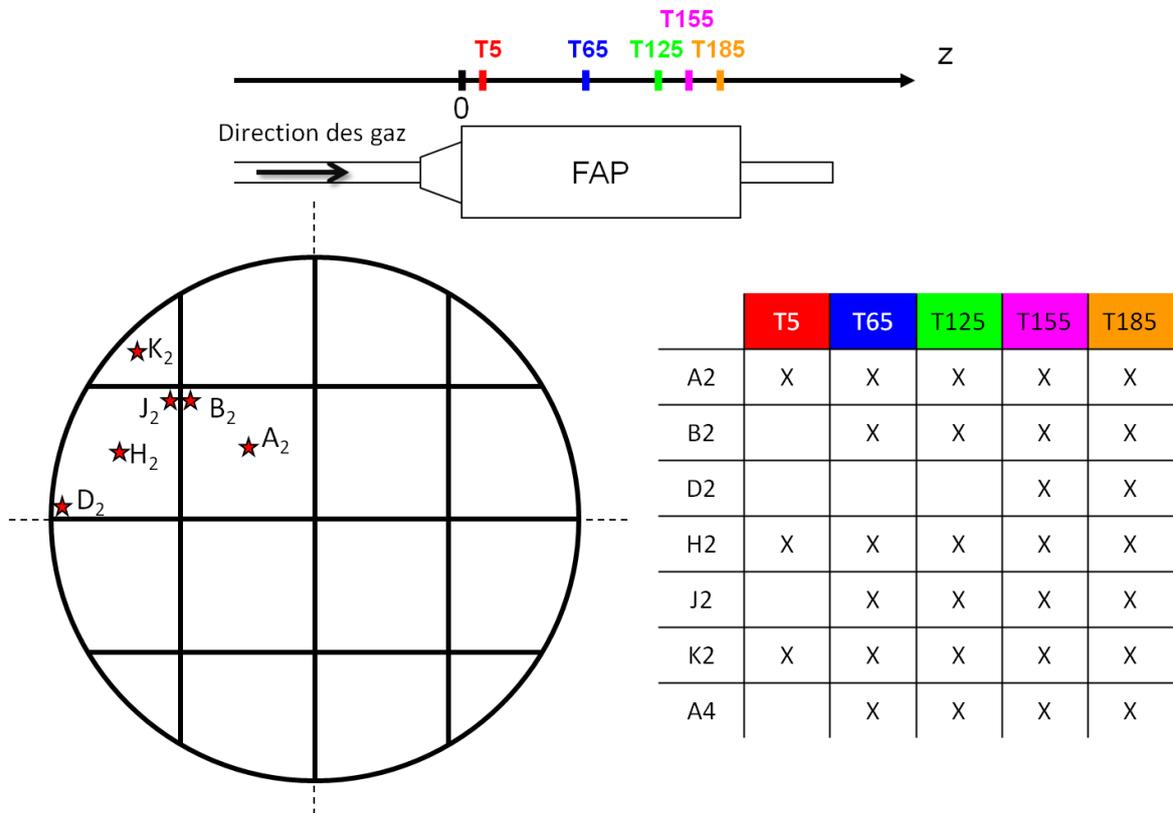


Figure 38 : Schéma de positionnement des thermocouples dans le FAP

Thermocouple	A	B	H	J	K	D
Rayon moyen (mm)	24,3	43,6	52,9	53,1	60,6	66,1

Tableau 5 : Positionnement radial des thermocouples dans les sections

En faisant l'hypothèse de similarité du champ des températures dans chaque quart, cette instrumentation permet, par interpolation, d'obtenir une image des températures dans l'intégralité du filtre et à chaque instant.

L'évolution des températures au cours de la régénération est représentée sur la figure 39 pour les positions A, H et K des thermocouples. Ces positions correspondent aux thermocouples localisés aux centres des différents segments (centraux, côtés, coins) dans chaque section de mesure.

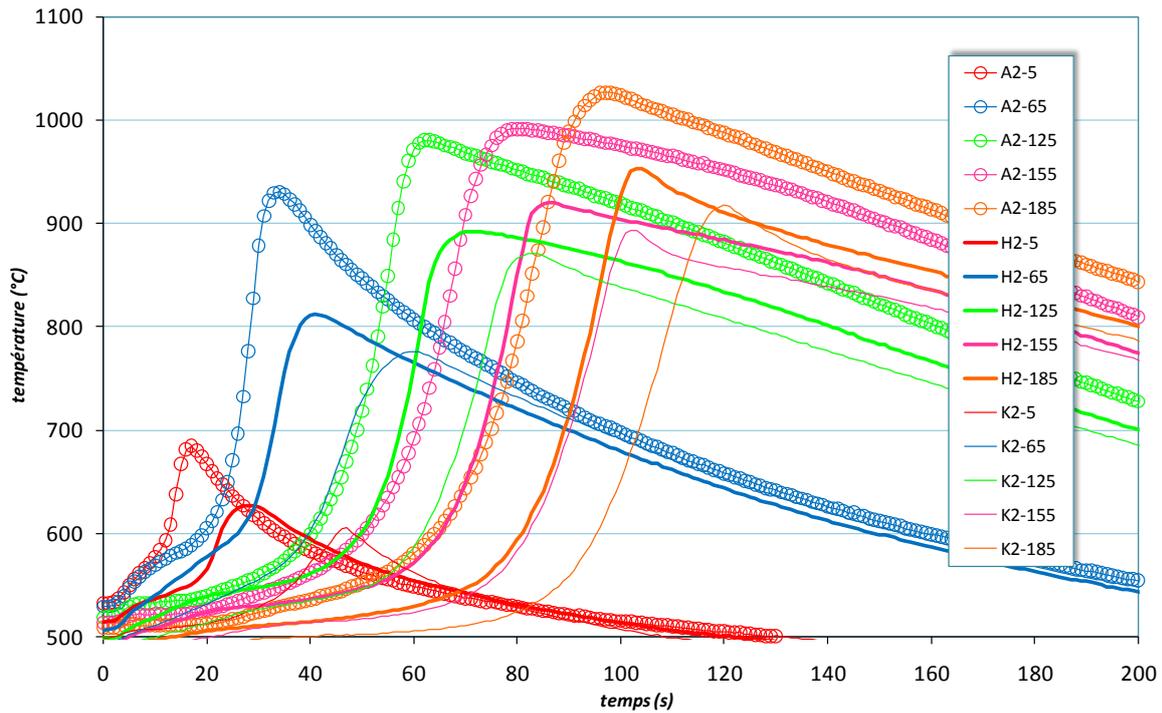


Figure 39 : Températures mesurées par les thermocouples A, H et K pour l'essai à 1 MLS

Ces mesures traduisent la relative rapidité de ce type de régénération sévère : la température maximale sur le thermocouple K2-185 (segment « coin » à 15 mm de la face arrière), représentant le point de mesure où le maximum de température est le plus tardif, est atteinte en deux minutes.

Les exothermes présentent un décalage temporel entre les différents segments du filtre ; plus les segments sont éloignés de l'axe du filtre, plus les phases de croissance, passage à la température maximale et décroissance sont tardives. Pour une distance à l'axe donnée, les maximums atteints augmentent d'amont en aval du filtre, ce qui traduit une accumulation de chaleur au cours de la régénération.

De plus, la température mesurée dans le segment central est toujours plus élevée que dans le reste du filtre ; pour chaque profondeur de mesure (en dehors des sections de mesure proches de l'entrée du filtre) et à chaque instant, la température décroît du centre du filtre vers la périphérie : la température mesurée par le thermocouple A (segment central) est toujours la plus élevée tandis que celle mesurée par le thermocouple H (segment côté) est en chaque instant supérieure ou égale au thermocouple K (segment coin).

Toutes ces observations traduisent une forme globale paraboïde du front de combustion dans le filtre.

La figure 40 et la figure 41 reproduisent les températures mesurées pour chaque thermocouple dans les sections de profondeur 155 et 185 mm, sections les plus instrumentées des essais.

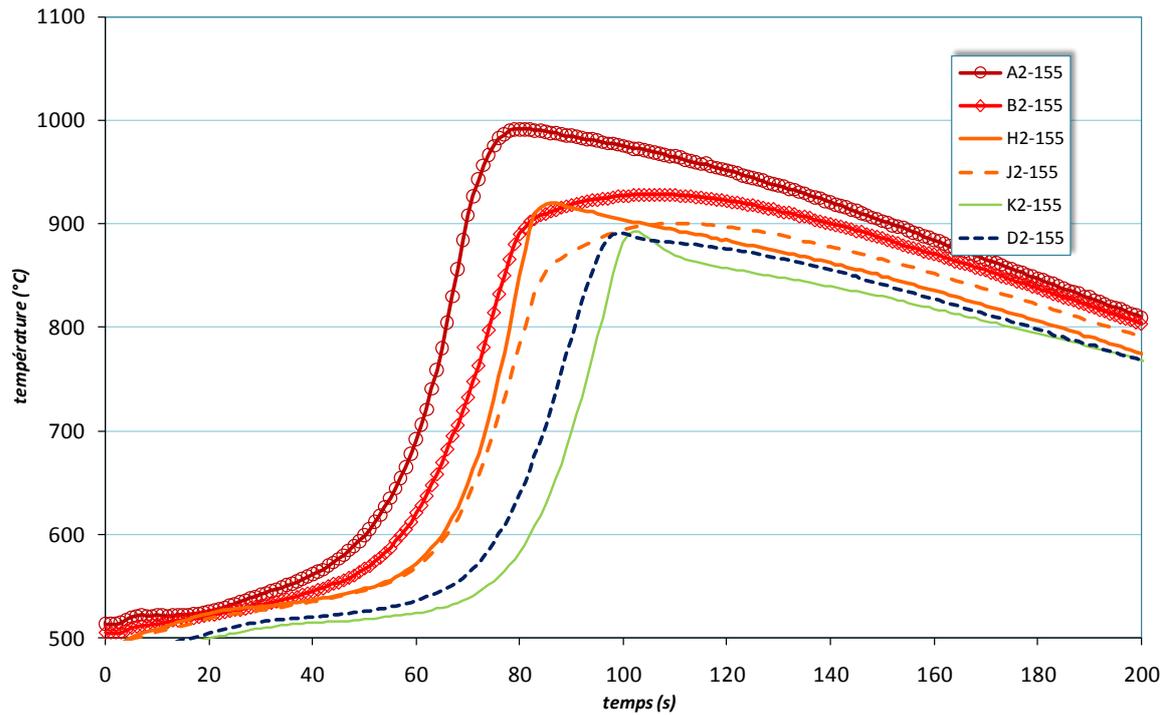


Figure 40 : Températures à 155 mm de profondeur enregistrées par l'ensemble des thermocouples de la section

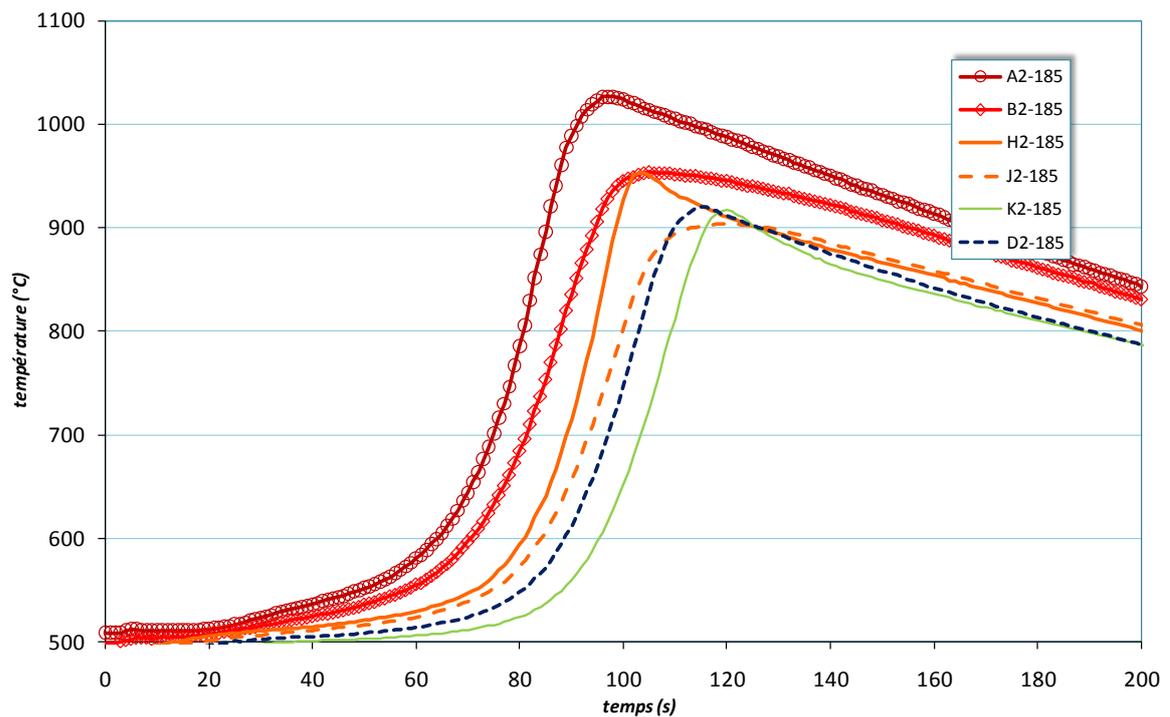


Figure 41 : Températures à 185 mm de profondeur enregistrées par l'ensemble des thermocouples de la section

Le code de couleur utilisé dans ces graphiques traduit l'éloignement des thermocouples de l'axe du FAP : du rouge foncé pour le plus proche au bleu pour le plus éloigné (les positions radiales moyennes des thermocouples étant reportées en ordre croissant dans le tableau 5).

Les mesures obtenues en D, thermocouple le plus en périphérie du filtre, révèlent que le retard du front de combustion, ainsi que la température instantanée ne sont pas de simples fonctions croissantes du rayon : le front de combustion en D est toujours en avance par rapport au thermocouple K et sa température globalement supérieure.

De plus, les températures relevées en J témoignent également d'un retard et de valeurs plus faibles que celles du thermocouple H dont la position radiale est quasi identique.

Ces observations nous inciteraient à considérer chaque segment de manière indépendante. En effet, le retard du front de combustion et la température ne sont pas liés à la distance radiale séparant les thermocouples de l'axe du FAP, mais plutôt à la position du segment considéré par rapport à l'axe. De plus, au vu des mesures effectuées par les trois thermocouples H, J, D du segment périphérique, le front de combustion présenterait une forme parabolique au sein même du segment.

Ces observations s'expliquent par la segmentation du FAP et par la présence du coulis de liaison : le coulis limite les échanges gazeux et thermiques entre les segments, entraînant une combustion des suies indépendante dans ceux-ci. Nous verrons ultérieurement qu'il joue également un rôle important en limitant les interactions mécaniques entre les segments. Ces observations incitent à étudier les champs de température indépendamment pour chaque segment dans le filtre.

3.1.2 ANALYSE DE L'ACTIVITE ACOUSTIQUE PENDANT L'ESSAI

Sous le terme d'émission acoustique (EA) sont désignées l'acquisition et l'analyse des ondes élastiques générées par un dégagement rapide d'énergie dans un matériau. Cette énergie peut avoir pour origine la création ou la propagation de fissures, ou tout autre endommagement ou activité énergétique au sein d'un matériau. Il s'agit alors d'interpréter les différents signaux mesurés pour les associer à un événement significatif opérant dans le matériau.

L'acquisition des signaux est réalisée au moyen d'un capteur (transducteur) piézoélectrique en contact direct ou indirect (à l'aide d'un guide d'onde) avec le matériau. Les niveaux mesurés étant très faibles, le capteur est relié à un préamplificateur branché à la centrale d'acquisition. La fréquence d'échantillonnage des signaux par la centrale est très élevée (2 MSPS – Mega Samples Per Second), afin de rendre possible la mesure d'événements de très faibles durées (de l'ordre d'une milliseconde).

Les signaux mesurés dépassant un seuil prédéfini, exprimé en décibels, sont enregistrés, et leurs caractéristiques sont analysées par un logiciel d'acquisition et d'analyse. L'amplitude, la durée, l'énergie et les fréquences caractéristiques peuvent ainsi être déduites des ondes enregistrées. Ces propriétés permettent parfois de discriminer les différentes familles d'événements relevés pendant un essai, et ainsi de cibler les informations utiles.

La mesure est ici effectuée en introduisant, en face arrière du filtre, un fil métallique résistant aux hautes températures (fil en Kanthal®), faisant office de guide d'ondes. Une extrémité du fil, introduite à 2 cm de profondeur, est en contact avec les membranes du nid d'abeilles. L'autre extrémité est collée au capteur piézoélectrique en dehors de la ligne d'échappement. La figure 42 illustre ce dispositif.



Figure 42: A gauche, vue de la face arrière du filtre : le guide d'onde est le fil isolé dans le quart non-instrumenté de thermocouples en bas à gauche de l'image. A droite, vue de la liaison entre le fil et le capteur

Des mesures réalisées lors de la campagne d'essai ont révélé un bruit de fonctionnement du banc moteur inférieur à 65 dB : cette valeur a été choisie comme seuil d'acquisition des signaux pour la suite des essais.

La position du guide d'ondes dans la section du FAP n'a pas été précisément relevée sur tous les essais. Il est probable qu'elle n'ait pas été identique lors des différentes acquisitions.

Les quatre essais suivis par EA présentent les mêmes types d'activités acoustiques. Dès les toutes premières secondes de la régénération, l'activité acoustique augmente considérablement : d'une quasi-absence de signaux (amplitudes inférieures au seuil prédéfini de 65 dB), l'acquisition évolue vers des signaux d'amplitudes supérieures à 80 dB. A cette augmentation de l'amplitude s'ajoute un accroissement du niveau énergétique du signal ; chaque essai a montré des valeurs d'énergie vraie⁶ des événements d'au moins 40 pJ. L'évolution des fréquences caractéristiques est moins marquée, mais une légère augmentation de la fréquence centroïde⁷ des événements enregistrés pendant la régénération est néanmoins notée.

⁶ Deux énergies sont calculées par le logiciel d'analyse des mesures acoustiques : l'énergie d'une salve (V.s) correspond à l'enveloppe du signal, l'énergie absolue ou énergie vraie (J) correspond à l'intégrale du signal au carré sur la durée de la salve.

⁷ Le logiciel d'analyse permet également l'extraction des caractéristiques fréquentielles à partir de la transformée de Fourier du signal. La fréquence centroïde correspond au barycentre de la courbe donnant la densité spectrale du signal. C'est une des caractéristiques principales de la signature fréquentielle d'un événement.

Dans l'ensemble des essais, il existe un seuil sur l'énergie vraie à 40 pJ, distinguant une activité dense en dessous de ce seuil (d'intensité variant avec la sévérité de l'essai) et des événements plus singuliers au-delà. Nous avons supposé qu'en dessous de cette valeur, les événements acoustiques enregistrés correspondent à la combustion des suies et aux déformations et glissements dans le coulis de liaison des segments. Cette hypothèse est justifiée par le fait que ce type d'événements se retrouve sur tous les essais de manière similaire, y compris sur les configurations *a priori* les moins endommageantes pour les segments.

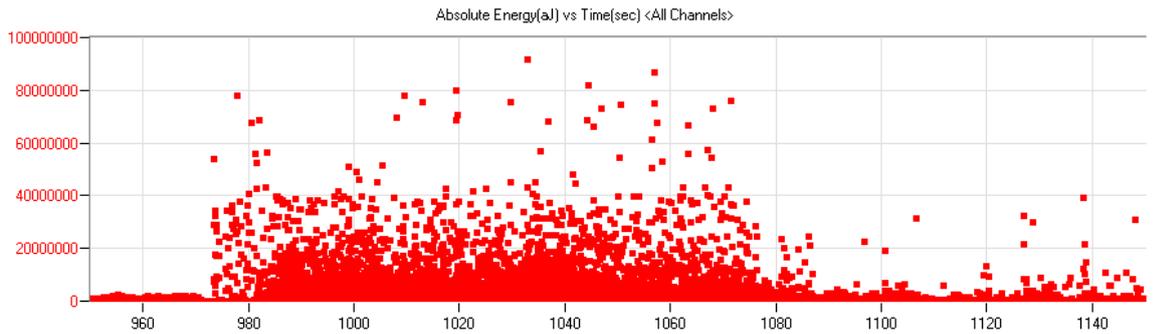


Figure 43 : Energie vraie en fonction du temps, essai à 1,29 MLS de suie, la régénération commence aux environs de 970 secondes

Cette valeur a été utilisée comme seuil pour comparer les différents événements d'énergie supérieure, en fonction du chargement en suie. Les résultats sont présentés dans le tableau ci-dessous.

Chargement	Nombre d'événements d'énergie supérieure à 40 pJ	Energie maximale relevée (pJ)
1 MLS	5	77
1,07 MLS	0	39,8
1,21 MLS	2	70
1,29 MLS	33	375

Tableau 6 : Nombre d'événements acoustiques supérieurs au seuil de 40 pJ en énergie vraie et énergie maximale relevée pour chaque essai

Ce critère permet de distinguer clairement l'essai le plus sévère (chargement à 1,29 MLS) par son nombre d'événements dont l'énergie est supérieure au seuil défini, et par les niveaux énergétiques associés à ces événements. Curieusement, contrairement à celui chargé à 1 MLS, aucun événement exceptionnel ne semble avoir affecté le FAP ayant subi un chargement à 1,07 MLS. Les analyses visuelles effectuées sur les FAP après essai ont toutefois fait état de fissures sur cet échantillon (§ 3.1.3).

Le tableau 7 permet de comparer les différents chargements en se fondant sur des critères de seuil en amplitude fixés à 95 dB et à 100 dB.

Chargement	Nombre d'évènements d'amplitude supérieure à 95 dB	Nombre d'évènements d'amplitude supérieure à 100 dB	Amplitude maximale relevée (dB)
1 MLS	8	0	100
1,07 MLS	2	0	96
1,21 MLS	11	1	103
1,29 MLS	63	19	108

Tableau 7 : Nombre d'évènements EA supérieurs aux seuils de 95 et 100 dB en amplitude et amplitude maximale relevée pour chaque essai

De même que précédemment, ce critère permet de différencier l'essai à 1,29 MLS des autres chargements. L'influence du chargement en suies sur l'occurrence des évènements semble plus logique. Les deux essais les moins chargés continuent toutefois à présenter des résultats contradictoires, que ce soit en termes de nombre d'évènements au-delà de 95 dB que d'amplitude maximale relevée. Des positions différentes du fil dans la section du FAP ou un défaut du contact avec les membranes du nid d'abeilles pourraient expliquer ces résultats.

La figure 44 et la figure 45 présentent les évènements relevés durant la régénération pour les essais à 1 et 1,29 MLS, sélectionnés selon les critères précédents (amplitude supérieure à 95 dB pour l'essai à 1 MLS et à 100 dB pour l'essai à 1,29 MLS).

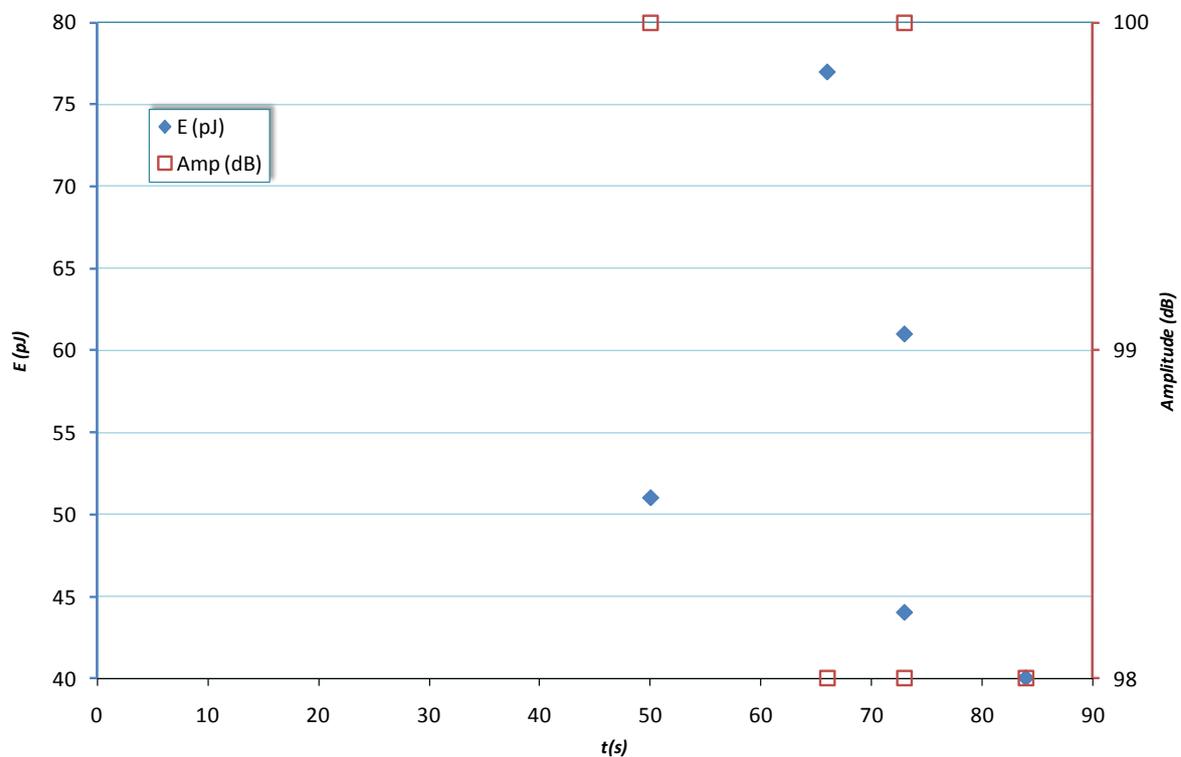


Figure 44 : Energie et amplitude relevées sur les essais à 1 MLS

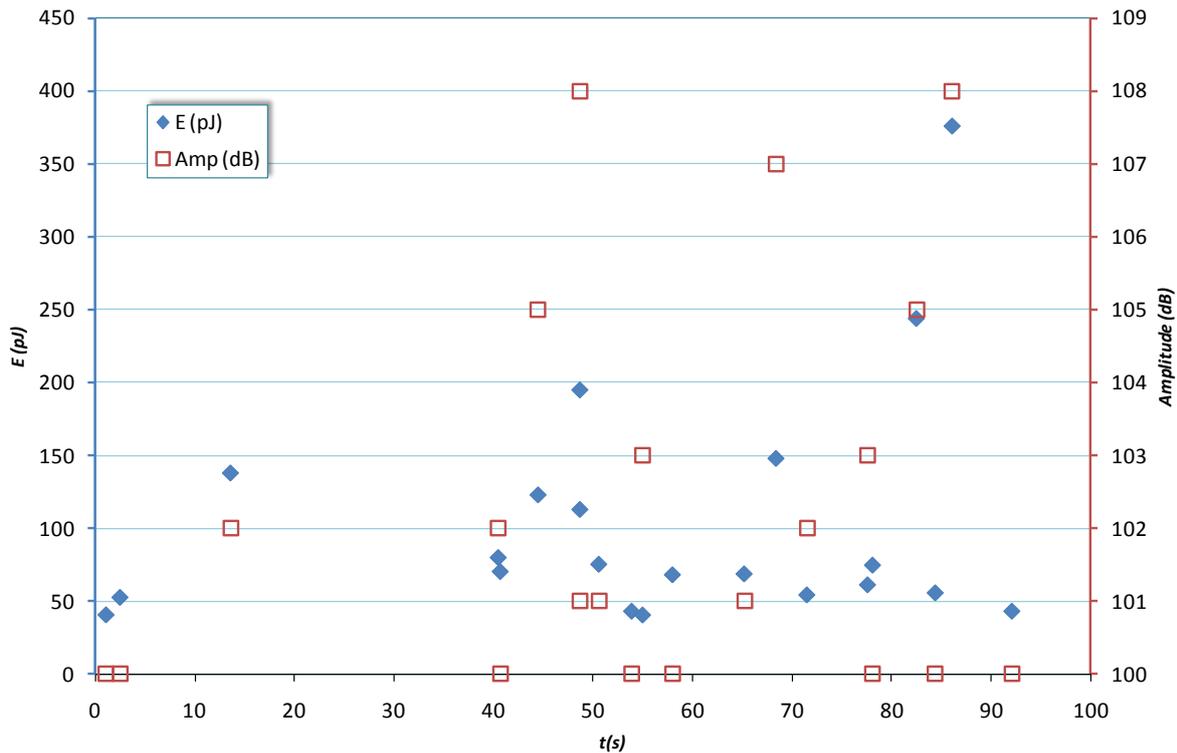


Figure 45 : Energie et amplitude relevées sur les essais à 1,29 MLS

Les enregistrements révèlent une augmentation du nombre d'évènements au bout de 40 et 50 secondes, respectivement pour les deux essais à 1,29 MLS et 1 MLS.

3.1.3 ETAT DE FISSURATION DES FILTRES APRES ESSAI DE REGENERATION SEVERE

Les filtres testés pendant la campagne d'essai ont été observés au laboratoire CRISMAT de l'ENSICAEN. Après dissection par tronçonnage soigneux et enlèvement du coulis de liaison, les surfaces extérieures des segments composant le filtre ont fait l'objet de recherches, à l'œil nu puis au microscope optique, de fissures créées pendant les essais de régénération sévère.

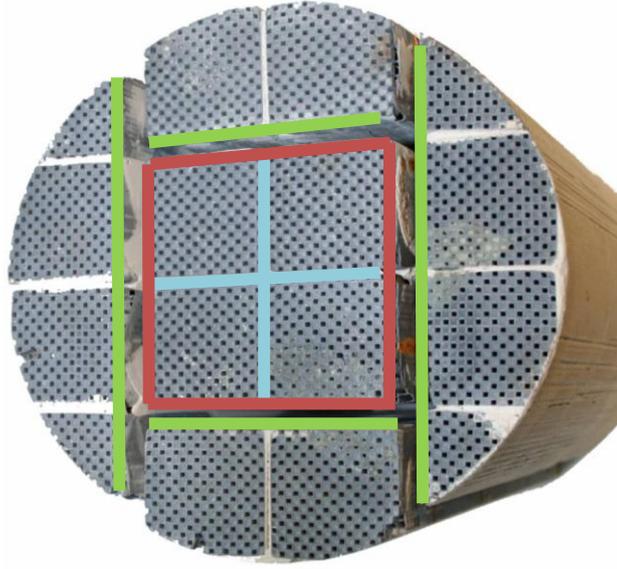


Figure 46 : FAP découpé en segments

Tous les filtres testés ont présenté des fissurations. Les FAP chargés à 1 et 1,07 MLS avaient pourtant passé les tests de remise en filtration avec succès.

Les figures suivantes présentent les faces des segments et les fissures observées. Ces fissures sont surlignées dans un souci de visibilité. Sont représentées dans l'ordre : les faces internes des segments périphériques (en vert sur la figure 46), les faces externes des quatre segments centraux (en rouge sur la figure 46) et les faces internes de ces mêmes segments (en bleu sur la figure 46).

Sur ces images, l'entrée du filtre correspond au bas de l'image. Les lettres capitales dénomment un segment, les minuscules une direction cardinale et les chiffres une face externe du carré central formé par les quatre segments centraux (en rouge sur la figure 46).

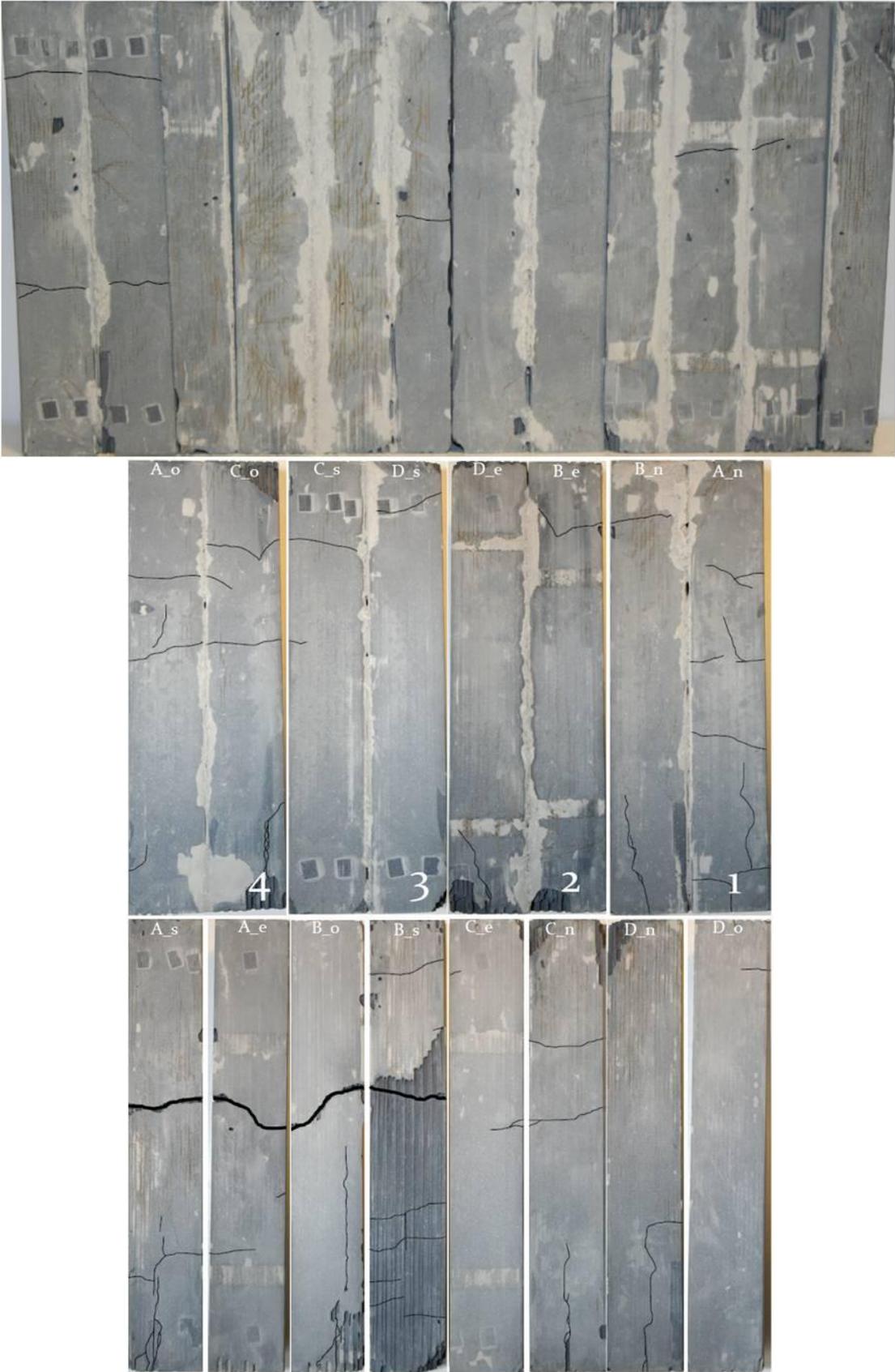


Figure 47 : Faces internes des segments périphériques (haut), externes des segments centraux (milieu) et internes des segments centraux (bas) pour l'essai chargé à 1 MLS

Les fissures surlignées en gras correspondent à une rupture totale de la section du segment. Ces ruptures n'ont été observées qu'après découpe des quatre segments centraux ; il est probable que cette opération ait eu pour conséquence de contribuer à la propagation de fissures préexistantes dans les segments.

La densité de fissures augmente avec le chargement en suite une fois la MLS atteinte. Les profils restent cependant similaires avec une fissuration principalement transversale, ce qui est en bon accord avec des observations précédemment réalisées par PSA sur des essais de ce type. Les fissures les plus importantes (notamment celles entraînant la rupture), interviennent généralement sur la moitié aval des segments.

La figure 48 présente les fissures observées pour l'essai chargé à 1 MLS sur les faces des segments centraux en regard des segments périphériques (les observations sont réalisées avant désassemblage des quatre segments centraux) La figure 49 montre les faces des segments centraux en regard les unes des autres.

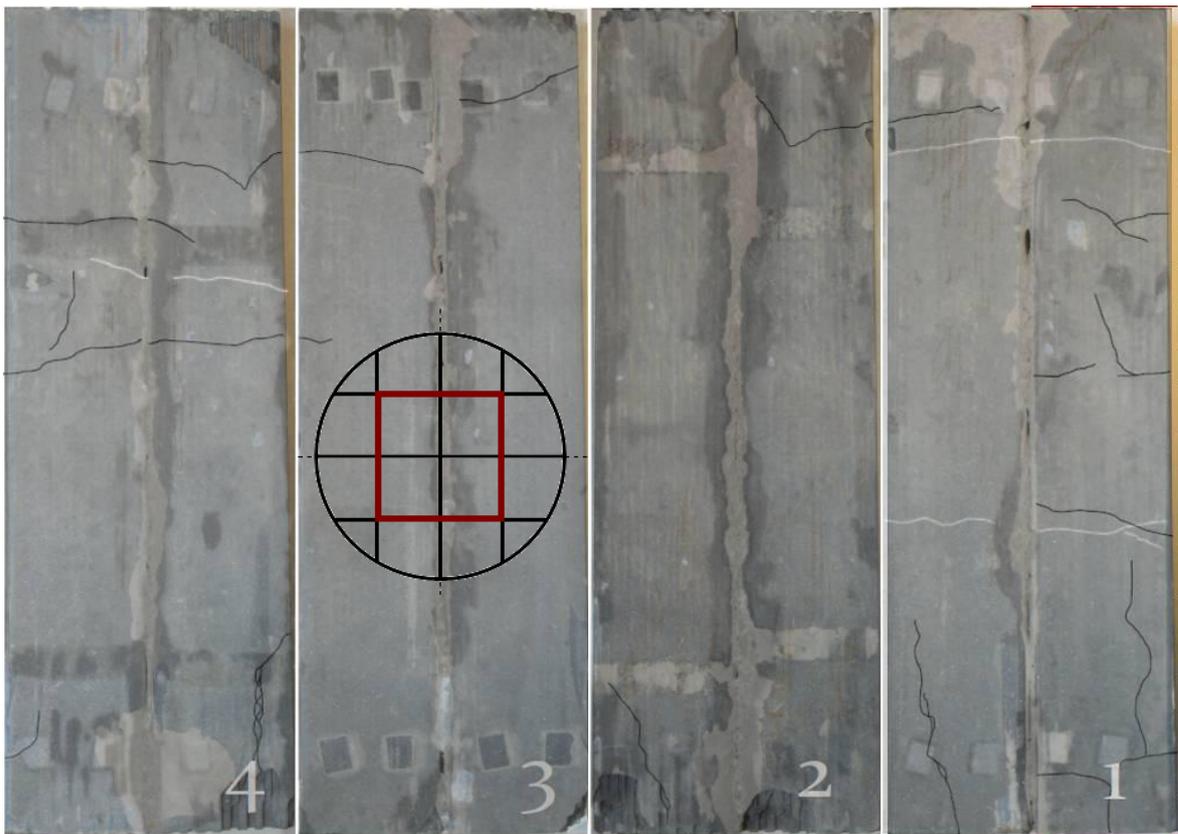


Figure 48 : Segments centraux et périphériques : les fissures représentées par un trait blanc appartiennent aux segments périphériques, celles en trait noir aux segments centraux

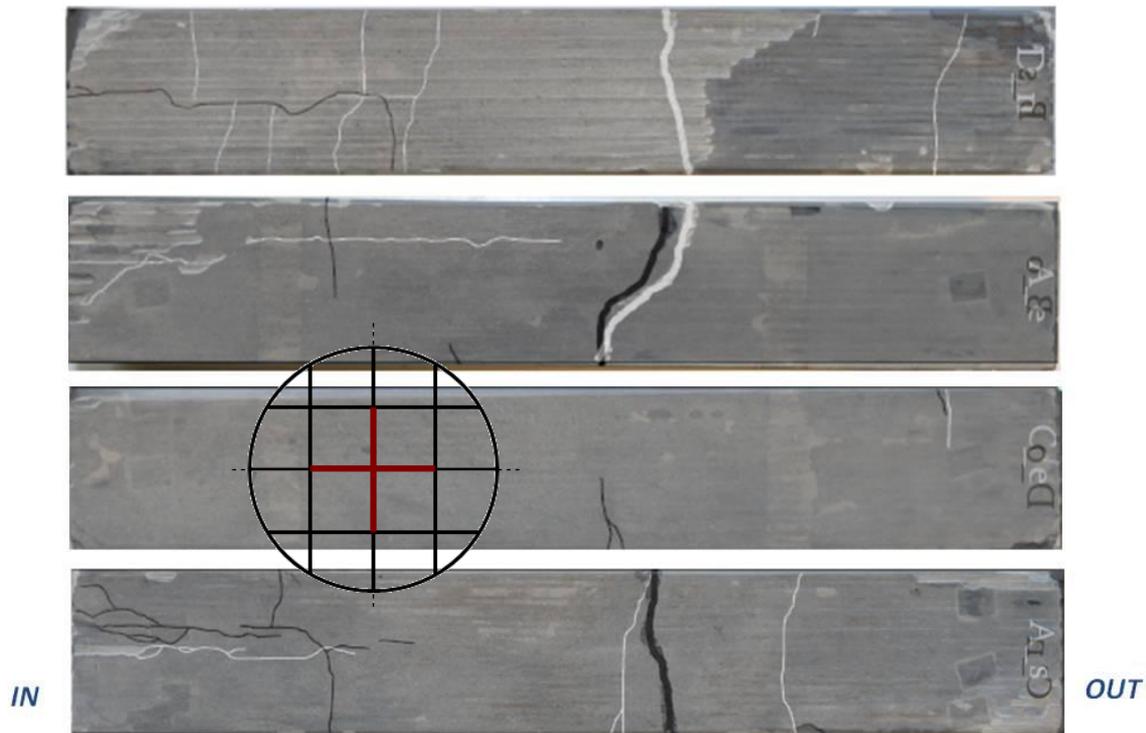


Figure 49 : Segments centraux : les traits blancs et noirs correspondent aux faces en regard l'une de l'autre

La mise en regard des faces de deux segments contigus ne révèle pas de continuité des fissures d'un segment à l'autre, ce qui confirme la faiblesse de la liaison mécanique créée par le coulis. Dans le cas des segments centraux, des profils similaires de fissuration d'une face à l'autre peuvent s'expliquer par des chargements thermiques équivalents associés à la symétrie du système.

3.2 DESCRIPTION DU CHAMP DE TEMPERATURE DANS LES SEGMENTS

CENTRAUX

La réalisation de calculs thermomécaniques exige de connaître le chargement thermique, c'est-à-dire les valeurs de la température en chaque point du FAP et à chaque instant. A partir des mesures de température discrètes réalisées en quelques points au sein du FAP pendant la régénération, une interpolation des températures dans l'intégralité d'un des segments centraux était donc nécessaire. Le problème de la combustion des suies dans le FAP étant fortement complexe et mettant en jeu de nombreux paramètres (réaction d'oxydation des suies, convection forcée des gaz dans la structure « Wall-Flow », échanges thermiques dans la structure nid d'abeilles et le coulis de liaison,...), la démarche retenue ne s'est pas employée à recréer le champ de température à partir d'une dissipation d'énergie dans le FAP. La méthode s'est limitée à une interpolation purement descriptive du champ de température. Cette interpolation a été réalisée en deux temps. Le premier a consisté à recréer les températures dans la direction axiale (aval-amont) à partir des informations fournies par les

thermocouples A et B. Le second temps a été consacré à décrire l'évolution du champ de température dans chacune des sections (interpolation radiale).

Pour recréer les températures dans la direction axiale, une fonction spline à deux dimensions a été ajustée sur les mesures de chaque thermocouple dans l'espace « temps-profondeur ». Malheureusement, le faible nombre de mesures dans la direction axiale n'a pas permis d'obtenir une description réaliste des températures entre les positions des thermocouples : on observe ainsi des creux entre les maximums expérimentaux et une description erronée de leur amplitude (figure 50). Ce problème, rencontré notamment en géographie lors de la description des reliefs obtenus par mesure magnétique [Smith 2005], est appelé « boudinage » (figure 51). Dans le cas de la régénération des FAP, les maximums et leur progression sont étroitement associés à l'avancée du front de combustion. Cette réalité physique doit être prise en compte pour l'interpolation axiale des températures.

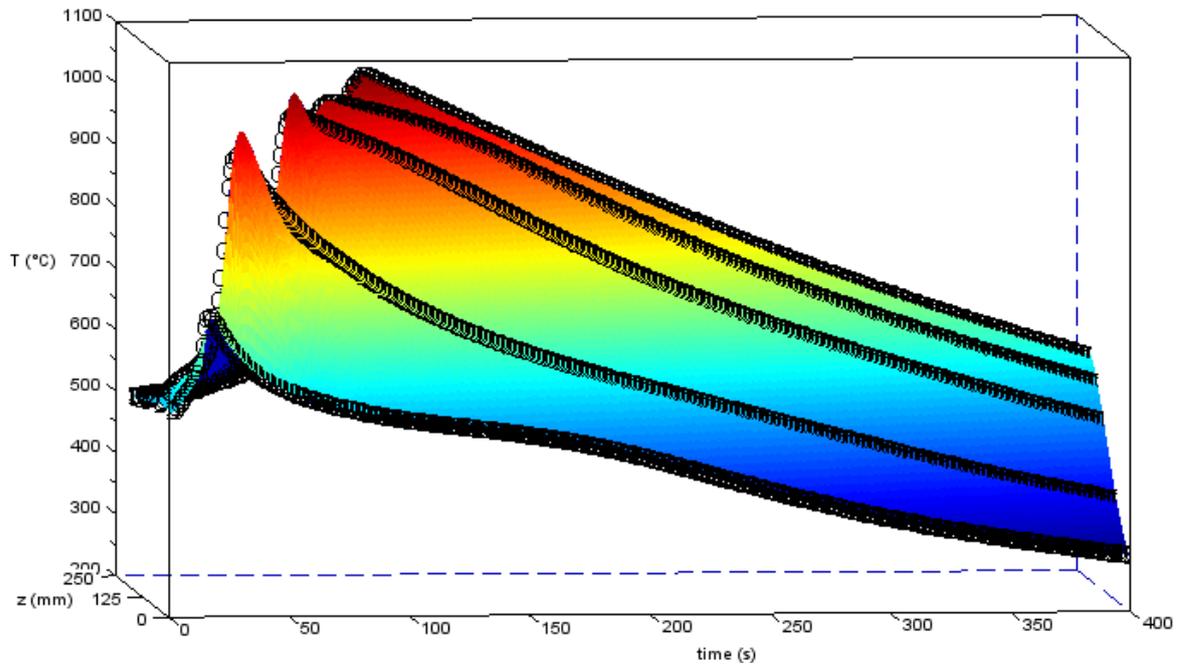


Figure 50 : Températures mesurées par les thermocouples (en noir) et interpolation directe des températures dans la profondeur du filtre (en couleur) : les maximums et la progression du front de combustion ne sont pas respectés

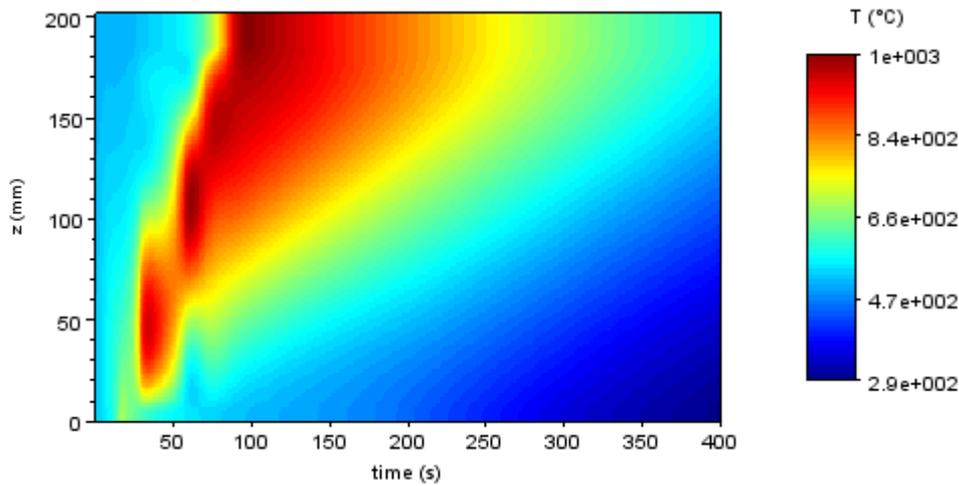


Figure 51 : Visualisation de l'interpolation directe dans l'espace temps-profondeur et mise en évidence des oscillations associées au phénomène de "boudinage"

Durant la phase de croissance des températures, l'instant où celle-ci est la plus rapide, a été considéré comme un indicateur conventionnel de la position du front de combustion. La position dans le temps de cet indicateur est représentée sur la figure 52 pour l'essai à 1 MLS et l'essai à 1,29 MLS.

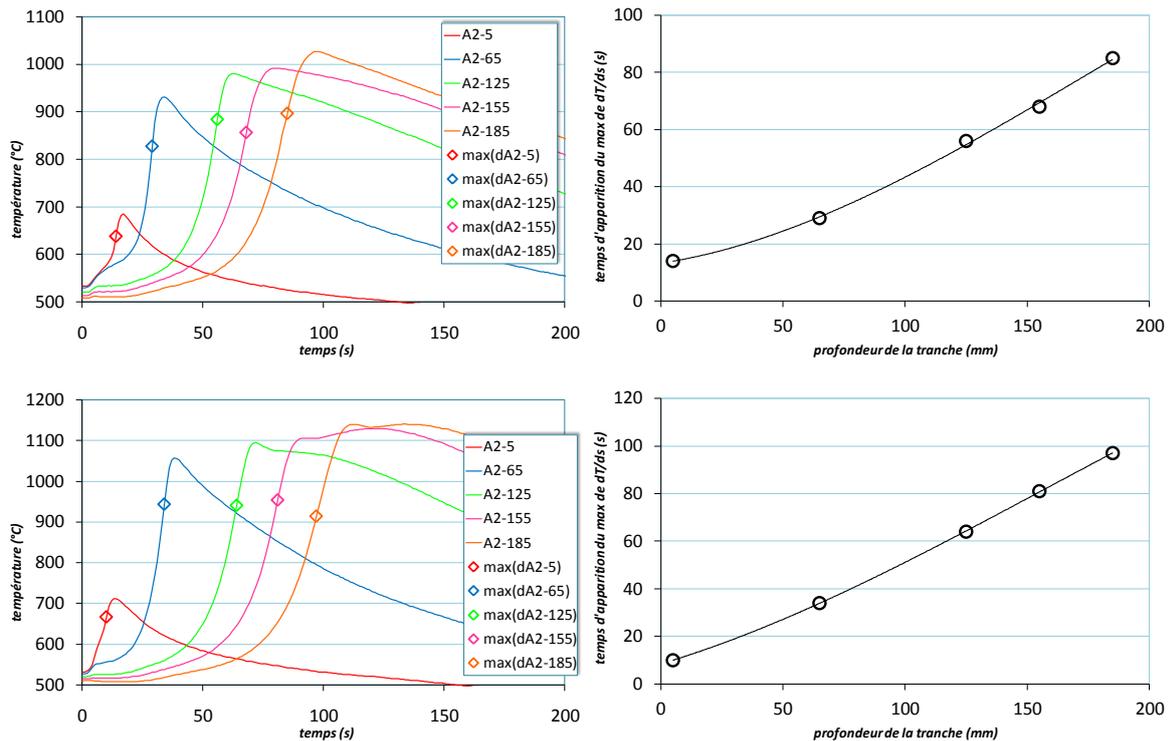


Figure 52 : A gauche : pentes maximales des exothermes calculées et reportées sur les exothermes expérimentaux ; à droite : pentes maximales des exothermes représentées dans l'espace temps-profondeur, une fonction polynomiale d'ordre 3 est utilisée pour décrire la répartition des points

L'évolution au cours du temps de la position du front ainsi déterminée est utilisée dans l'interpolation des températures pour chaque emplacement de thermocouple et à chaque instant dans la direction axiale. Cette interpolation est décomposée en trois étapes :

- premièrement, les exothermes sont décalés temporellement, afin de faire coïncider les positions de front sur une échelle de temps fictive (figure 53) ;
- une interpolation par une fonction spline à deux dimensions est réalisée sur ces exothermes translattés (figure 54) ;
- la surface ainsi générée est finalement recalée sur l'échelle de temps réelle par la fonction $t = f(z)$ correspondant à la vitesse d'avancée du front de combustion (figure 55).

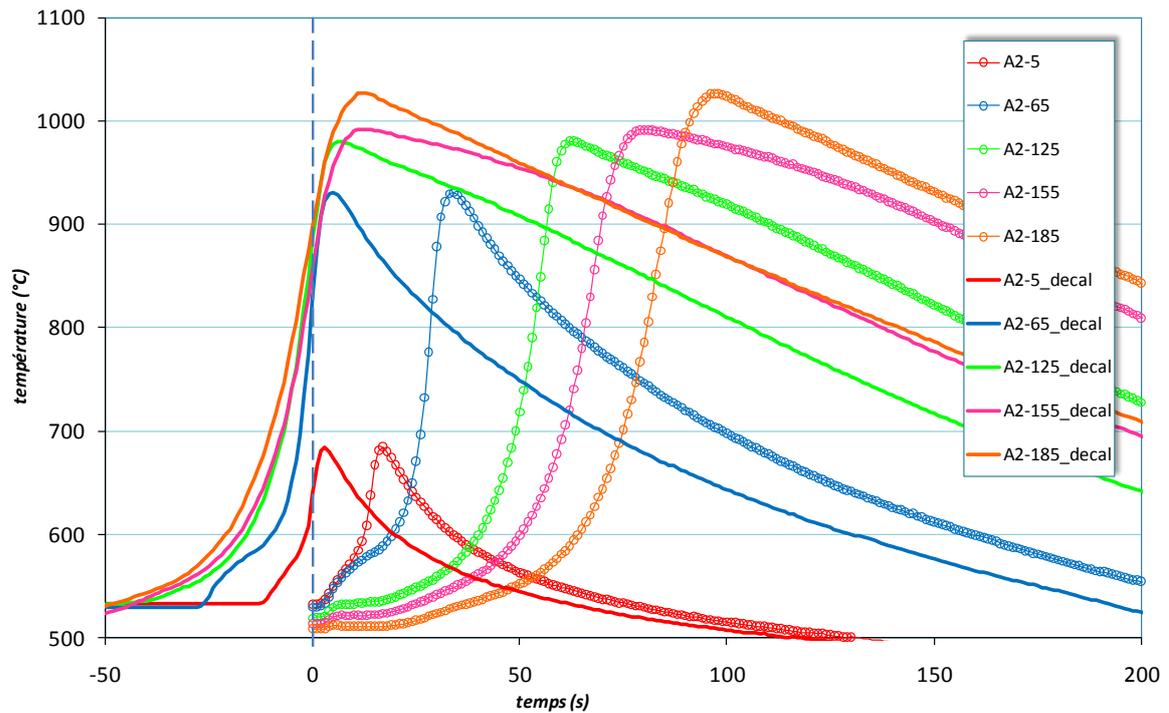


Figure 53 : Exothermes réels et décalés ; position de thermocouple A pour l'essai à 1 MLS

Le décalage des exothermes permet d'aligner les principales directions d'évolution des températures (évolution temporelle d'une part et des maximums selon la profondeur d'autre part) avec les axes du repère (temps et profondeur). Les dérivées partielles en chaque point de la fonction spline prennent ainsi en compte toutes les évolutions de la surface décrivant les exothermes expérimentaux.

La figure 54 illustre le résultat de l'interpolation appliquée aux exothermes décalés.

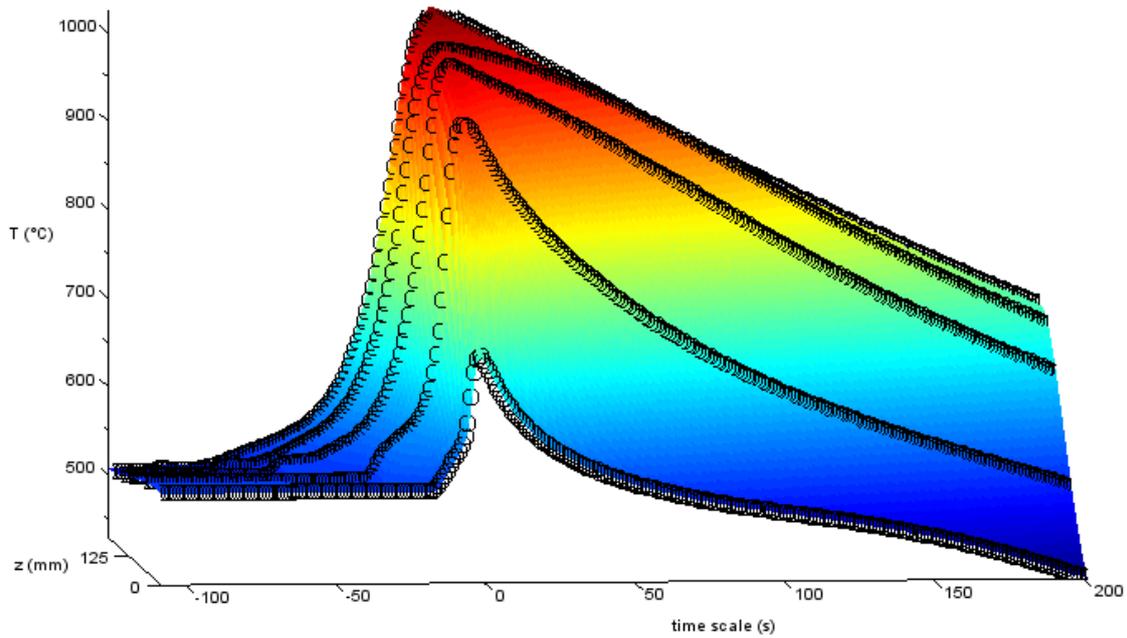


Figure 54 : Interpolation du champ de température sur les exothermes décalés

La surface ainsi définie décrit les températures dans toute la profondeur du filtre. Cette surface peut être recalée en temps en utilisant la vitesse conventionnelle du front de combustion précédemment calculée : chaque tranche se voit attribuée une nouvelle échelle de temps obtenue grâce au polynôme d'ordre 3, $t = f(z)$, décrivant le décalage temporel préalablement appliqué et dont la représentation est donnée sur la figure 55 pour les chargements 1 et 1,29 MLS.

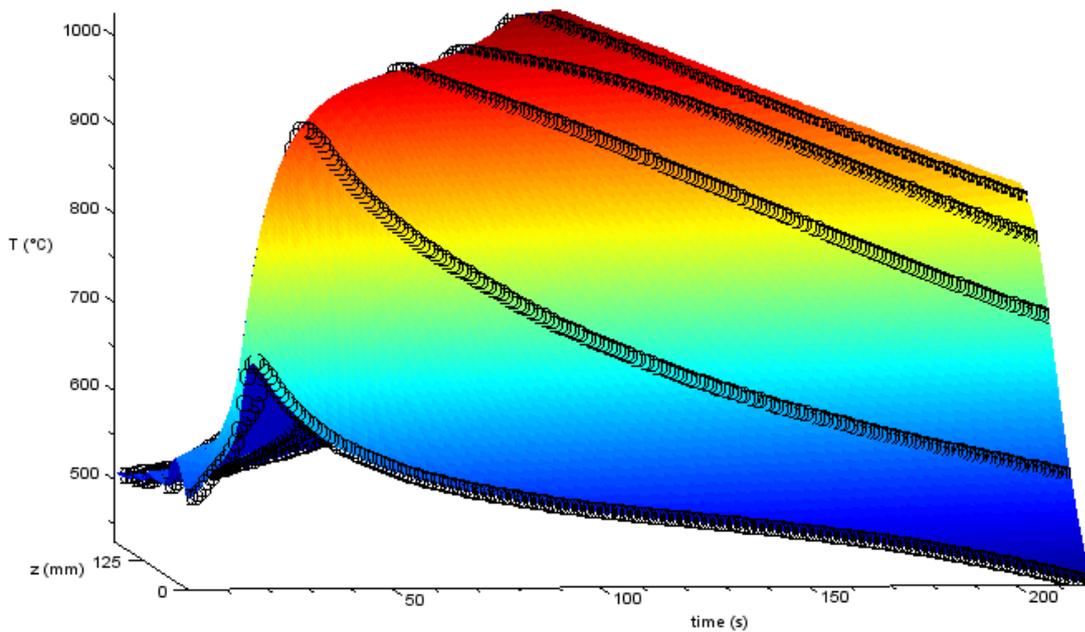


Figure 55 : Interpolation finale du champ de température

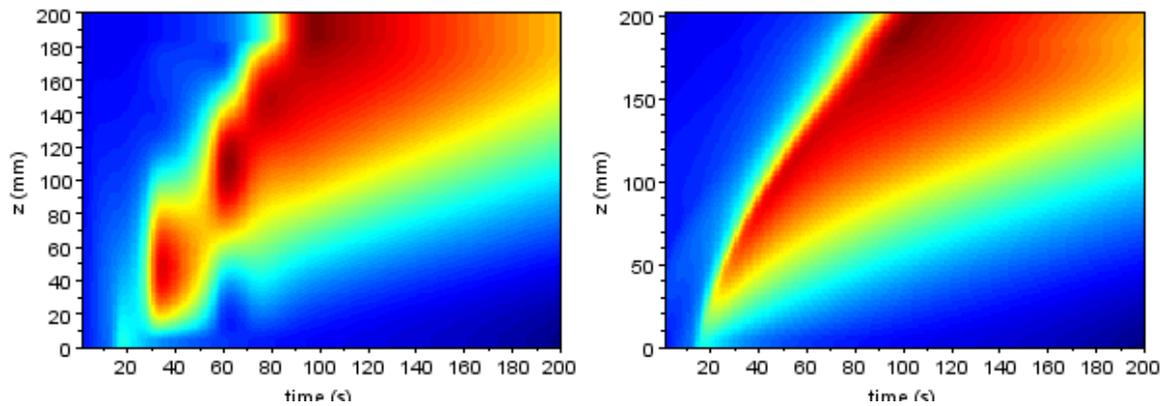


Figure 56 : Comparaison de l'interpolation préalable présentant des instabilités (gauche) et de l'interpolation finale (droite)

La méthode d'interpolation proposée permet une description réaliste de l'évolution de la température dans le temps et la profondeur du filtre, en rendant compte de la progression du front de combustion. Appliquée à chaque position de thermocouple, elle traduit l'évolution axiale des températures en chaque endroit de mesure dans la section.

L'évolution axiale ainsi construite a été ensuite complétée par l'interpolation des températures dans le sens radial. Des essais préliminaires réalisés par PSA ont montré que la température dans les segments centraux ne dépendait que de la distance à l'axe du FAP (ici appelé "rayon") et n'était pas affectée par l'orthotropie de la structure. Dans les segments centraux, le champ de température peut ainsi être considéré comme axisymétrique, ce qui n'est plus forcément vrai pour les segments périphériques en raison du rôle joué par le coulis. Il a également été observé dans ces essais que la température au centre des segments centraux est quasiment identique à la température au centre du filtre (coin de rayon $r = 0$ des segments centraux, figure 57) : la température peut donc être considérée comme uniforme dans un cercle de rayon égal à la demi-diagonale d'un segment.

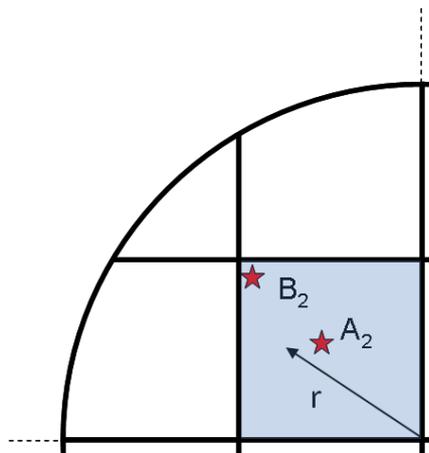


Figure 57 : Définition du rayon r dans les segments centraux

Une interpolation simple à une dimension peut ainsi être envisagée dans la section, en considérant la dépendance de la température au rayon dans les segments centraux. Une fonction spline à une dimension est identifiée sur les deux points expérimentaux en chaque tranche (thermocouples A et B), ainsi qu'au point de coordonnées $(x, y) = (0,0)$, où la température a été imposée égale à celle du thermocouple A.

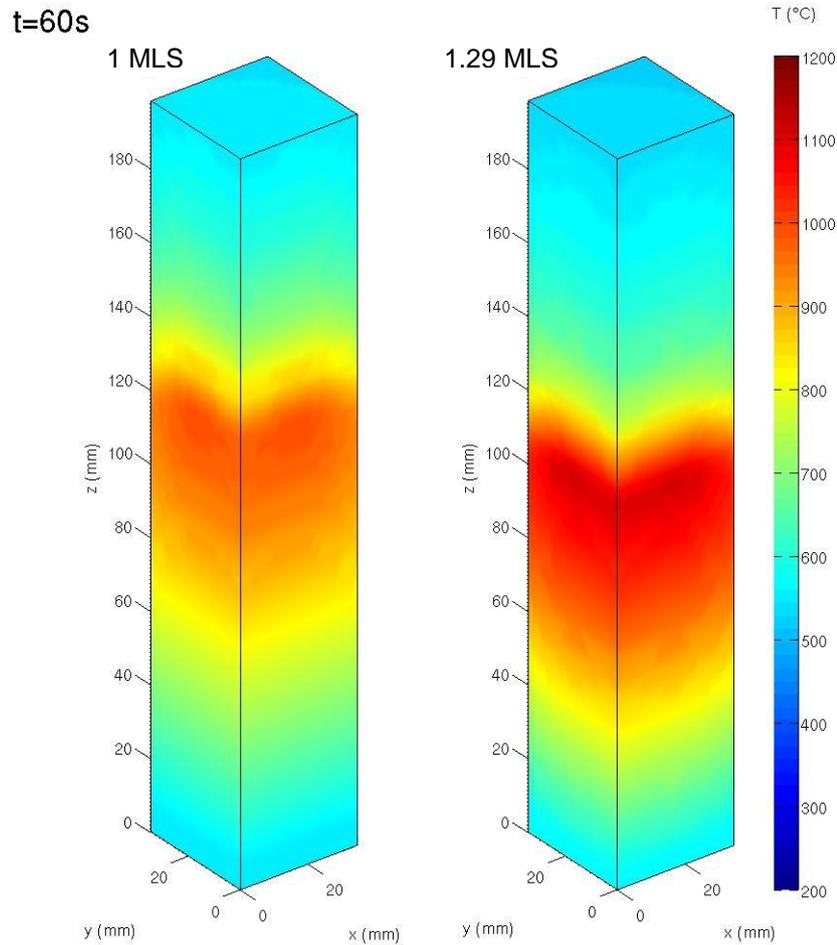


Figure 58 : Cartographie instantanée des températures dans le volume du filtre

Les températures obtenues dans les segments centraux sont représentées sur la figure 58. Elles rendent compte des gradients axiaux et radiaux rencontrés dans ces segments. Ce champ de température, calculé en chaque instant de la régénération constitue la donnée d'entrée des simulations numériques thermomécaniques menées sur les segments de FAP.

3.3 SIMULATION THERMOMECHANIQUE DES SEGMENTS CENTRAUX

Les champs de température interpolés dans les segments centraux correspondent au chargement thermique pour les calculs par éléments finis des contraintes induites par les dilatations

différentielles du nid d'abeilles lors de la régénération. En l'état de l'analyse de la régénération, les calculs ont été menés sur un des quatre segments centraux du filtre, considéré libre de se déformer. Si cette condition aux limites fausse l'amplitude réelle des contraintes en ne prenant pas en compte les interactions mécaniques du segment central avec son environnement, l'intérêt est d'en approcher l'évolution dans l'espace temps-profondeur et est partiellement justifié en raison de l'indépendance des segments d'un point de vue mécanique suggérée au paragraphe 3.1.3. Seules les contraintes de compression que le coulis est susceptible de transmettre ne sont pas prises en compte.

Le calcul a été mené sur un parallélépipède de $34,29 \text{ mm} \times 34,29 \text{ mm} \times 203 \text{ mm}$, correspondant aux dimensions d'un segment de 8 pouces (figure 59). Au matériau homogène équivalent constitutif du segment est assignée la matrice d'élasticité calculée par homogénéisation périodique à partir du motif élémentaire du nid d'abeilles (chapitre 2), ainsi qu'un coefficient de dilatation thermique de $5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ correspondant à la valeur mesurée sur le SiC poreux des membranes : la dilatation thermique étant une déformation volumique isotrope, la dilatation n'est pas influencée par la structuration du nid d'abeilles. Seuls les mouvements de corps rigides sont supprimés, aucune autre interaction mécanique avec le milieu extérieur n'est possible (conditions aux limites isostatiques).

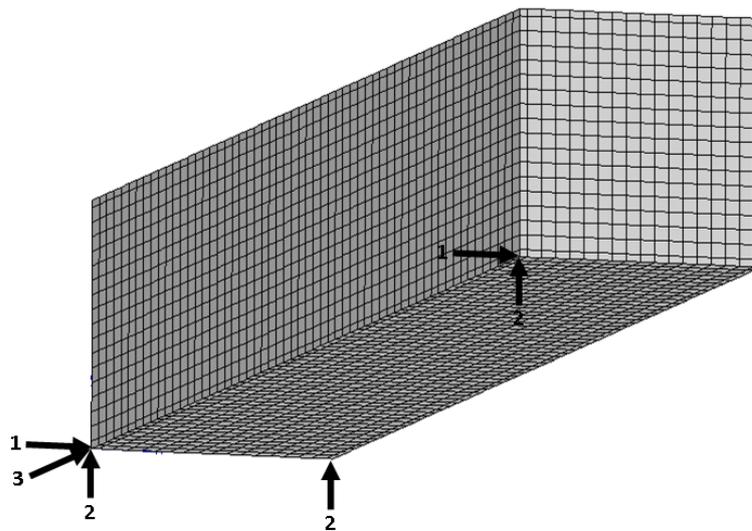


Figure 59 : Maillage et conditions aux limites appliquées au segment central

Les contraintes sont calculées à chaque seconde, sur une durée de 120 secondes, à partir des cartes de températures interpolées. La figure 61 présente, en regard des températures, le tracé des isocontraintes σ_{33} , contrainte normale dans la direction longitudinale (direction d'extrusion des nids d'abeilles), et σ_{23} et σ_{31} , contraintes de cisaillement dans le plan transversal (orthogonal à la direction d'extrusion), à un temps donné. Ces contraintes ont été choisies car étant les plus susceptibles de créer des fissures transversales, en mode I d'ouverture pour la contrainte normale et en modes II ou III pour les contraintes de cisaillement.

La figure 60 illustre, de manière schématique, le rôle joué par les gradients thermiques dans le développement des deux types de contraintes. La dilatation des zones chaudes (C), contrariée par les moindres déformations rencontrées dans les zones froides (F), entraîne dans le cas d'un gradient longitudinal de température (schéma du haut) des contraintes de cisaillement à la limite entre les deux zones (ouverture de fissure en mode II). Dans le cas des gradients transversaux de température, les contraintes de traction en surface de la zone froide sont favorisées (mode I).

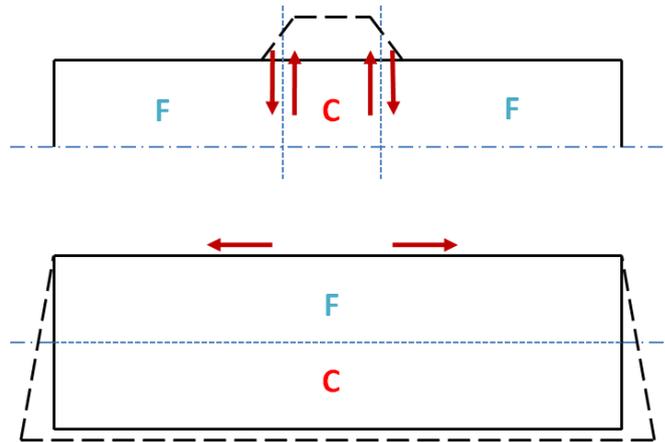
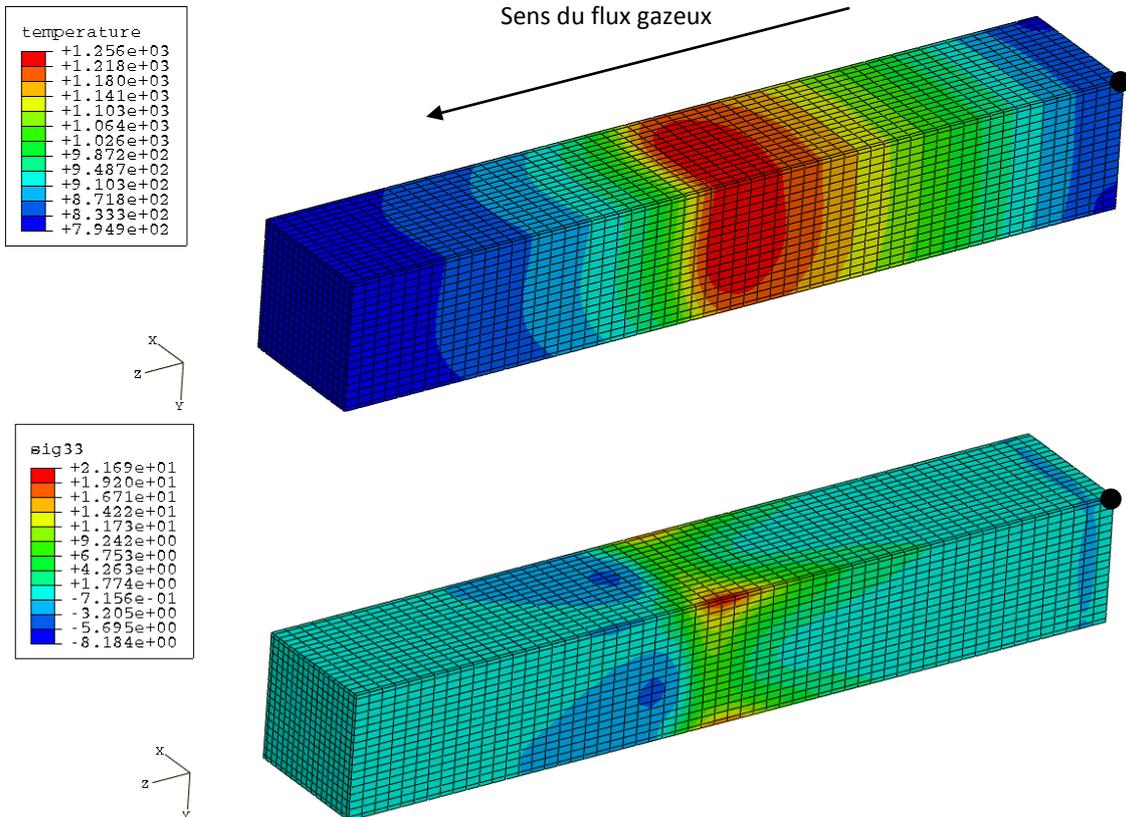


Figure 60 : Principe de création des fissures en mode II et mode I. Les pointillés schématisent la déformée du segment.



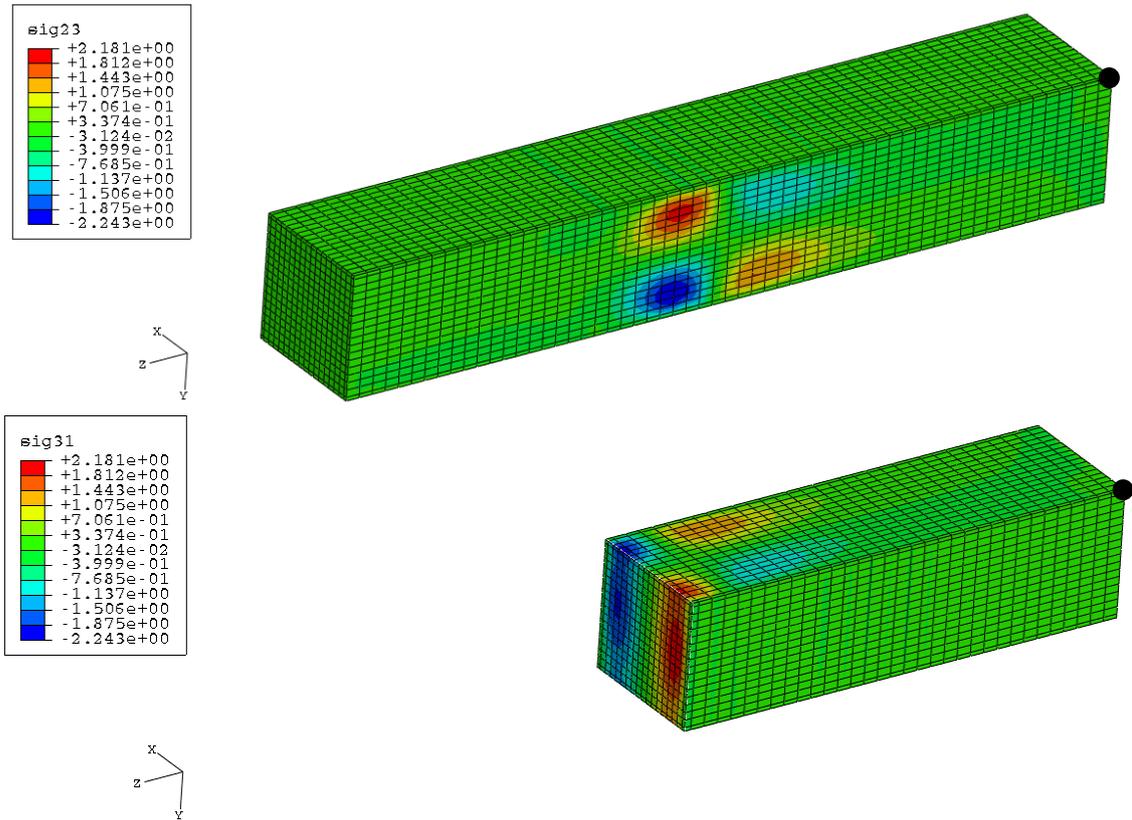


Figure 61 : De haut en bas : champs de température (K), de contrainte normale dans la direction longitudinale σ_{33} (MPa) et de contraintes de cisaillement, σ_{23} et σ_{31} (MPa) (en coupe au maximum de contrainte). Le point noir de coordonnées (o, o, o) indique le centre de la section d'entrée du FAP. Les faces visibles sont les lieux de plus grandes contraintes.

Les contraintes maximales dans toutes les directions sont situées au voisinage de la zone de combustion des suies. Plus précisément, le maximum de la contrainte normale est situé au niveau du maximum de température, où les gradients radiaux sont maximaux et fortement couplés au gradient axial. Les cisaillements maximaux se situent en amont du maximum de température, au niveau du gradient axial maximal. Cette localisation est en accord avec le schéma de la figure 60.

La localisation des contraintes maximales dans la profondeur est tracée sur la figure 62 en fonction du temps. Elle est mise en correspondance avec la localisation des gradients radiaux et axiaux maximaux (au point de mesure A). Ces gradients sont obtenus à partir des dérivées des fonctions spline d'interpolation décrites précédemment.

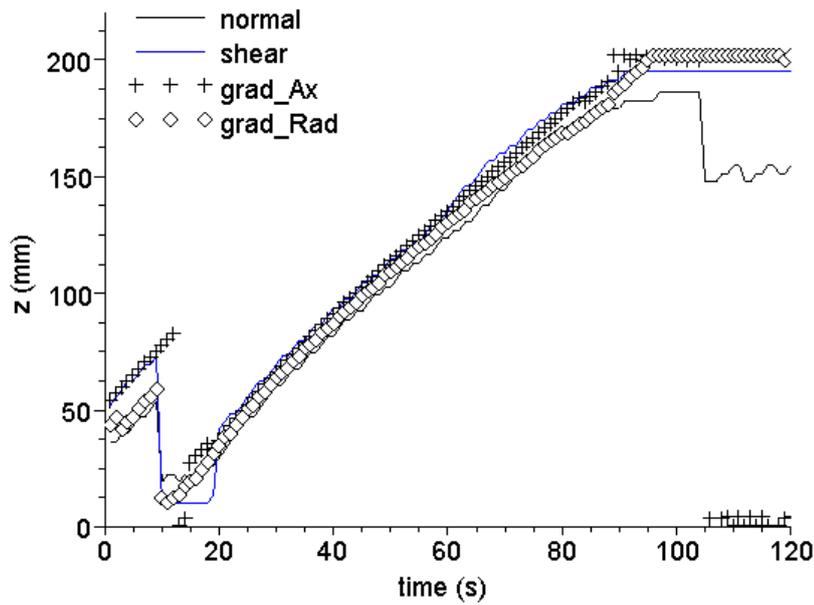


Figure 62 : Localisation des maximums de contraintes et de gradients thermiques en fonction du temps

Les contraintes maximales sont situées dans la même section que les gradients thermiques maximaux, le maximum de la contrainte de cisaillement correspondant plus particulièrement au maximum du gradient axial, et le maximum de la contrainte normale à celui du gradient radial.

Les contraintes maximales calculées sont représentées en figure 63 : rappelons que ces valeurs ne considèrent pas les liaisons mécaniques du segment avec son environnement et que leurs valeurs absolues sont à considérer avec circonspection.

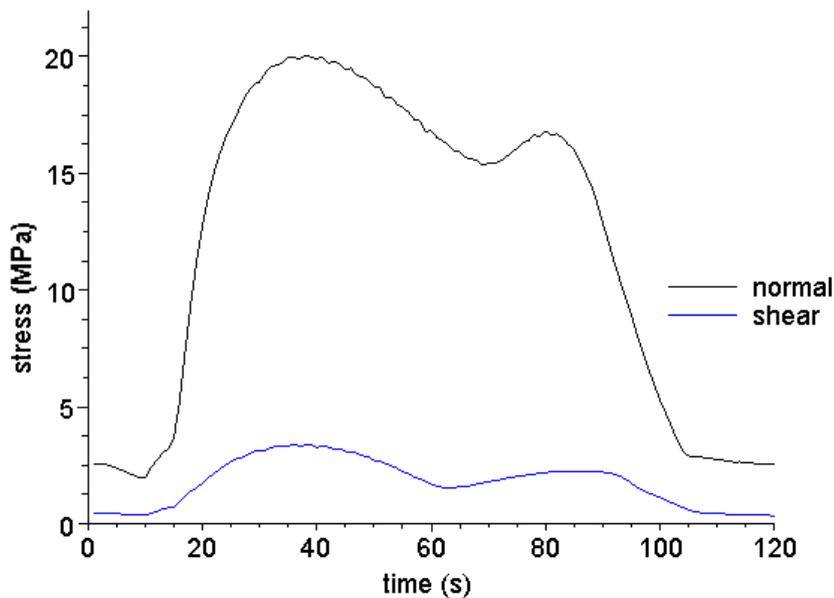


Figure 63 : Evolution de l'amplitude des maximums de contraintes

3.4 DETERMINATION DES INSTANTS DE FISSURATION

Les températures ayant été interpolées dans l'intégralité des segments et les contraintes maximales se trouvant toujours associées aux gradients thermiques maximaux, une corrélation a été recherchée entre les fissures observées *a posteriori* et les événements acoustiques détectés. On cherchait ainsi à identifier les fissures correspondant à un événement acoustique pour y associer un état de contraintes calculé par éléments finis.

La figure 64 détaille la procédure suivie dans le cas du chargement à 1 MLS pour lier les événements acoustiques (figure 44) aux fissures, à partir des températures interpolées axialement sur le point de mesure A.

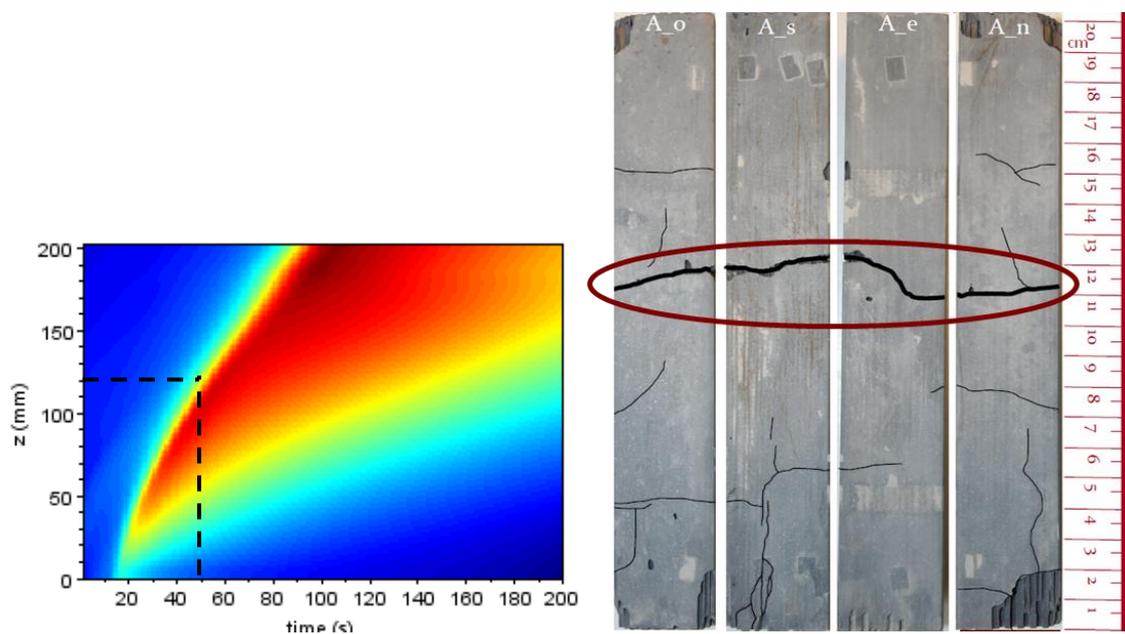


Figure 64 : Association des températures interpolées au thermocouple A et des fissurations observées après essai

Si l'on associe l'instant du premier événement singulier relevé par EA au gradient axial maximal calculé sur l'axe correspondant au point de mesure A, sa localisation dans la profondeur se trouve à 12 cm de l'entrée du filtre.

L'analyse visuelle de l'état mécanique post-essai des segments a révélé une fissuration importante aux alentours de 12 cm de l'entrée du filtre dans deux des segments centraux du filtre. Cette fissuration peut donc bien être associée au champ de contrainte calculé à cet instant.

L'analyse des données expérimentales issues des essais sur banc moteur a permis de déterminer les instants de fissuration des segments centraux dans le FAP. Ce résultat, obtenu grâce aux calculs par éléments finis utilisant comme chargement thermique la reconstruction des champs de température dans les segments, renseigne sur les champs de contrainte susceptibles d'engendrer la fissuration des

nids d'abeilles. Une analyse de ces champs a permis d'ébaucher un critère de rupture fragile adapté aux segments des FAP.

4 BANC D'ESSAI « GRADIENTS THERMIQUES »

4.1	DESCRIPTION DU BANC D'ESSAI	89
4.2	ESSAI PAR PALIERS DE PUISSANCE	92
4.2.1	<i>Description des champs de température mesurés en régime stabilisé</i>	92
4.2.2	<i>Description analytique des échanges thermiques en régime stabilisé.....</i>	95
4.2.3	<i>Modélisation thermique par éléments finis.....</i>	99
4.3	ESSAIS EN RAMPE DE PUISSANCE	102
4.3.1	<i>Essais en régime quasi-stationnaire</i>	102
4.3.2	<i>Essai en régime transitoire</i>	105
4.3.3	<i>Profil de fissuration des essais en configuration « fils centrés ».....</i>	108
4.4	ESSAIS EN REGIME QUASI-STATIONNAIRE : CONFIGURATIONS ALTERNATIVES	108
4.4.1	<i>Variation de la longueur des segments testés</i>	109
4.4.2	<i>Variation de la position de la source de chaleur dans la section des segments</i>	109

Il a été montré dans le chapitre précédent que la fissuration apparaît au moment où la montée en température est la plus rapide. Un essai a été développé pour simuler ce phénomène, qui consiste à imposer une source de chaleur interne à un segment. Un contrôle précis de la puissance introduite permet l'obtention de gradients de température contrôlés.

Plusieurs configurations de l'essai ont été testées et simulées dans le but de se rapprocher du champ thermique rencontré dans les FAP, et ainsi provoquer une fissuration analogue à celle observée après régénération.

Une analyse des transferts de chaleur a permis d'identifier les propriétés thermiques du Matériau Homogène Equivalent (MHE). Un modèle thermique par éléments finis a été développé, afin de simuler les températures générées dans le segment par le banc d'essai.

4.1 DESCRIPTION DU BANC D'ESSAI

L'essai proposé tient compte :

- de la volonté de dissocier les phénomènes thermomécaniques des phénomènes chimiques intervenant lors de la régénération ;
- du souhait de passer de l'échelle du FAP à celle du segment ;
- du besoin de reproductibilité et de facilité de mise en œuvre.

Le principe de l'essai consiste à générer des gradients thermiques par l'introduction d'une source de chaleur au sein de segments. Ces derniers sont refroidis par les faces extérieures en convection libre avec l'atmosphère.

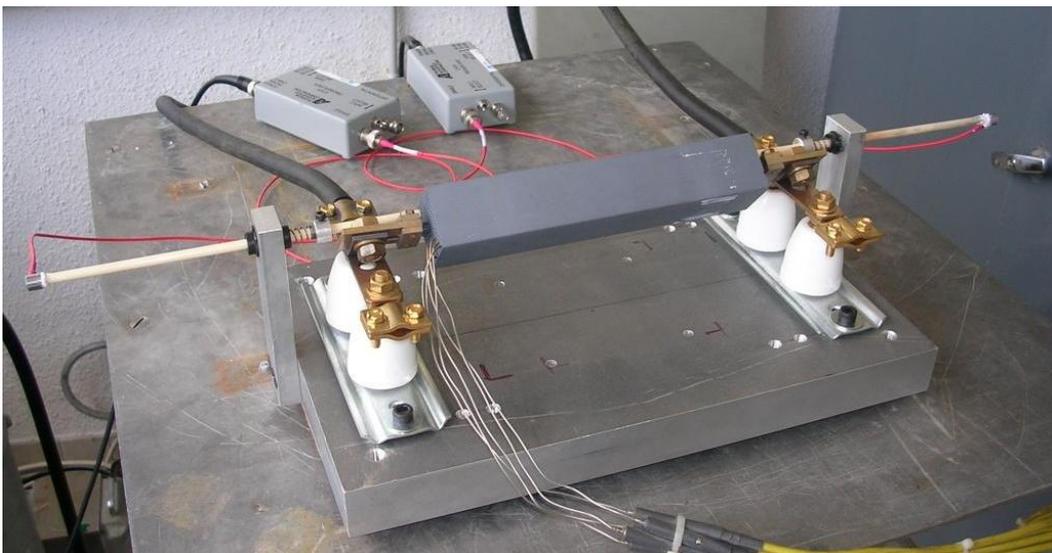


Figure 65 : Vue d'ensemble du banc d'essai « gradients thermiques ».

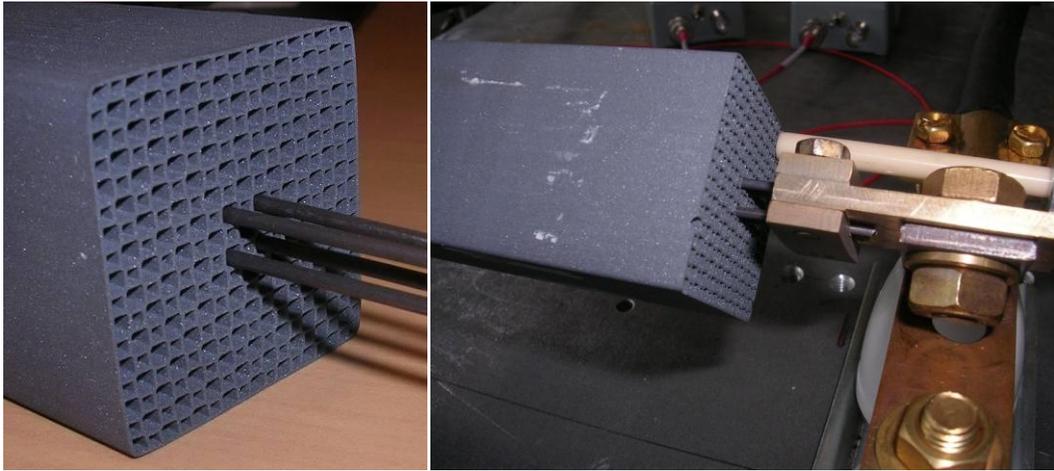


Figure 66 : Détail de la configuration C de placement des fils (quatre fils positionnés au centre de la section)

Le chauffage est réalisé par l'intermédiaire de fils résistifs (en Kanthal® A1, alliage ferritique de chrome) traversant différents canaux du segment (les extrémités des segments ayant été préalablement découpées afin d'enlever les bouchons). Ces fils sont alimentés par un générateur de courant alternatif régulé en puissance. La mesure de la puissance introduite est obtenue par le produit de la tension aux bornes du générateur par l'intensité du courant traversant les fils. Quatre fils suffisent à l'obtention d'un gradient thermique suffisant pour provoquer la fissuration des segments.

Les axes d'orthotropie de la section du segment sont orientés à 45° de l'horizontale, afin de minimiser l'asymétrie de la convection libre sur des faces externes.

Les températures sont mesurées par l'intermédiaire de plusieurs thermocouples isolés électriquement et disposés dans les canaux du nid d'abeilles à différentes distances des surfaces et des extrémités du segment.

Dans le but de détecter les instants de fissuration, deux guides d'ondes en alumine sont positionnés aux extrémités du segment pour recueillir les ondes acoustiques et les amener à deux capteurs piézoélectriques.

Plusieurs longueurs de segment peuvent être testées sur le banc. Les résultats présentés dans ce chapitre concernent principalement les essais réalisés sur des segments de 19 cm.

Différentes configurations d'essai seront présentées au cours du chapitre. La dénomination suivante est affectée à chaque configuration :

1 ^{ère} lettre : position des fils dans la section	1 ^{er} chiffre : distance de décentrage si applicable
C (centré)	-
D (décentré)	6
	12

Tableau 8 : Nomenclature des essais réalisés sur le banc « gradients thermiques »

La configuration C (source de chaleur centrée dans la section) est la configuration standard, présentée sur la figure 66. C'est la configuration utilisée dans les paragraphes *Essai par paliers de puissance* (§ 4.2) et *Essais en rampe de puissance* (§ 4.3) de ce chapitre, qui a permis la caractérisation thermique du MHE et l'obtention d'une fissuration par le banc d'essai.

Les configurations D, D6 et D12, sont utilisées pour approcher les conditions réelles de chargement thermique dans les segments de FAP : les quatre fils résistifs sont décentrés respectivement de 5,7 et 11,4 mm pour les configurations D6 et D12, afin de localiser le maximum de température à différents endroits dans la section du segment. Ces configurations seront traitées dans le paragraphe 4.4.

L'emplacement des fils pour les différentes configurations est illustré sur la figure 67.

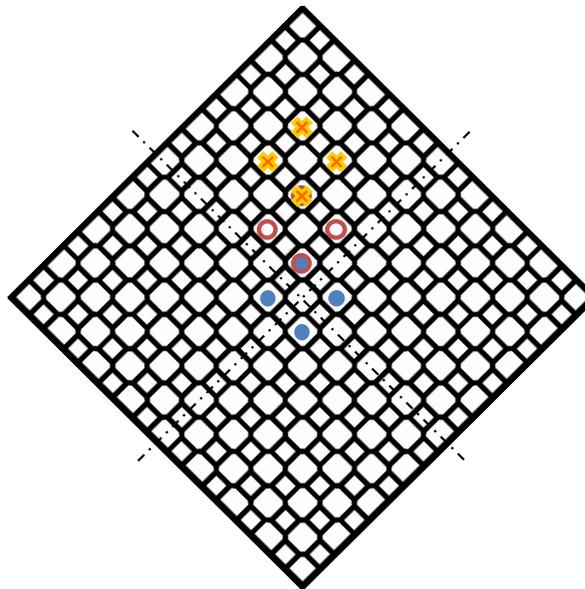


Figure 67 : Positions des fils résistifs : en bleu, configuration C ; en rouge D6 ; en jaune D12

4.2 ESSAI PAR PALIERS DE PUISSANCE

Dans un premier temps, la propagation de la chaleur et les champs de température générés dans le nid d'abeilles ont été analysés afin d'obtenir une description pertinente des échanges thermiques dans le système.

La configuration C correspond au cas d'essai le plus simple. Les quatre fils sont positionnés dans les canaux les plus proches du centre de la section et provoquent un chargement symétrique (figure 66). Cette configuration a permis :

- d'observer et d'analyser la propagation de la chaleur dans le segment ;
- de calculer les propriétés thermiques du MHE ;
- d'évaluer les effets de gradients principalement radiaux.

4.2.1 DESCRIPTION DES CHAMPS DE TEMPERATURE MESURES EN REGIME STABILISE

Si la configuration C génère un chargement symétrique, le système total (apport de chaleur par les fils associé au refroidissement par convection libre) pourrait ne pas l'être. L'écart de température a donc été mesuré entre les arêtes hautes et basses du segment : sur l'ensemble de la gamme de puissance de l'essai, cet écart reste limité à 5%. La distribution de température sera donc considérée symétrique.

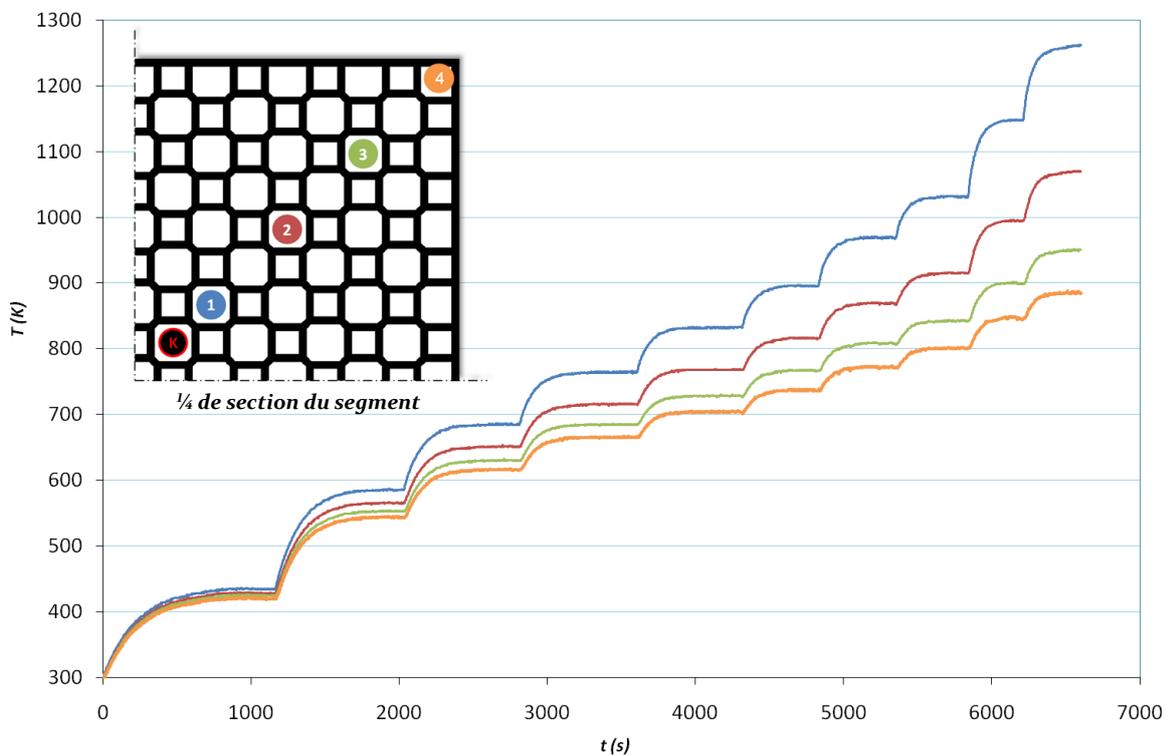


Figure 68 : Températures dans la section centrale du segment lors d'un essai par paliers

Le graphique ci-dessus (figure 68) présente les températures mesurées dans la section centrale d'un segment lors d'un essai par paliers de puissance. La puissance linéique par fil est augmentée graduellement jusqu'à $1,9 \text{ W.mm}^{-1}$. Les phases transitoires de montée en température et de stabilisation sont visibles pour chaque échelon de puissance.

L'augmentation du gradient radial est nettement visible sur ce graphique : d'un gradient très faible à la fin du premier palier (14 K d'écart entre le thermocouple 1 et le thermocouple 4), la configuration permet d'atteindre une différence de 375 K entre ces mêmes thermocouples à la fin du dernier palier, soit un gradient moyen sur la diagonale de 22 K.mm^{-1} .

A ce niveau de gradient thermique, le segment est fissuré à la fin de l'essai par paliers. Un nouveau chargement par paliers reconduit sur ce même segment, cette fois-ci fissuré, a donné les mêmes températures. Autrement dit, la fissuration du segment n'a pas d'influence significative sur le transfert thermique.

Dans cette configuration de fils positionnés au centre de la section du segment, le gradient de température est principalement radial, avec un maximum de température au centre. Pour une puissance linéique par fil de $0,87 \text{ W.mm}^{-1}$, les mesures de température réalisées au sein des canaux dans les directions axiales et radiales sont présentées sur la figure 69.

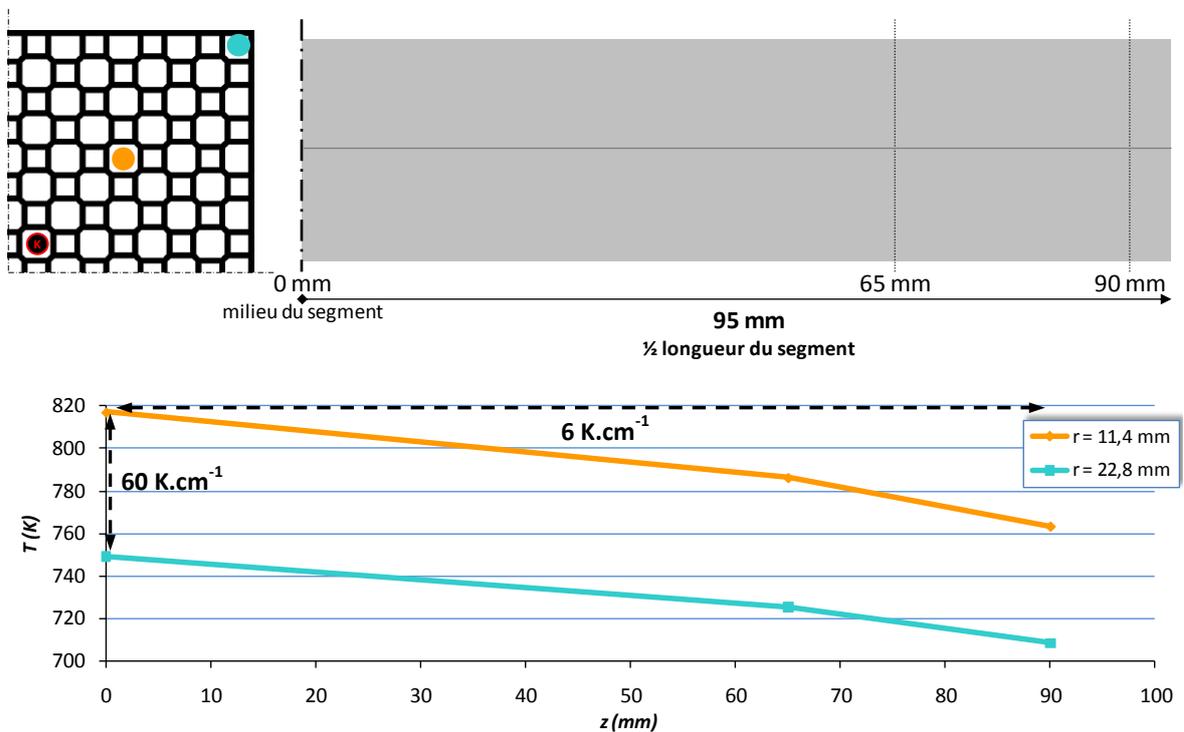


Figure 69 : Températures mesurées en configuration C pour deux positions radiales et trois positions axiales dans le segment à une puissance de $0,87 \text{ W.mm}^{-1}$

Le gradient radial maximal entre les deux thermocouples ainsi que le gradient axial maximal sur la longueur du segment sont reportés sur la figure. Même si le gradient axial local est plus important près de l'extrémité du segment (il est de 9 K.cm^{-1} entre 65 et 90 mm), la tendance globale est à un gradient principalement radial (qui dépasse 60 K.cm^{-1} au voisinage direct du fil).

Une instrumentation plus précise dans la section centrale du segment (figure 70) permet de rendre compte de l'évolution de la température en fonction de la distance au centre.

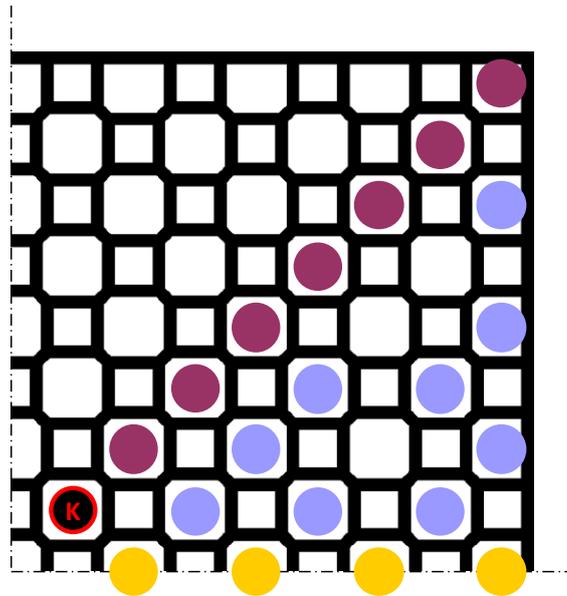


Figure 70 : Positions et code de couleur des thermocouples dans la section centrale pour la visualisation de la répartition du champ de température en fonction de la distance au centre de la section

Les résultats, pour deux régimes stabilisés à des puissances différentes, sont présentés sur la figure 71 et la figure 72. Un polynôme d'ordre 2 a été ajusté sur les mesures pour représenter l'évolution en fonction de la distance au centre.

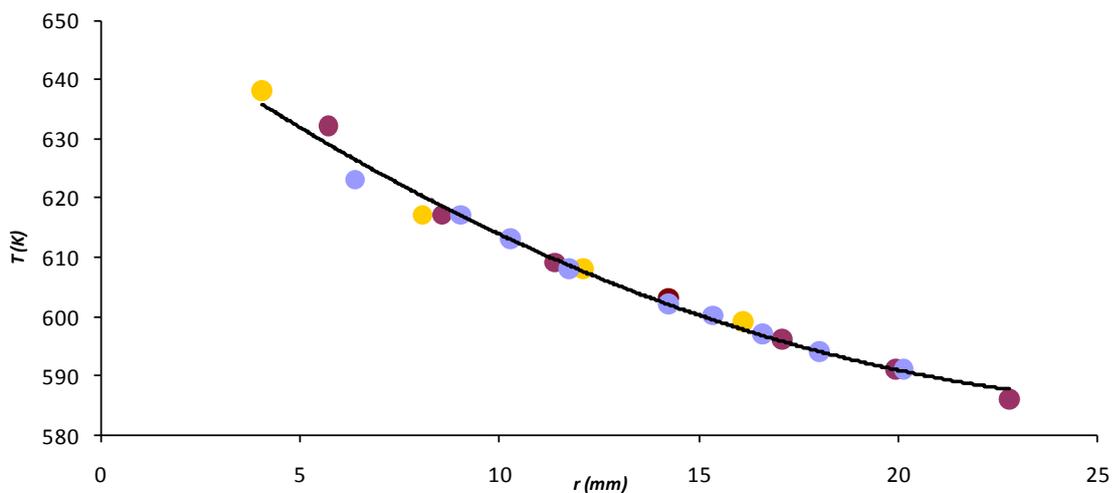


Figure 71 : Températures dans les canaux en fonction de la distance au centre de la section pour une puissance de $0,3 \text{ W.mm}^{-1}$

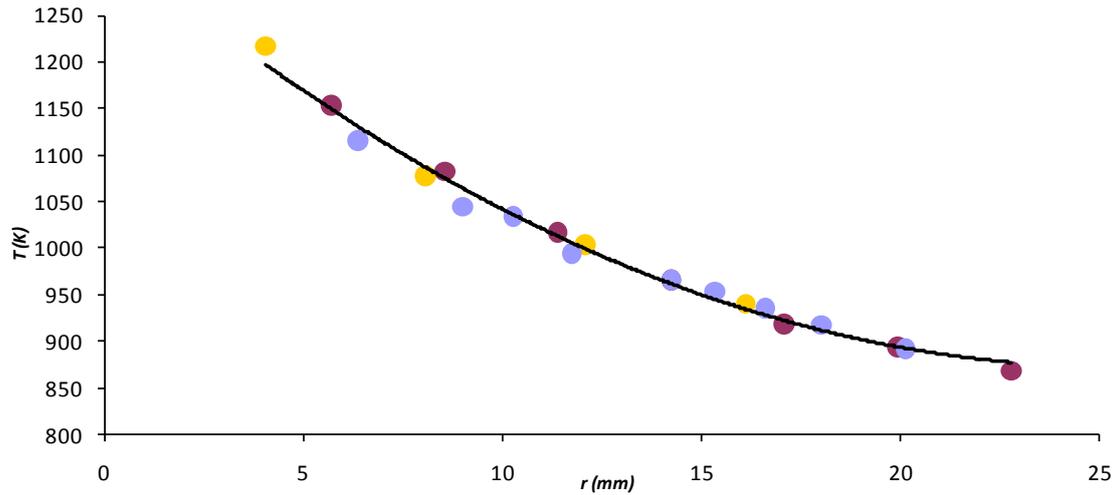


Figure 72 : Températures dans les canaux en fonction de la distance au centre de la section pour une puissance de $1,5 \text{ W.mm}^{-1}$

Ces mesures révèlent une indépendance des températures mesurées vis-à-vis de la position angulaire des thermocouples dans la section du nid d'abeilles. Autrement dit, malgré l'orthotropie de la géométrie du segment et du positionnement des fils résistifs, la distribution des températures dans une section peut être considérée comme axisymétrique.

4.2.2 DESCRIPTION ANALYTIQUE DES ECHANGES THERMIQUES EN REGIME STABILISE

Une analyse du champ de température a été proposée, pour préciser les échanges thermiques ayant lieu durant les régimes stationnaires de l'essai par paliers de puissance. En négligeant les pertes thermiques par les extrémités des segments et en considérant l'axisymétrie du champ de température, le champ thermique peut être décrit dans une seule dimension en fonction de la distance au centre de la section. Dans un régime stationnaire, l'équilibre thermique est défini par l'égalité des flux de chaleur entrant et sortant, soit entre la puissance dégagée des fils par effet Joule et celle évacuée par la convection aux surfaces libres.

Les échanges thermiques dans une section de nid d'abeilles (2D) ont été détaillés en prenant en compte des coefficients moyens de conductivité thermique apparente du MHE dans la section et de convection sur le contour. Les positions du fil résistif et des principaux thermocouples, ainsi que la définition des variables géométriques pour la description du champ thermique, sont présentées ci-dessous.

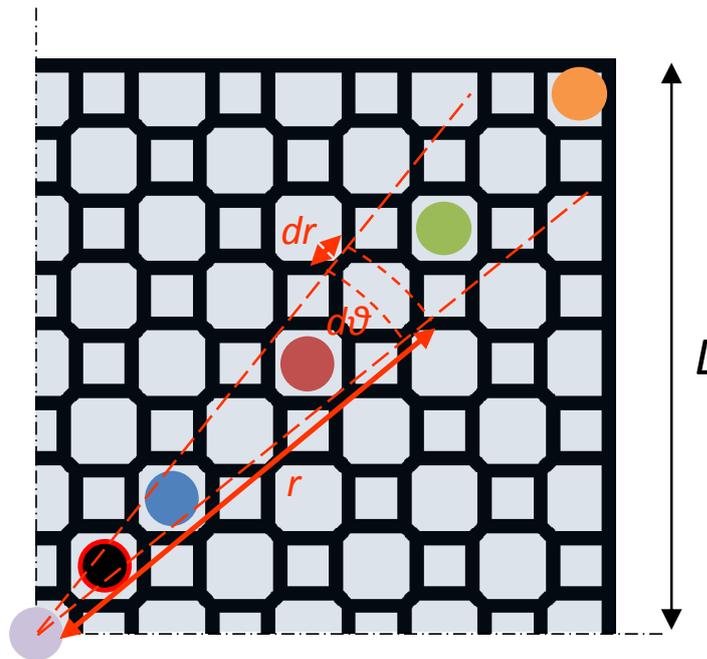


Figure 73 : Définition des variables dans un quart de section

Afin d'explicitier simplement les échanges de chaleur dans la section, la source thermique est supposée ponctuelle et centrée. En partant de la loi de Fourier (écrite en 2D), en régime stationnaire, la température est définie par :

$$d\phi = -\lambda \frac{dT}{dr} r d\theta$$

$$dT d\theta = -\frac{d\phi}{\lambda} \frac{dr}{r}$$

$$T \frac{\pi}{2} = -\frac{\phi \ln r}{\lambda} + C$$

$$T = -\frac{2\phi \ln r}{\pi \lambda} + C$$

où ϕ est la puissance linéique d'un fil, λ la conductivité thermique du matériau homogène équivalent et C une constante.

Le coefficient λ , conductivité thermique apparente du MHE, englobe tous les modes d'échange thermique ayant lieu dans la section en nid d'abeilles : conduction, convection et, pour les plus hautes températures, rayonnement. La part de rayonnement tendrait à faire augmenter la valeur de λ avec la température, mais il est probable que son influence reste faible, même aux températures maximales rencontrées lors des essais.

L'évolution de la température peut ainsi être décrite en fonction de la distance r au centre du segment. La connaissance de la température en tout point de la section nécessite de déterminer la constante C . La condition limite du système, convection libre avec l'extérieur à une température T_{ext} ,

est ici considérée au point $r = r_{max} = \sqrt{2L^2}$ (la condition limite aurait dû préférablement être envisagée à la distance correspondant au diamètre du cercle de même surface extérieure que le contour du segment, mais ce point n'a pas été instrumenté dans ces essais). La température sur le contour de la section est liée à la température extérieure par la loi de Newton. En considérant la température constante sur le contour, pour une puissance donnée, il vient :

$$\begin{aligned}d\phi &= h(T - T_{ext})dl \\ \phi &= 2Lh(T - T_{ext}) \\ T &= \frac{\phi}{2Lh} + T_{ext}\end{aligned}$$

où h est le coefficient de convection et T la température sur le contour du segment.

Les deux expressions de la température ainsi obtenues sont liées au contour. A partir du point de plus grande distance au centre, $r = r_{max} = \sqrt{2L^2}$, et en considérant une section cylindrique à la place de la section carrée, l'égalité entre les deux précédentes expressions peut être posée. De cette égalité vient la valeur de la constante C .

$$\begin{aligned}T_{r_{max}} &= \frac{-2\phi \ln \sqrt{2L^2}}{\pi\lambda} + C \\ C &= \phi \left(\frac{1}{2Lh} + \frac{2 \ln \sqrt{2L^2}}{\pi\lambda} \right) + T_{ext}\end{aligned}$$

La température est alors définie en tout point par :

$$T = \phi \left(\frac{1}{2Lh} + \frac{2}{\pi\lambda} \ln \left(\sqrt{2} \frac{L}{r} \right) \right) + T_{ext}$$

La température ayant été mesurée expérimentalement en fonction de la puissance introduite, les deux seules inconnues de cette équation sont h et λ , respectivement coefficient de convection libre et conductivité thermique apparente. Ces paramètres sont obtenus par méthode inverse, de manière à décrire au mieux les températures mesurées dans le segment. L'optimisation est fondée sur la méthode des moindres carrés.

La figure 74 résume les résultats de l'identification inverse des paramètres h et λ réalisée pour chaque échelon de puissance de l'essai par paliers, en régime stationnaire. La température T en abscisse du graphique correspond à la température moyenne dans la section pour le tracé de λ , et à la température au point $r = r_{max}$ pour le tracé de h .

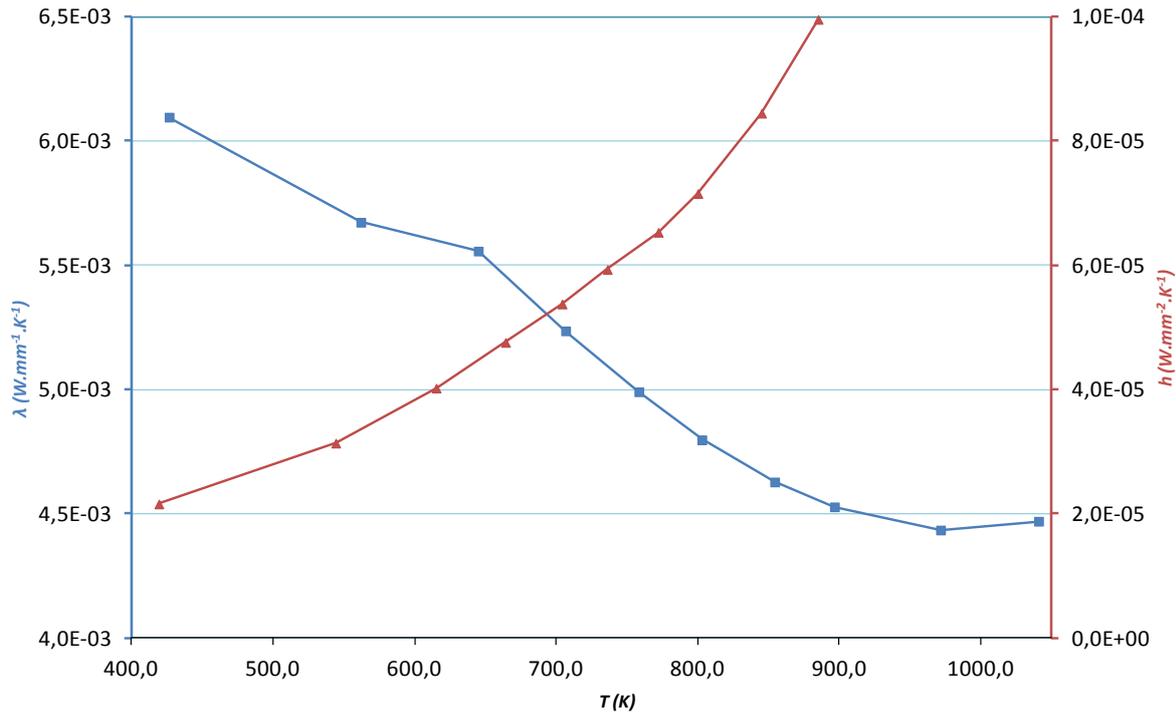


Figure 74 : Conductivité thermique apparente du MHE (carrés) et coefficient de convection (triangles) déterminés par méthode inverse

Pour s'assurer de la pertinence de la valeur de λ calculée, la conductivité apparente du SiC poreux constituant le nid d'abeilles a été estimée analytiquement. A partir de la conductivité thermique du SiC dense (de l'ordre de $100 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour des tailles de grains d'une dizaine de micromètres [Snead 2007]) la conductivité du SiC poreux peut, par exemple, être déterminée par un modèle analytique issu de la théorie de percolation du milieu effectif [Landauer 1952].

$$\lambda_{eff} = \frac{1}{4} \left(\lambda_S(3v_S - 1) + \lambda_A(3v_A - 1) + \sqrt{(\lambda_S(3v_S - 1) + \lambda_A(3v_A - 1))^2 + 8\lambda_A\lambda_S} \right)$$

Une conductivité à l'ambiante de $40 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ est ainsi estimée pour le SiC poreux. A l'échelle supérieure, en considérant les canaux comme des inclusions d'air dans une matrice de SiC poreux, la borne supérieure de l'estimation de Hashin et Shtrikman [Hashin 1962] peut être retenue pour approcher la valeur du matériau homogène équivalent à la structure nid d'abeilles.

$$\lambda_{eff,max} = \lambda_S + \frac{v_A}{\frac{1}{\lambda_A - \lambda_S} + \frac{v_S}{3\lambda_S}}$$

Celle-ci vaut $10 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à l'ambiante et valide l'ordre de grandeur des valeurs approchées sur la figure 74.

L'évolution en fonction de la température de la conductivité thermique calculée est également en accord avec les évolutions rencontrées dans le SiC dense [Snead 2007] (figure 75). Si les échanges

radiatifs peuvent être à l'origine d'une augmentation avec la température de la conductivité apparente dans le cas des matériaux poreux et/ou cellulaires, l'intervalle de température étudié ne révèle pas ce phénomène et c'est le comportement intrinsèque du SiC qui domine.

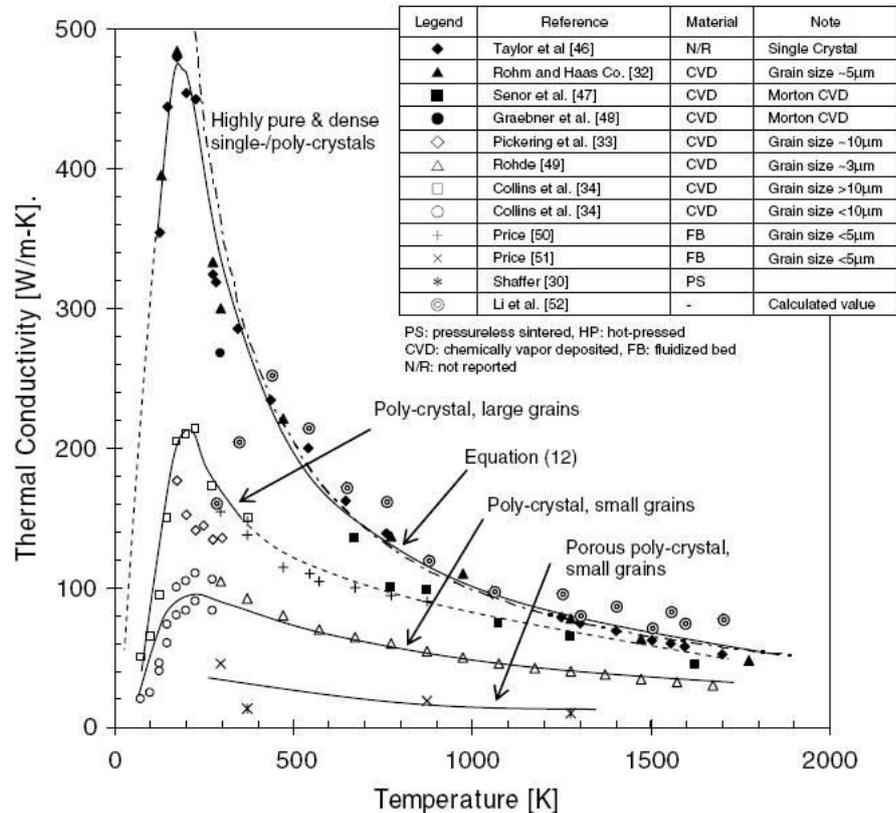


Figure 75 : Conductivité thermique de différents SiC denses, en fonction de la température [Snead 2007]

De même, les valeurs de h calculées sont dans l'ordre de grandeur des valeurs rencontrées en convection libre (de 2 à 25 $W.m^{-2}.K^{-1}$ pour des échanges avec des gaz à l'ambiante) [Marchio 2008].

La description analytique du champ thermique, bien qu'approximative, permet de rendre compte du champ de température provoqué par le chauffage central. L'accord entre les estimations analytiques et le calcul par identification inverse des propriétés thermiques du matériau homogène équivalent a démontré la capacité de cette description simplifiée à obtenir des valeurs réalistes des paramètres thermiques régissant l'essai.

4.2.3 MODELISATION THERMIQUE PAR ELEMENTS FINIS

Un modèle thermique par éléments finis a été développé, afin d'obtenir les champs de température dans l'ensemble du volume du segment, et ainsi permettre la simulation des configurations non axisymétriques, trop complexes à mener analytiquement.

Le maillage correspondant à la configuration C est représenté sur la figure 76. Seul un huitième de segment est maillé en raison des symétries du système. Chaque nœud du maillage (en dehors de la

zone correspondant au fil) est centré sur un canal du nid d'abeilles. Le fil est modélisé par un ensemble d'éléments carrés auxquels est appliqué un flux de chaleur par unité de volume. Une condition de convection libre est appliquée sur toutes les faces extérieures du segment. Le coefficient de convection aux extrémités du barreau est supposé identique à celui de la périphérie du segment.

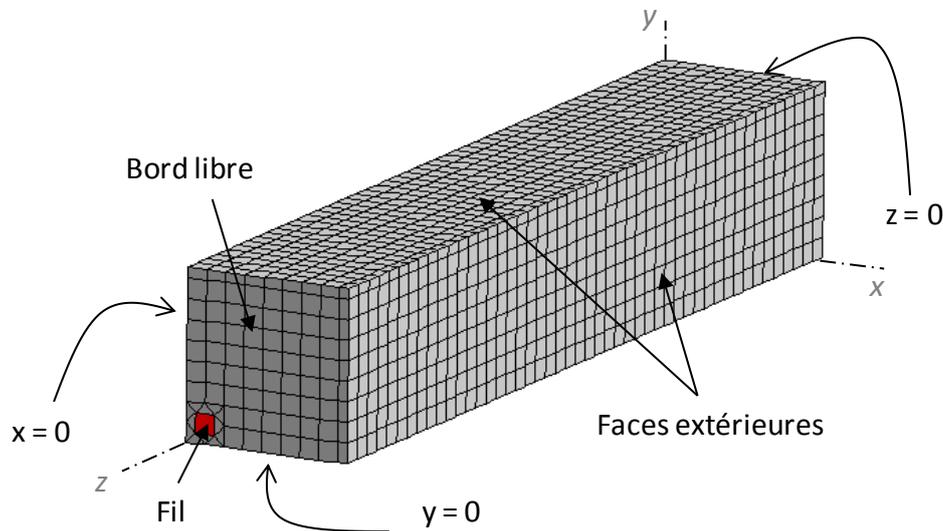


Figure 76 : Maillage d'un huitième de segment en configuration C

Lorsque les fils résistifs ne sont pas positionnés de manière symétrique autour du centre de la section (configurations D6 et D12), une moitié de segment est maillée (seule la symétrie en $z = 0$ est conservée).

Le flux de chaleur entrant est calculé à partir de la puissance P dissipée par le fil suivant la relation :

$$FluxVol = \frac{P}{4L_{fil}S}$$

où $FluxVol$ représente le flux de chaleur par unité de volume introduit dans le code de calcul, P la puissance électrique mesurée aux bornes des fils, L_{fil} la longueur totale des fils, mesurée entre les bornes, et S la section d'un élément carré modélisant le fil.

L'analyse des valeurs de conductivité thermique obtenues par méthode analytique au paragraphe précédent a révélé que celle-ci dépendait de la température. Ces calculs préliminaires de conductivité étaient fondés sur le calcul d'une conductivité moyenne entre deux points de mesure pouvant présenter un écart important de température, d'où une précision limitée.

Afin d'obtenir une estimation plus précise de la conductivité thermique en fonction de la température, celle-ci a été calculée sur un intervalle entre deux thermocouples par une méthode analytique, analogue à la précédente. En choisissant deux positions proches de thermocouples, l'écart

de température est réduit, ce qui autorise un calcul plus local, donc plus précis, de la conductivité thermique :

$$\phi = -\lambda \frac{\Delta T}{\Delta r} r \frac{\pi}{2}$$

$$\phi = -\lambda \frac{T_2 - T_1}{r_2 - r_1} \frac{r_1 + r_2}{2} \frac{\pi}{2}$$

$$\lambda = \frac{4\phi(r_2 - r_1)}{\pi(T_1 - T_2)(r_1 + r_2)}$$

où T_1 et T_2 correspondent aux températures mesurées par les thermocouples 1 et 2 de la figure 68. Le choix des thermocouples 1 et 2 a été motivé par leur proximité de la source de chaleur engendrant une grande étendue de mesure en température et des gradients suffisants pour un calcul précis de la différentielle expérimentale.

L'évaluation du coefficient de convection a également été affinée. Dans le paragraphe précédent, h était calculé sur la position de plus grande distance au centre. Considérer ce point de mesure qui est le moins chaud du contour tend à surestimer la valeur de h calculée. Le calcul est alors réalisé sur la moyenne des températures entre ce thermocouple et un thermocouple placé au milieu d'une face extérieure (à savoir le thermocouple du contour de plus petite distance au centre et le plus chaud). Les valeurs sont ensuite extrapolées par une fonction du second ordre pour couvrir une plage de température suffisante.

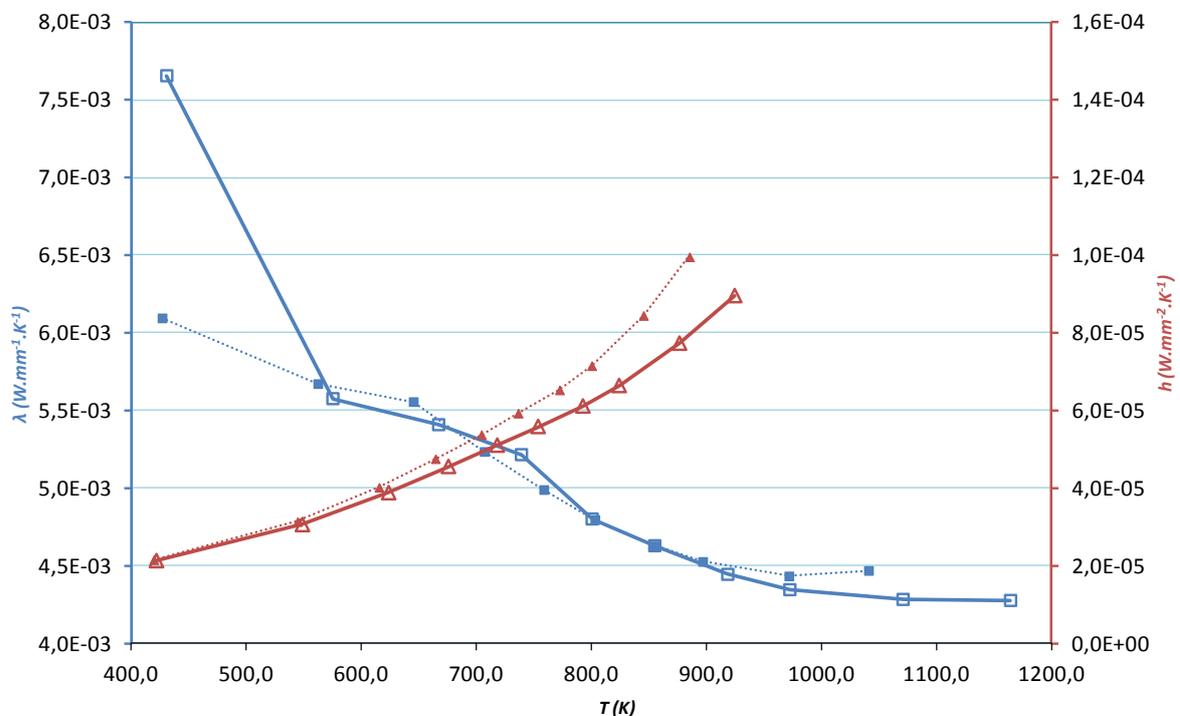


Figure 77 : Conductivité thermique (carrés) et coefficient de convection (triangles) calculés par méthode analytique (en pointillés) et par éléments finis (en traits pleins)

La conductivité thermique et le coefficient de convection ainsi calculés sont reportés sur la figure 77 et comparés avec les résultats précédemment obtenus.

Les résultats obtenus vérifient les ordres de grandeur précédemment énoncés. La conductivité thermique a ainsi été mesurée entre 430 et 1160 K.

La conductivité thermique dans la direction d'extrusion a été calculée à partir de la conductivité thermique du SiC poreux mesurée par le laboratoire CRISMAT en ne considérant que la section efficace de conduction de la chaleur, c'est-à-dire celle du SiC poreux. Cette démarche revient à négliger les transferts thermiques par l'air et à ne considérer que 35% de la surface de la section du module (voir chapitre 2).

4.3 ESSAIS EN RAMPE DE PUISSANCE

Les essais effectués par paliers de puissance ont permis de décrire les échanges thermiques en régime stationnaire au sein des segments de FAP et de fournir les propriétés thermiques du MHE sur une large gamme de température. Dans le but d'identifier plus précisément les champs de température conduisant à la rupture des segments, des essais ont été entrepris en rampe de puissance. Des rampes de puissance très lentes, en régime proche du stationnaire, ont permis d'obtenir la fissuration des segments de FAP. Des essais en régime transitoire ont également été menés pour observer l'influence de la vitesse de montée en puissance sur la fissuration générée par le banc dans la configuration C.

4.3.1 ESSAIS EN REGIME QUASI-STATIONNAIRE

Les essais en rampe suffisamment lente pour être considérés comme quasi-stationnaires offrent l'avantage de pouvoir être simulés par la modélisation précédente, mais permettent également une mesure expérimentale précise de la puissance (et du champ de température associé) ayant amené à la rupture des segments.

La figure 78 présente le réseau de fissuration obtenu pour un essai en rampe lente, d'une vitesse de montée en puissance de $10 \text{ mW} \cdot \text{mm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ par fil.

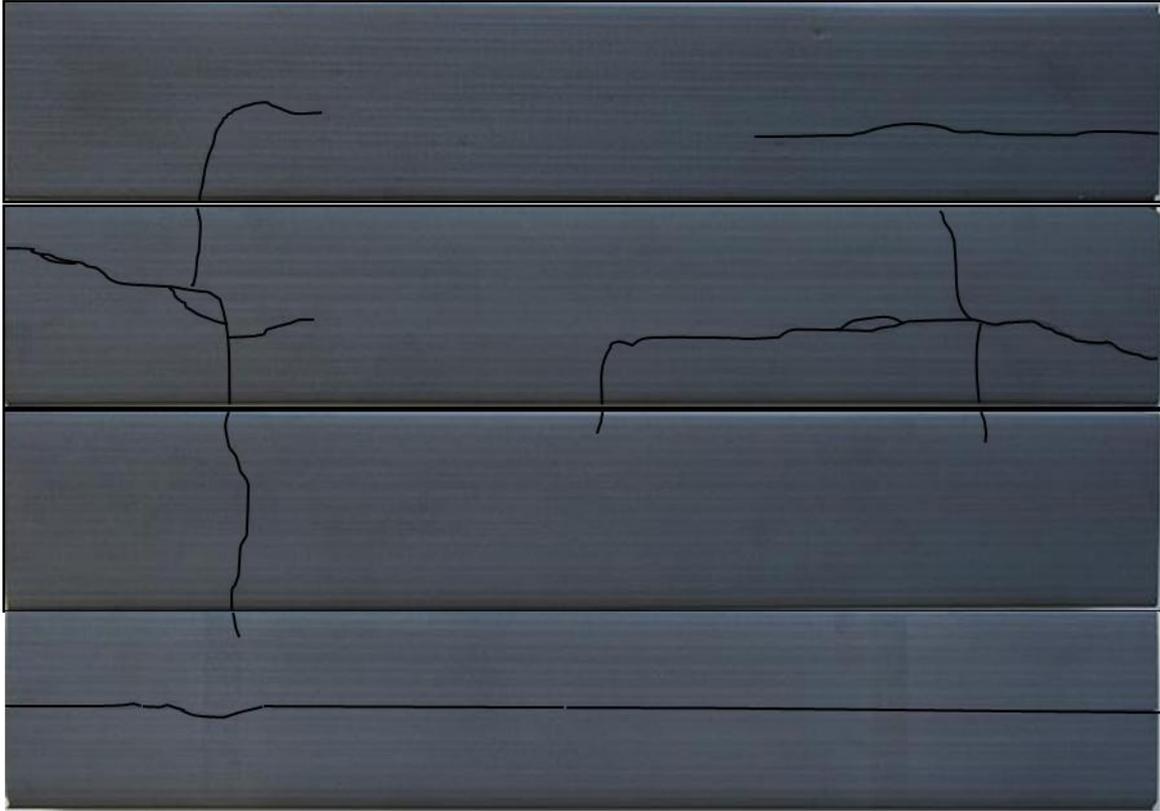


Figure 78 : Réseau de fissures typique d'un échantillon testé en rampe lente (10 mW.mm⁻¹.s⁻¹ par fil)

Toutes les fissures visibles sur la figure 78 sont apparues simultanément lors de l'essai. Sur tous les essais menés dans ces conditions (quatre essais à cette même vitesse, un à une vitesse de 15 mW.mm⁻¹.s⁻¹ par fil et les essais de développement du banc), le réseau de fissuration obtenu est similaire. Il présente, sur une des faces, une fissure longitudinale (dans la direction des canaux) débouchant à chaque extrémité. Sur les autres faces, on observe des fissures transversales et longitudinales, les transversales les plus proches du bord se situant entre 3 et 4 cm de celui-ci.

Les quatre essais à 10 mW.mm⁻¹.s⁻¹ ont été instrumentés par des thermocouples à différents emplacements dans la diagonale de la section. Les températures relevées au moment de la rupture pour ces quatre essais sont représentées sur la figure 79 en fonction de la distance des thermocouples au centre de la section.

Les profils de température à rupture relevés sont très proches pour ces quatre essais, les écarts pour chaque position de thermocouple étant inférieurs à 4%. La température maximale atteinte au centre est comprise entre 900 et 950 K, tandis que le gradient sur la diagonale est de 190 K.

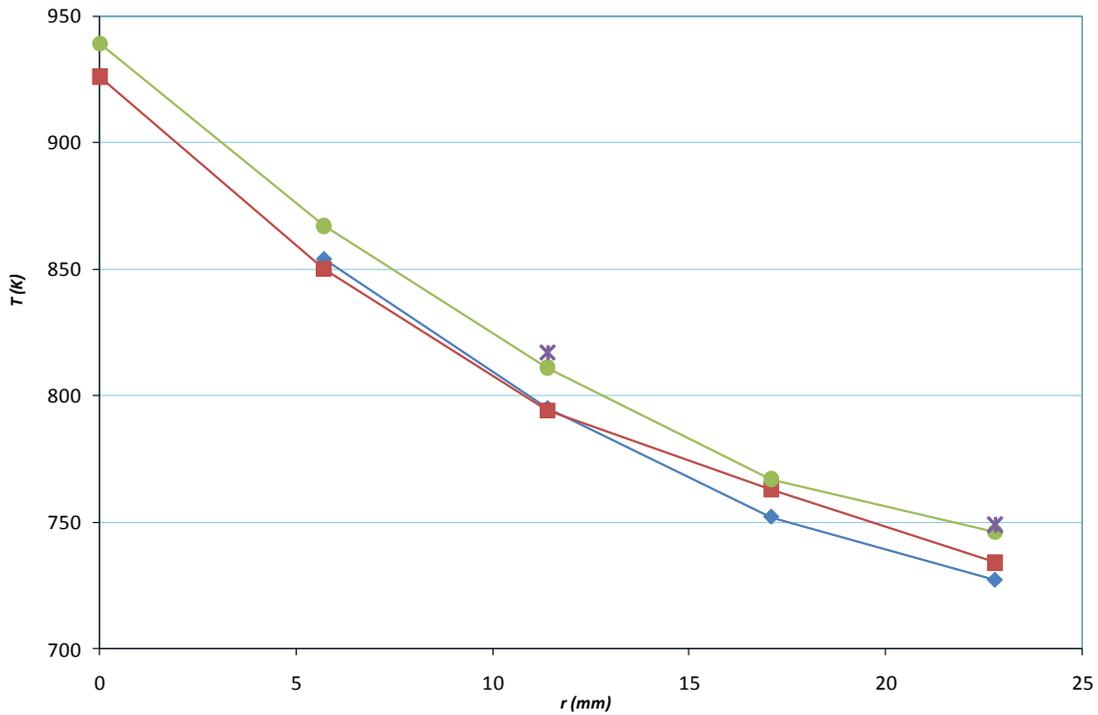


Figure 79 : Températures à rupture mesurées sur quatre essais à $10 \text{ mW} \cdot \text{mm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ par fil en fonction de la distance au centre de la section

Les températures mesurées sur les thermocouples 1 et 4 (figure 68) sont représentées en fonction de la puissance introduite sur la figure 80 et comparées aux mesures obtenues en régime stabilisé sur l'essai par paliers.

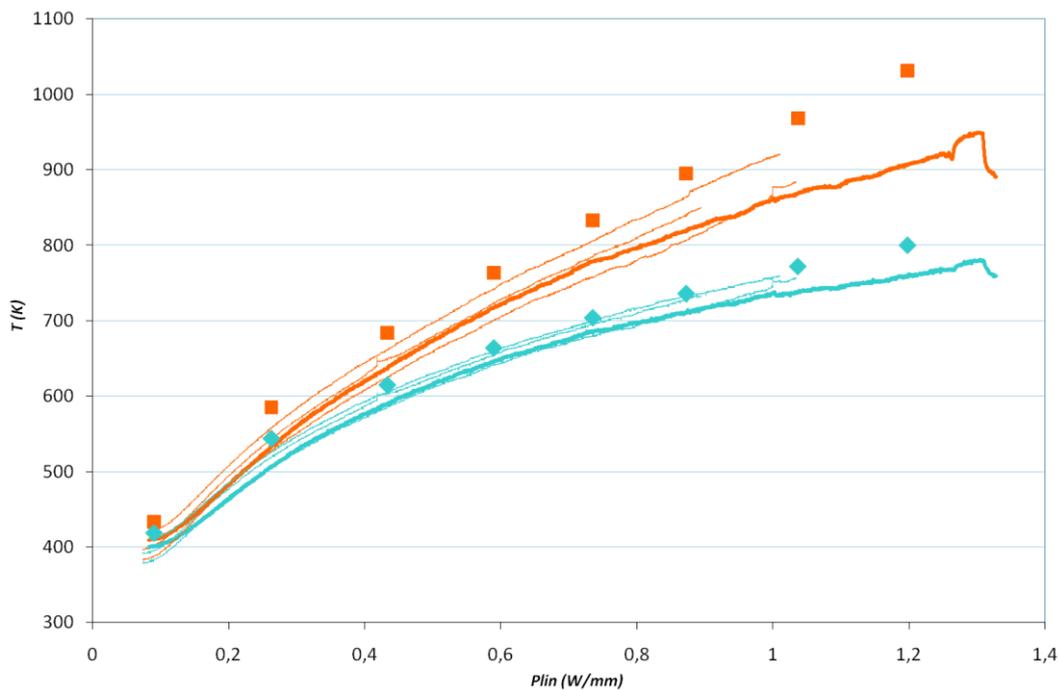


Figure 80 : Températures des thermocouples 1 (orange) et 4 (bleu) en fonction de la puissance linéique par fil : les points correspondent aux régimes stabilisés de l'essai par paliers, les courbes aux essais par rampe (en traits gras, l'essai à $15 \text{ mW} \cdot \text{mm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ par fil, en traits fins, les essais à $10 \text{ mW} \cdot \text{mm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ par fil)

Les températures mesurées lors des essais en rampe lente sont reproductibles et toujours légèrement inférieures aux températures stabilisées de l'essai par palier, ce qui est logique : les écarts restent toutefois inférieurs à 10%. Les températures mesurées durant l'essai effectué à une vitesse de $15 \text{ mW} \cdot \text{mm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ par fil sont du même ordre de grandeur que celles observées pour la vitesse la plus faible, ce qui valide le caractère quasi-stationnaire de ces essais.

La figure 81 reproduit la simulation du profil de température à rupture d'un essai en rampe quasi-stationnaire (face $x = 0$ du maillage présenté sur la figure 76).

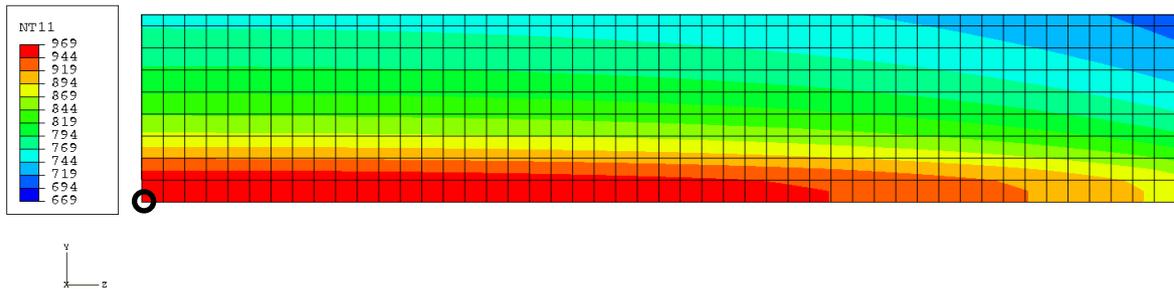


Figure 81 : Carte des températures à rupture (K) simulée pour un essai en rampe quasi-stationnaire (vue intérieure, le cercle noir correspond au centre du segment)

L'effet du refroidissement par convection libre aux extrémités du segment est visible et conforme aux observations formulées au paragraphe 4.2.1 sur la figure 69 ; la carte de température confirme la prédominance des gradients radiaux dans cette configuration.

4.3.2 ESSAI EN REGIME TRANSITOIRE

Des essais ont également été réalisés en régime fortement transitoire, au maximum de la capacité du banc ($0,1 \text{ W} \cdot \text{mm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ par fil, cf. annexe C), pour évaluer l'influence de la vitesse de sollicitation sur le réseau de fissures. Le profil de fissuration obtenu est représenté sur la figure 82. Il est comparé au profil obtenu en régime quasi-stationnaire sur la figure 83.

Les profils de fissuration obtenus en régime transitoire et quasi-stationnaire dans la configuration C sont similaires. Si le régime transitoire a engendré un nombre plus important de fissures, les composantes longitudinales et transversales décrites dans le chapitre précédent sont retrouvées en régime transitoire.

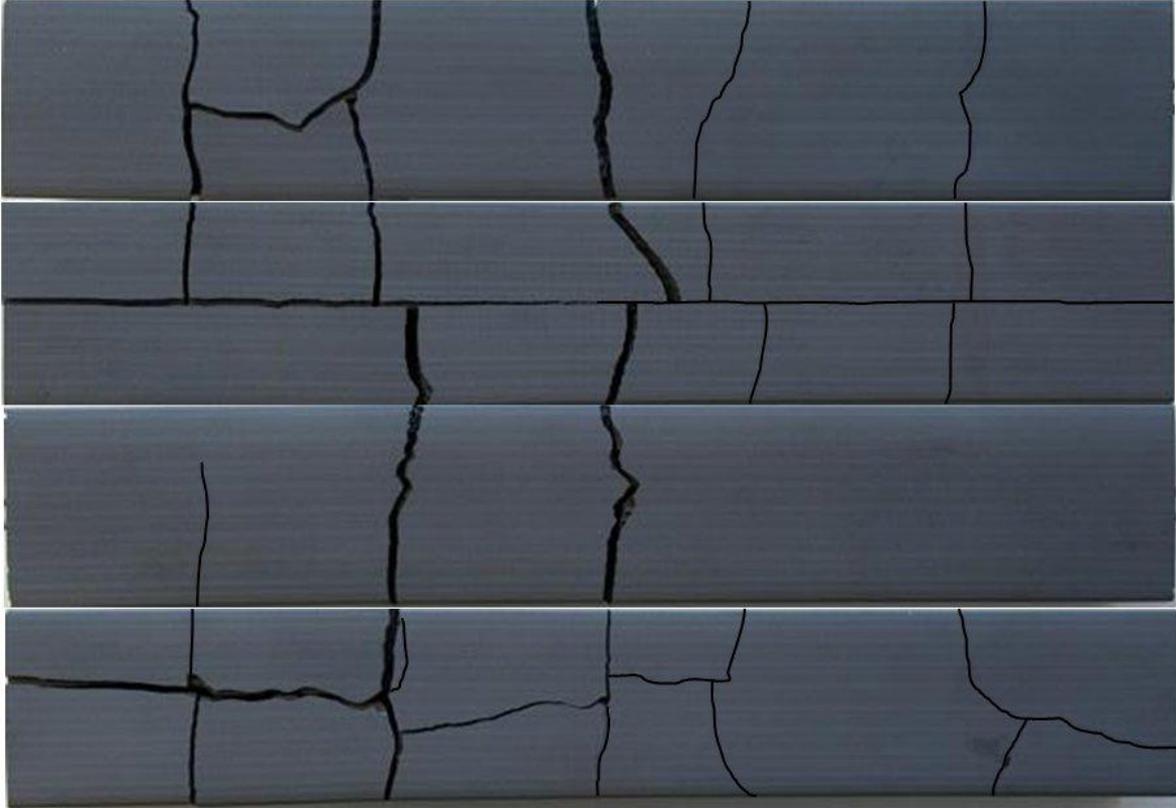


Figure 82 : Profil de fissuration sur un échantillon testé en régime fortement transitoire

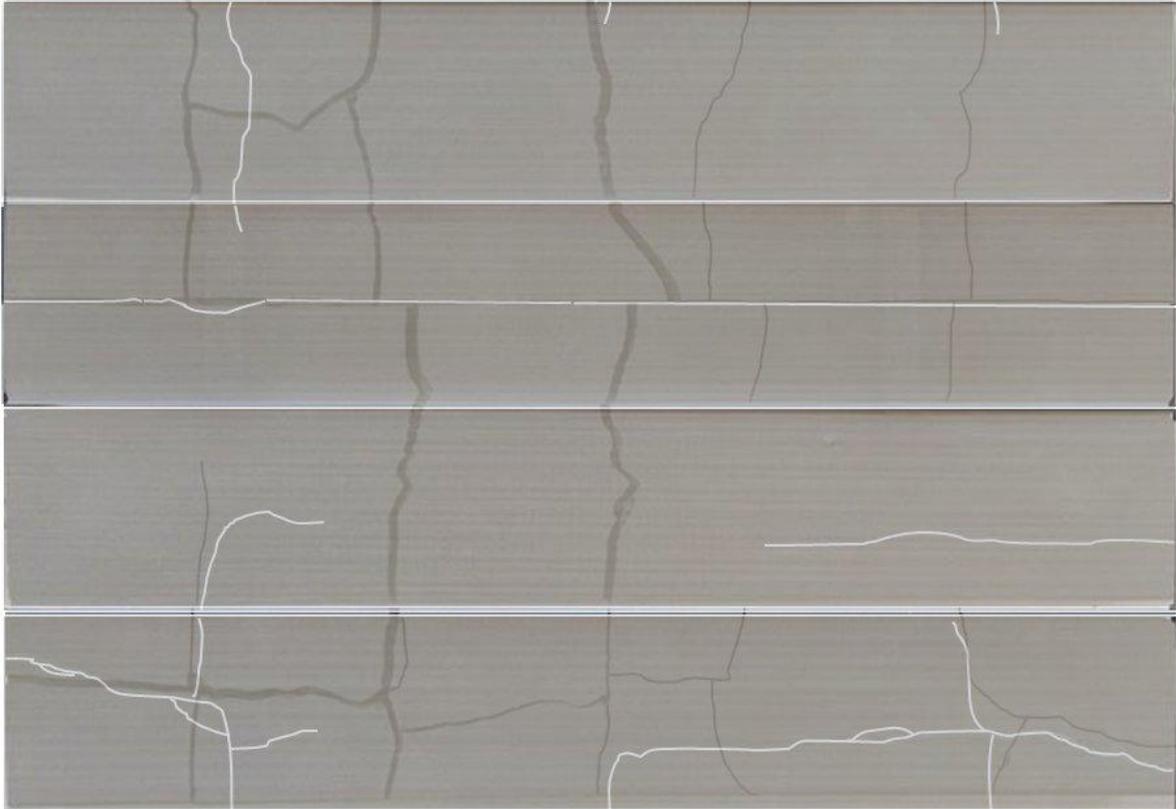


Figure 83 : Superposition des réseaux de fissuration obtenus en régime quasi-stationnaire (blanc) et transitoire (noir) dans la configuration C

L'échelle de temps de l'essai est visible sur la figure 84, qui représente les températures mesurées au cours de l'essai.

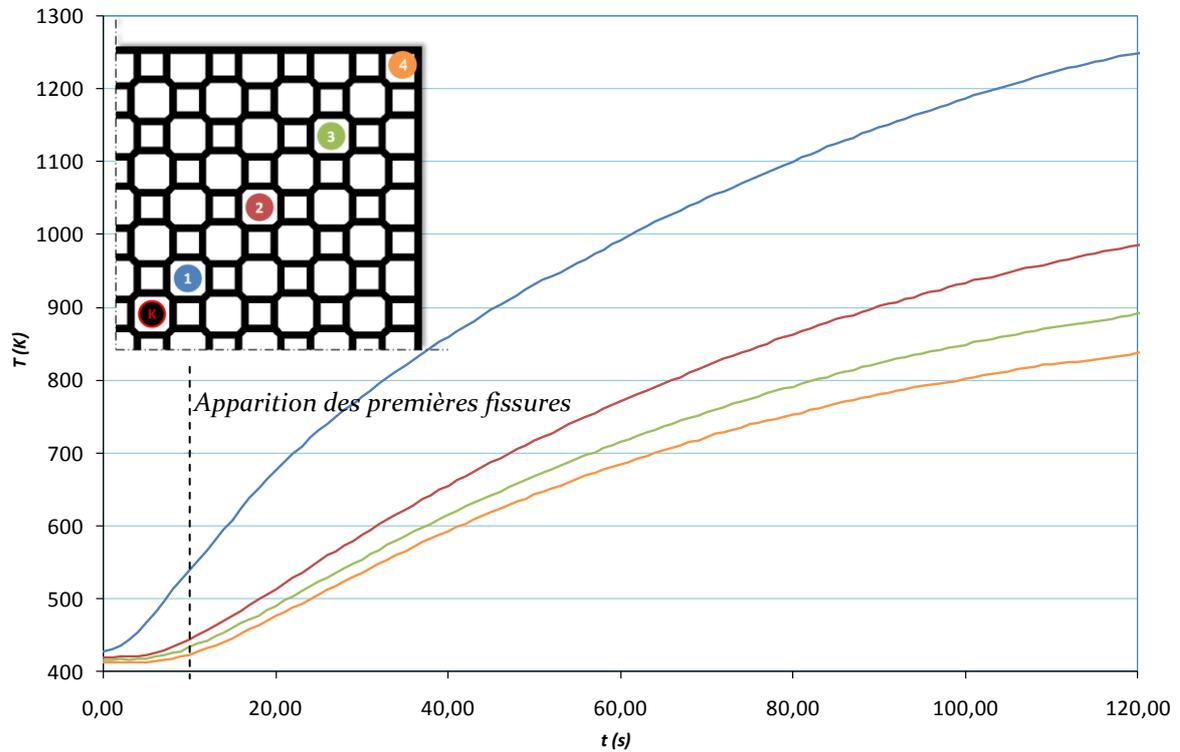


Figure 84 : Températures mesurées au cours d'un essai transitoire

Les premières fissures apparaissent dès les dix premières secondes, à des températures nettement inférieures aux cas quasi-stationnaires. La fissuration intervient toutefois pour des gradients de température similaires, visibles sur la figure 85.

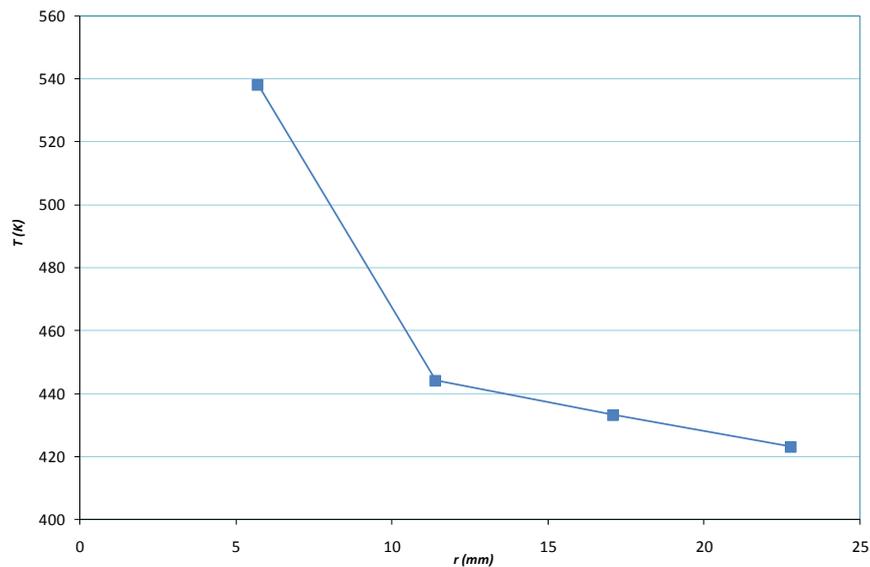


Figure 85 : Températures à rupture mesurées sur l'essai en régime transitoire, en fonction de la distance au centre de la section

Le gradient mesuré sur la diagonale, entre les thermocouples 1 et 4 (115 K) est à comparer avec une moyenne de 120 K mesurée entre ces mêmes thermocouples pour trois essais en régime quasi-stationnaire.

La précocité de l'apparition des fissures pendant l'essai en régime transitoire n'est pas favorable à une identification précise des champs de température à rupture : l'échelle de temps est très faible et requiert donc une plus grande précision temporelle sur les mesures. Les thermocouples possédant eux-mêmes une certaine inertie thermique (d'autant plus importante dans le cas de thermocouples isolés électriquement), les valeurs des températures peuvent être sous-estimées dans le cas d'une augmentation trop rapide de celles-ci. Les essais en régime quasi-stationnaire permettant d'obtenir des gradients thermiques et des réseaux de fissuration analogues, mais avec une précision de mesure très supérieure, ont donc été préférés pour la suite de cette étude.

4.3.3 PROFIL DE FISSURATION DES ESSAIS EN CONFIGURATION « FILS CENTRES »

La configuration « fils centrés » (configuration C) a été testée pour deux vitesses extrêmes de montée en puissance. Le segment testé en régime transitoire possède un plus grand nombre de fissures, toutefois le profil de fissuration est similaire (figure 83). Dans les deux cas, les échantillons présentent une composante longitudinale de fissuration, débouchant aux extrémités sur une face, et un réseau associant fissures longitudinales et transversales sur les autres faces.

Le profil de fissuration obtenu sur l'essai en régime transitoire renseigne sur l'ordre d'apparition des fissures : les fissures transversales sont circonférentielles et viennent s'arrêter sur la fissure longitudinale débouchante. Cette constatation invite à considérer cette dernière comme étant la fissure initiale engendrée par l'essai, tandis que les autres seraient des fissures secondaires.

Les fissures rencontrées sur les FAP testés sur banc moteur chez Faurecia (chapitre 3) sont principalement transversales. La configuration C ne permet pas de recréer ce type de fissuration, la fissure principale originelle étant longitudinale. Cette configuration d'essai n'est donc pas favorable à la création des réseaux de fissures analogues à ceux rencontrés dans les conditions réelles de service.

4.4 ESSAIS EN REGIME QUASI-STATIONNAIRE : CONFIGURATIONS

ALTERNATIVES

De nouvelles configurations d'essai ont été proposées pour s'approcher des profils de fissuration observés sur les segments après régénération sévère. La longueur des segments et le positionnement des fils résistifs dans la section des segments ont été modifiés pour créer des champs de température plus propices à la création de fissures principalement transversales.

4.4.1 VARIATION DE LA LONGUEUR DES SEGMENTS TESTES

Dans le but de favoriser la création préalable d'une fissure transversale, la longueur des segments testés sur le banc d'essai a été diminuée (à 9 cm) afin d'exacerber les gradients axiaux dus au refroidissement par convection libre aux extrémités des segments. Le profil de température à rupture simulé par éléments finis est représenté sur la figure 86.

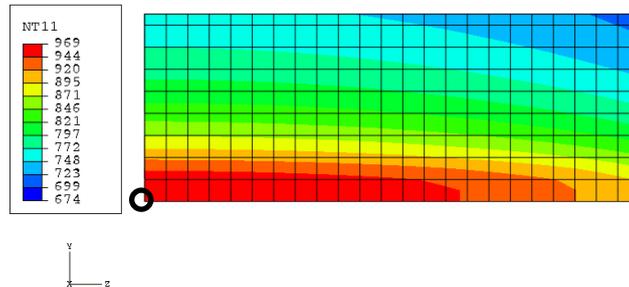


Figure 86 : Carte des températures à rupture (K) simulée pour un essai en rampe quasi-stationnaire sur un segment de 9 cm (vue intérieure, le cercle noir correspond au centre du segment)

Cet essai n'a cependant pas donné les résultats escomptés, la fissuration étant toujours principalement longitudinale (figure 87).

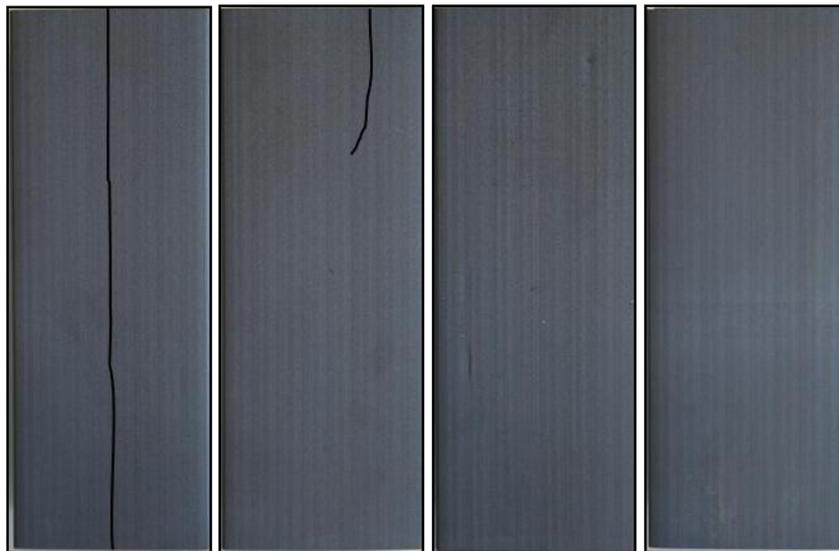


Figure 87 : Réseau de fissures d'un segment de 9 cm testé en configuration C et régime quasi-stationnaire

4.4.2 VARIATION DE LA POSITION DE LA SOURCE DE CHALEUR DANS LA SECTION DES SEGMENTS

Le placement des fils peut être modifié afin de localiser le maximum de température à différents endroits dans la section du segment (configurations D). Ces configurations permettent d'approcher les sollicitations thermiques réelles des segments centraux des FAP, pour lesquels les températures maximales ne sont pas rencontrées au centre de la section des segments. D'autre part, en désaxant la

source de chaleur dans la section, d'autres modes de déformation sont mis en jeu, en particulier la déformation du segment en flexion.

Deux positions décentrées des fils ont été testées : à 5,7 (D6) et 11,4 mm (D12) du centre de la section. Deux essais ont été entrepris dans la configuration D6 et un dans la configuration D12. La figure 88 présente les profils de fissuration obtenus pour la configuration D6 (les deux essais effectués sont superposés). Sur ces figures, l'arête supérieure du segment, la plus proche des fils, est représentée au centre de l'image.

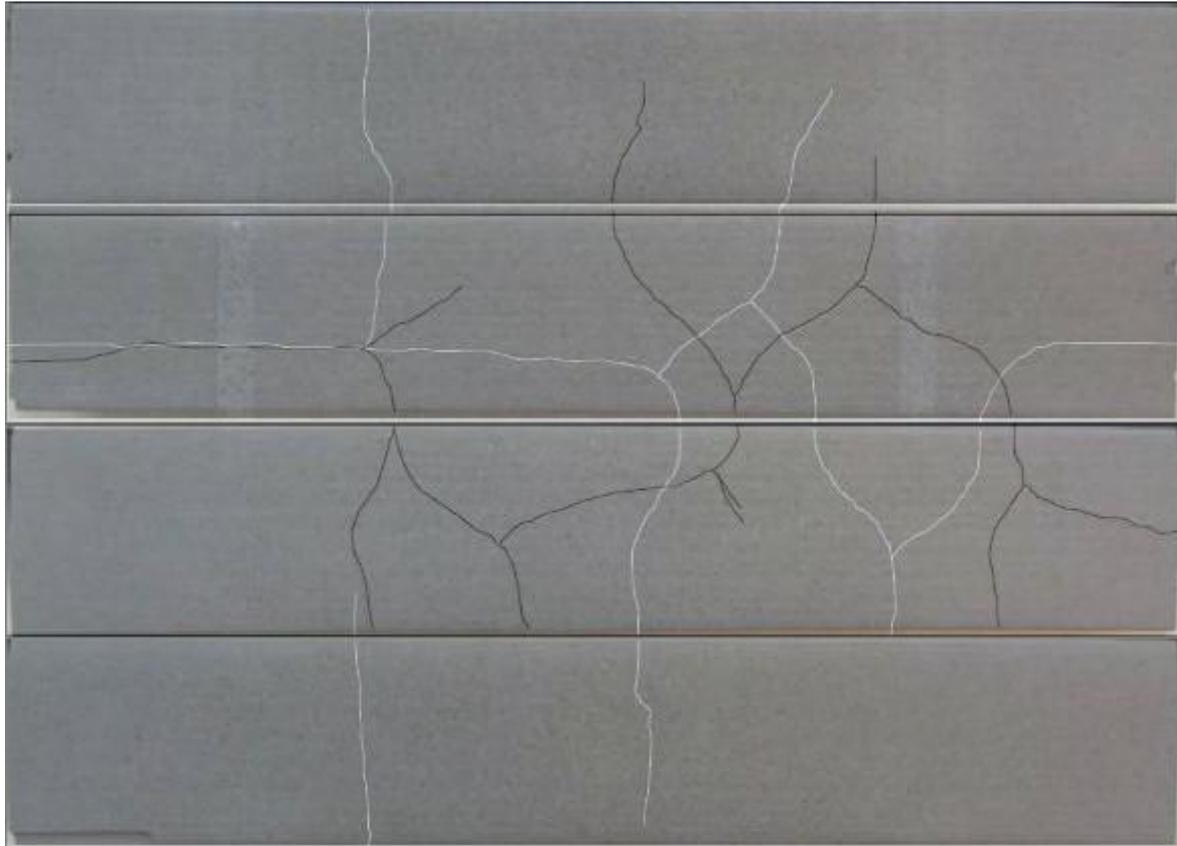


Figure 88 : Réseau de fissures des deux essais D6

Comme dans la configuration C, la configuration D6 génère un réseau de fissures alliant composantes longitudinale et transversale. La reproductibilité de la localisation de la fissure longitudinale pourrait laisser penser qu'elle constitue la fissure primaire du réseau. Toutefois, comme dans les précédentes configurations, la concomitance des fissurations durant ces essais ne permet pas de conclure sur ce point par une observation crédible.

Le champ de température à rupture simulé de l'essai D6 est présenté ci-dessous.

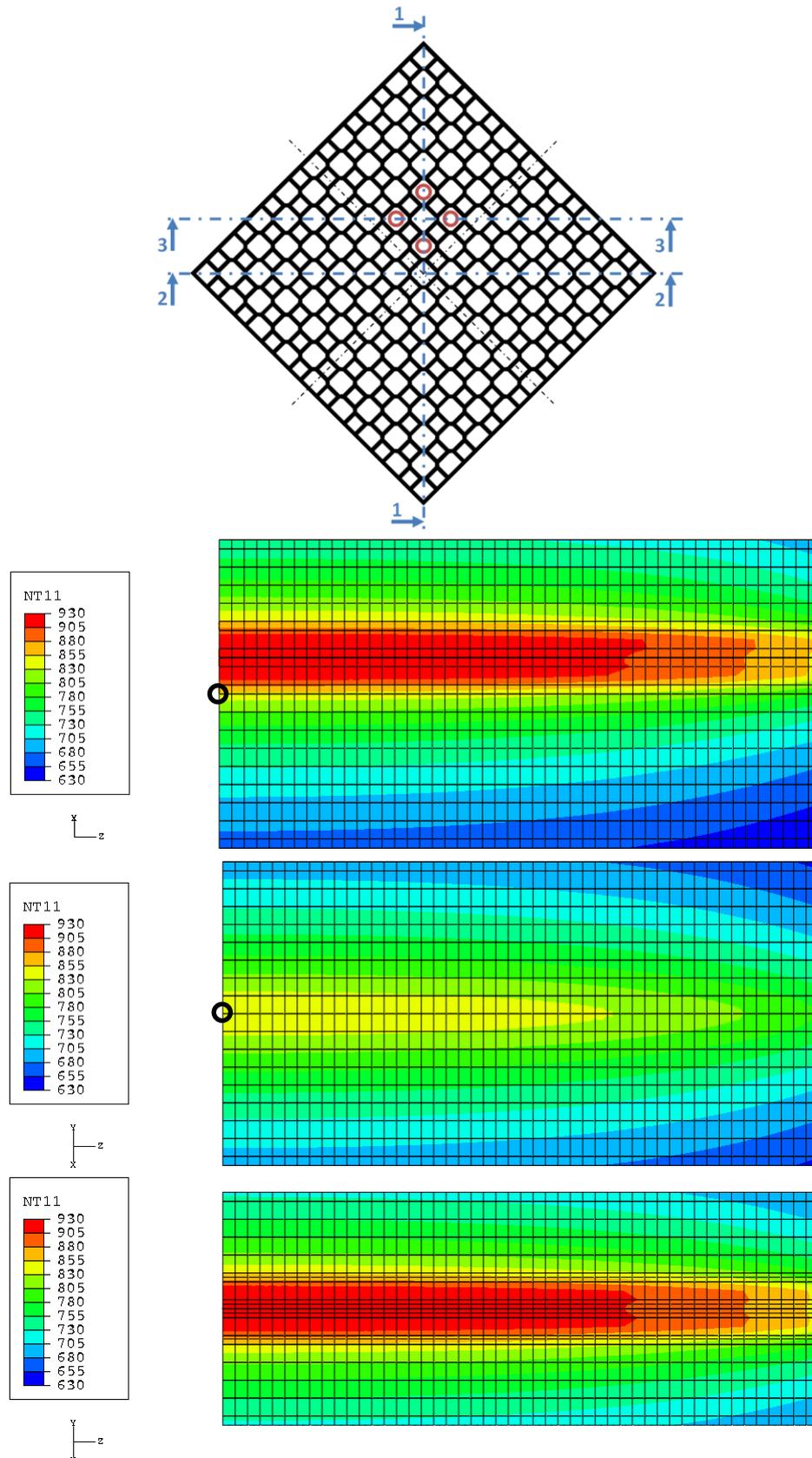


Figure 89 : Cartes des températures à rupture (K) simulées en configuration D6. Vues en coupe, de haut en bas : coupes 1, 2 et 3 (le cercle noir correspond au centre du segment)

Par rapport aux configurations précédentes, l'effet du refroidissement par convection aux extrémités du segment génère ici une augmentation du gradient axial de température sur la zone la plus éloignée des fils.

Le profil de fissuration obtenu dans la configuration D12 est présenté ci-dessous.

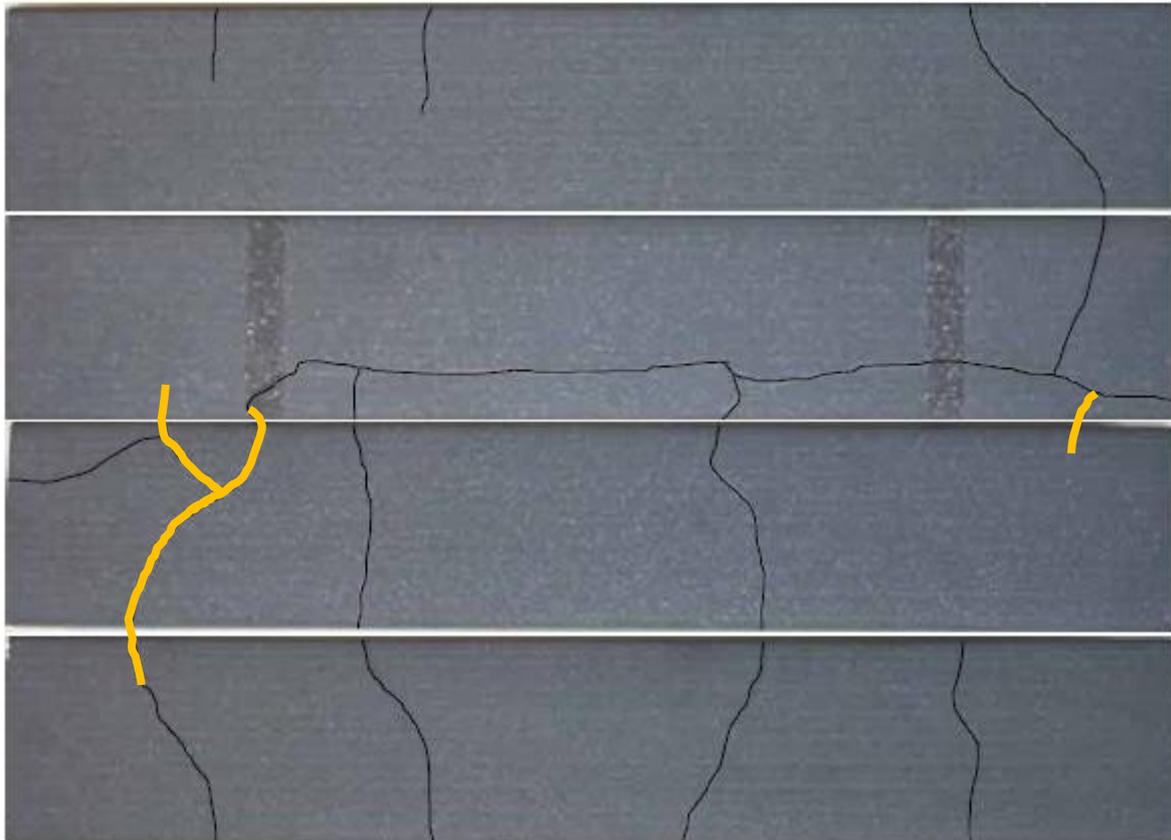


Figure 90 : Réseau de fissures de l'essai D12 ; les fissures transversales apparues en premier sont surlignées en jaune

Le profil de fissuration relevé dans la configuration D12 offre un caractère original en comparaison aux précédentes fissurations : un premier groupe de fissures purement transversales a été observé sur l'arête supérieure entre 2 et 3 cm de chaque extrémité du segment.

Le champ de température à rupture simulé de cet essai est reproduit sur la figure 91.

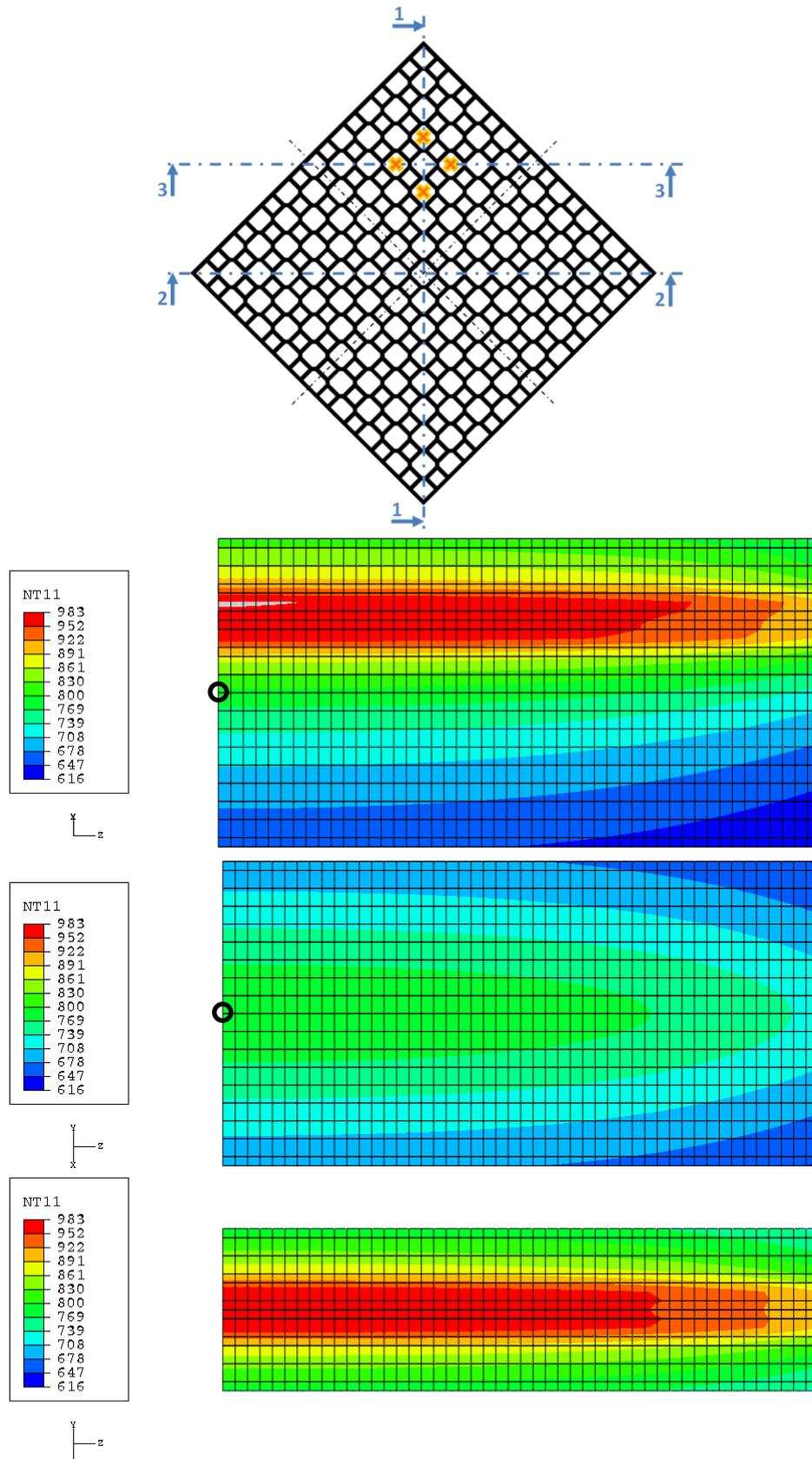


Figure 91 : Cartes des températures à rupture (K) simulées en configuration D12. Vues en coupe, de haut en bas : coupes 1, 2 et 3 (le cercle noir correspond au centre du segment)

Comme pour la configuration D6, une augmentation et une dissymétrie du gradient axial sont notées sur la configuration D12.

Contrairement aux autres configurations testées, la configuration D12 est capable de créer une fissuration principalement transversale, similaire à celle observée sur des FAP après régénération. Pour les différentes configurations, le calcul et la comparaison des contraintes développées à rupture permettront, dans le chapitre suivant, d'analyser et de comprendre les causes de ces différents types de fissuration.

5 ANALYSE DE LA RUPTURE

5.1	MESURE DES CONTRAINTES A RUPTURE DU MHE.....	117
5.1.1	<i>Contrainte normale dans la direction longitudinale des segments</i>	117
5.1.2	<i>Contrainte de cisaillement dans les plans transversal et longitudinal</i>	119
5.2	SIMULATION NUMERIQUE THERMOELASTIQUE DES ESSAIS SUR BANC « GRADIENTS THERMIQUES » ...	121
5.2.1	<i>Analyse des contraintes sur la configuration « fils centrés »</i>	121
5.2.2	<i>Analyse des contraintes sur les configurations « fils décentrés »</i>	126
5.3	COMPARAISON AVEC LES SIMULATIONS DES ESSAIS BANC MOTEUR.....	129

Les procédures d'essai présentées dans le chapitre 4 ont permis de générer différents profils de fissuration sur les segments. Pour la quasi-totalité des essais, les fissures composant le réseau visible sur les faces de l'échantillon ont été créées simultanément.

Les contraintes développées dans les segments pendant les essais sur banc « gradients thermiques » ont été calculées par éléments finis. Les champs de contrainte ont été analysés dans plusieurs directions caractéristiques de la structure en nid d'abeilles. Des hypothèses sur l'amorçage des fissures ont ainsi pu être émises. Cette analyse a été calée sur les mesures de contraintes à rupture réalisées sur les segments de FAP.

Les analyses effectuées sont appliquées aux segments de FAP testés sur banc moteur.

5.1 MESURE DES CONTRAINTES A RUPTURE DU MHE

5.1.1 CONTRAINTE NORMALE DANS LA DIRECTION LONGITUDINALE DES SEGMENTS

La contrainte à rupture du MHE en traction dans la direction longitudinale (direction 3, d'extrusion des nids d'abeilles) a été mesurée expérimentalement par flexion trois points sur des segments. Cette contrainte à rupture est mesurée en raison de son rôle potentiel dans la création de fissures transversales en mode I d'ouverture.

Un dispositif isostatique spécifique a été conçu pour ces essais : un schéma de principe et une photographie en sont donnés en figure 92 et figure 93. Des points d'appui de large diamètre ont été utilisés, afin de limiter les risques d'indentation des parois extérieures des échantillons. L'utilisation d'intercalaires en élastomère a permis d'assurer une répartition uniforme de la charge en palliant les défauts de planéité des segments. Dans ce même but, les rouleaux d'appui inférieurs ont été articulés pour s'aligner sur les faces d'appui. Ces rouleaux peuvent également tourner sur eux-mêmes pour éviter l'ajout de friction parasite susceptible d'induire des contraintes sur la surface extérieure du nid d'abeilles. L'essai suit les recommandations consignées dans la norme [ASTM C1674].

Un schéma du dispositif est proposé sur la figure 92. La distance entre les points d'appui inférieurs est de 215 mm.

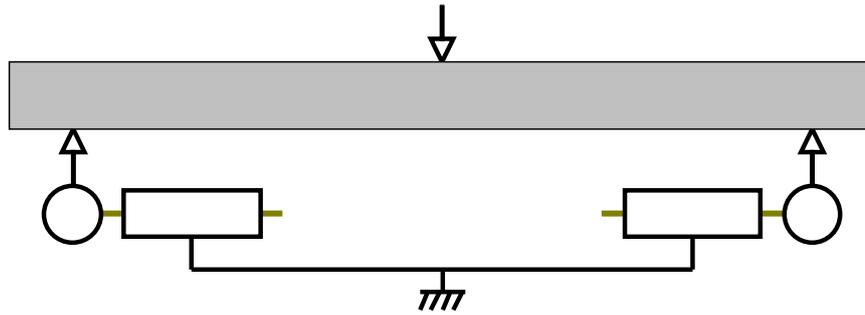


Figure 92 : Schéma du dispositif de flexion trois points développé pour tester les segments de FAP

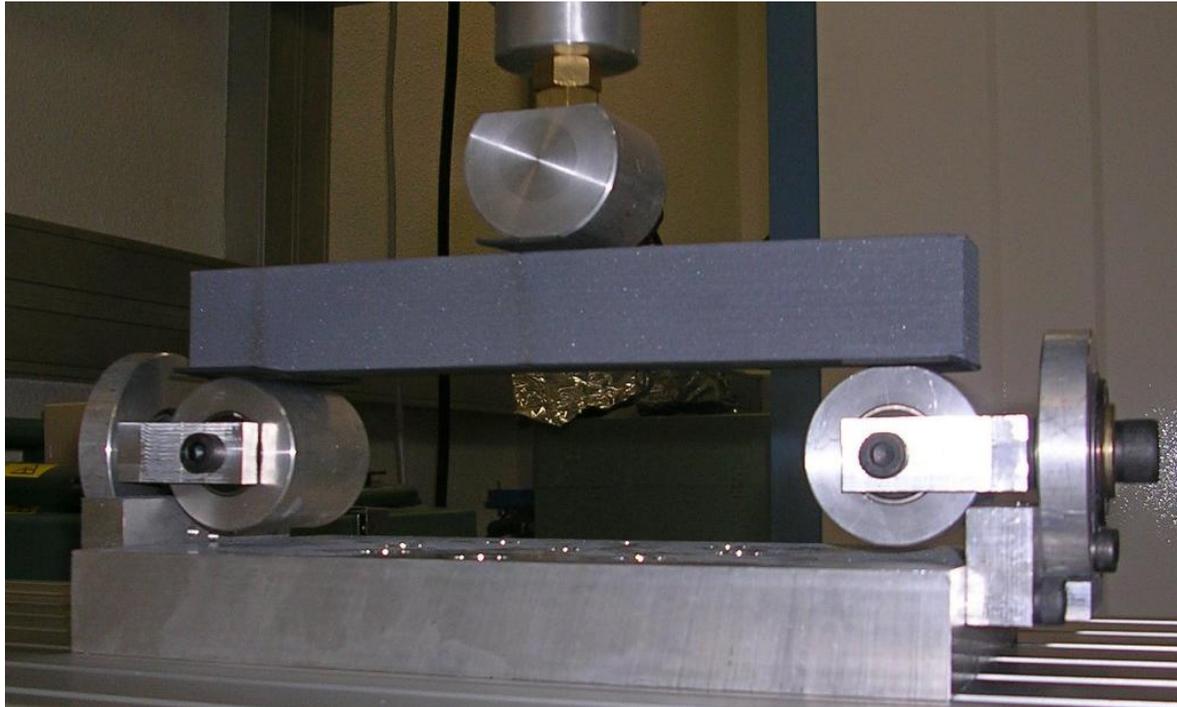


Figure 93 : Dispositif de flexion trois points développé pour tester les segments de FAP

La contrainte à rupture du MHE est calculée à partir de l'effort appliqué F par la théorie des poutres.

$$\sigma = \frac{3FL}{2bh^2}$$

où la longueur L est la distance entre les points d'appuis inférieurs, b la largeur du segment, h sa hauteur.

La contrainte à rupture du SiC poreux constitutif des membranes du nid d'abeilles est habituellement calculée à partir de cette mesure en utilisant le moment quadratique de la section du nid d'abeilles. Plus simplement, elle peut être directement obtenue à partir de la contrainte à rupture du MHE et du rapport entre la surface de matière et la surface totale de la section du segment. Cette méthode est applicable dès lors que le spécimen testé présente un nombre de rangées de cellules supérieur à 15

[ASTM C1674], nos segments en contenant 17. Les résultats obtenus par cette méthode simplifiée sont reportés dans le tableau ci-dessous.

	1	2	3	4	5	6	7	Moyenne	Ecart-type
Contrainte à rupture du MHE	23,3	19,5	22,6	21,3	20,2	23,5	23,1	21,9	1,6
Contrainte à rupture du SiC poreux	66,5	55,7	64,7	61	57,8	67,2	66,1	62,7	4,6

Tableau 9 : Contraintes à rupture en MPa du MHE et du SiC poreux pour les sept essais de flexion

Le module de Weibull, calculé par estimation linéaire, est de 14,2 avec un écart-type de 4. Ces résultats ont été comparés à des mesures de résistance à la rupture effectuées en flexion, au CRISMAT de l'ENSICAEN, sur des membranes de nid d'abeilles et sur des éprouvettes parallélépipédiques de 4 mm × 3 mm × 45 mm de SiC poreux représentatif du matériau constitutif des cellules. Les moyennes des contraintes à rupture du SiC poreux déterminées par les trois différents essais sont présentées ci-dessous.

	Flexion segment	Flexion membrane	Flexion éprouvettes 4 mm × 3 mm × 45 mm
Moyenne	62,7	63,5	64
Ecart type	4,6	5,1	5,3

Tableau 10 : Contraintes à ruptures moyennes en MPa du SiC poreux déterminées par trois méthodes différentes

Le dispositif de flexion conçu pour la mesure de la résistance à la rupture sur les segments produit des résultats très proches de ceux obtenus par les autres méthodes. Il pourra être préféré à ces dernières en raison de sa facilité de mise en œuvre ainsi que de disponibilité et de représentativité des échantillons.

5.1.2 CONTRAINTE DE CISAILLEMENT DANS LES PLANS TRANSVERSAL ET LONGITUDINAL

La résistance au cisaillement dans le plan transversal, orthogonal à la direction d'extrusion, a été mesurée par compression sur des échantillons à double entaille. Cette direction de contrainte peut être liée à la création de fissures transversales en mode II ou III d'ouverture.

La figure 94 présente le principe de l'essai. Deux entailles décalées, normales à la direction de compression, sont réalisées sur des faces opposées de l'échantillon jusqu'à la moitié de son épaisseur. L'application d'un effort de compression sur l'échantillon engendre une sollicitation en cisaillement du plan délimité par les fonds d'entaille [ASM 2000].



Figure 94 : Principe de l'essai de cisaillement sur éprouvettes à double entaille (à gauche), éprouvette de la présente étude (à droite)

Les échantillons, découpés à partir des segments, ont une longueur de 16 mm. Les entailles, de largeur 1 mm, sont espacées de 4 mm. L'effort de compression est appliqué sur les faces du nid d'abeilles via des intercalaires en élastomère. La contrainte à rupture, supposée uniforme dans le plan cisailé, est calculée par :

$$\tau = \frac{F}{S}$$

où S est la surface sollicitée en cisaillement (produit de la distance entre les entailles par la largeur de l'échantillon).

Les contraintes à rupture sont reportées dans le tableau ci-dessous.

	1	2	3	4	5	6	7	Moyenne	Ecart-type
Contrainte à rupture	10,2	12,1	11,6	10,5	9,7	15	12,4	11,6	1,8

Tableau 11 : Contraintes à rupture en cisaillement (MPa) du MHE

Dix essais de ce type ont également été menés dans le plan longitudinal, pour mesurer la contrainte à rupture σ_{12} : celle-ci a été estimée à 6 MPa. Elle est deux fois moins importante que la résistance au cisaillement dans le plan transversal, ce qui reste logique au vu de la géométrie des cellules ; le cisaillement σ_{12} a pour conséquence de déformer les cellules en parallélogramme et provoque ainsi de fortes concentrations de contrainte dans les coins des cellules.

5.2 SIMULATION NUMERIQUE THERMOELASTIQUE DES ESSAIS SUR BANC

« GRADIENTS THERMIQUES »

Dans ce chapitre sont calculés et analysés, par simulation numérique, les champs de contrainte des essais menés sur le banc « gradients thermiques ».

La prise en compte des couplages entre les différentes directions de contrainte nécessiterait la construction d'un critère multiaxial dont le nombre de paramètres peut devenir très grand si le critère est complexe. L'identification de ces paramètres exigerait la réalisation de nombreux essais, de mise en œuvre souvent délicate, impliquant des géométries d'échantillons sophistiquées donc coûteuses. Ce type d'identification ne pouvait être envisagé dans le cadre de ces travaux, compte tenu du temps imparti et de l'anisotropie des modules qui complique considérablement le problème.

Dans l'ensemble des analyses présentées, les contraintes dans les différentes directions seront donc simplement considérées de manière indépendante, le but étant alors d'observer l'évolution des contraintes pour les différentes configurations et d'émettre des hypothèses quant à l'amorçage des fissurations observées expérimentalement.

5.2.1 ANALYSE DES CONTRAINTES SUR LA CONFIGURATION « FILS CENTRES »

De nombreux essais, notamment lors de la mise en œuvre du banc, ont été réalisés en configuration de fils centrés C. Cette configuration a également été testée pour différentes longueurs de segments. L'essai présenté dans le chapitre précédent sur un segment de 9 cm ne présentait qu'une fissure longitudinale. Tous les autres essais ont produit des réseaux de fissuration analogues à ceux décrits dans le chapitre précédent : une fissure longitudinale débouchant aux deux extrémités du segment et des fissures transversales situées sur la face opposée et espacées de 3 à 4 cm l'une de l'autre. La reproductibilité constatée de la fissure longitudinale, ainsi que les arrêts des fissures transverses sur celle-ci, laissent penser que la fissuration longitudinale constitue l'endommagement initial de la configuration C.

L'état de contraintes au moment de la rupture est simulé par éléments finis à l'aide du code de calcul Zébulon, à partir des propriétés mécaniques du MHE calculées dans le chapitre 2 et de la carte de température obtenue par simulation thermique. Généralement, la plus grande des contraintes principales de traction constitue la raison principale des amorçages de fissures dans les matériaux fragiles. Ceci s'explique par le rôle prépondérant de la traction dans l'amorçage des fissures à partir de défauts préexistants. Ce résultat ne peut cependant pas s'appliquer dans le cas des calculs exécutés sur les segments considérés comme un MHE, car les contraintes calculées ne sont représentatives que d'un état moyen de contraintes appliqué à un motif élémentaire du nid d'abeilles. Une même valeur de contrainte appliquée dans deux directions différentes (directions normales longitudinale et

transversale par exemple) ne créeront pas les mêmes contraintes locales au niveau du SiC poreux des membranes. L'état de contrainte du MHE est ainsi étudié pour chaque direction (longitudinale ou transversale) et chaque type (normale ou cisaillement) de contrainte.

Les contraintes normales dans la direction 1 sont représentées sur un huitième de segment sur les figures ci-dessous, pour un échantillon de 19 cm.

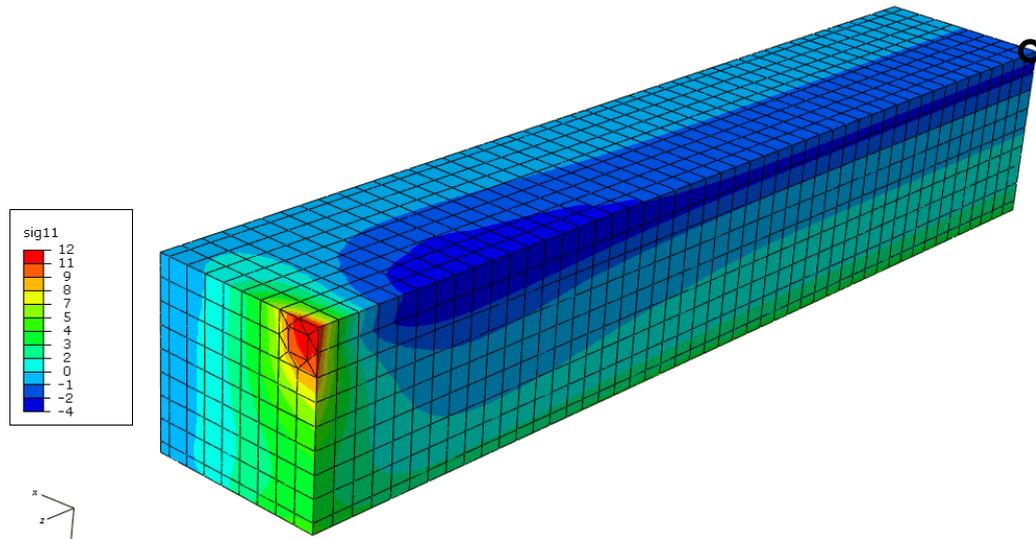


Figure 95 : Contraintes normales dans la direction 1 (σ_{11}) (MPa) au moment de la rupture pour la configuration C. Le cercle noir représente le centre du segment.

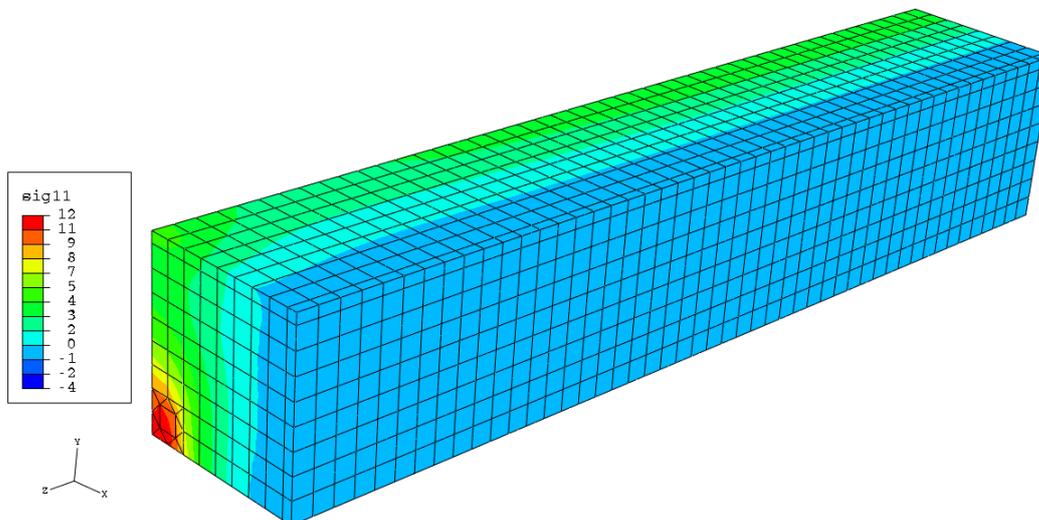


Figure 96 : Contraintes normales dans la direction 1 (σ_{11}) (MPa) au moment de la rupture pour la configuration C. Vue extérieure, le sommet caché est le centre du segment.

Le segment présente de fortes contraintes de traction dans la direction 1 à son extrémité, au voisinage des fils, en raison d'un gonflement du bord libre dû aux différences de dilatation. A l'intérieur du segment, la zone des fils est naturellement en compression. Pour une meilleure visualisation des zones subissant des contraintes de traction transversales (directions 1 et 2), une représentation est

proposée ci-dessous. Cette contrainte transversale est donnée par $\sigma_{eq12} = \sqrt{\sigma_{11}^2 + \sigma_{22}^2}$ et ne différencie donc pas les contraintes de traction et de compression.

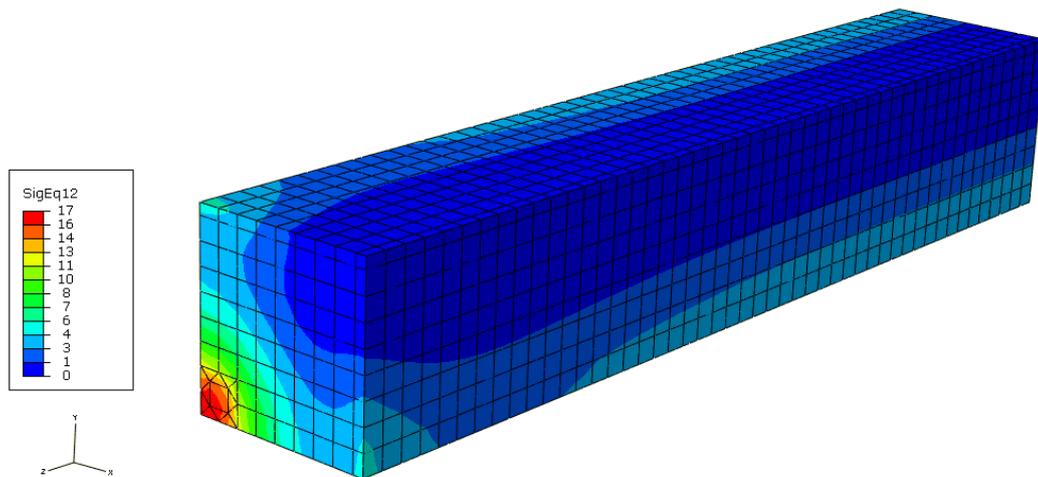


Figure 97 : Contrainte normale équivalente dans le plan transversal (MPa) au moment de la rupture pour la configuration C. Vue extérieure, le sommet caché est le centre du segment.

La contrainte normale dans la direction 3 (longitudinale) est représentée ci-dessous.

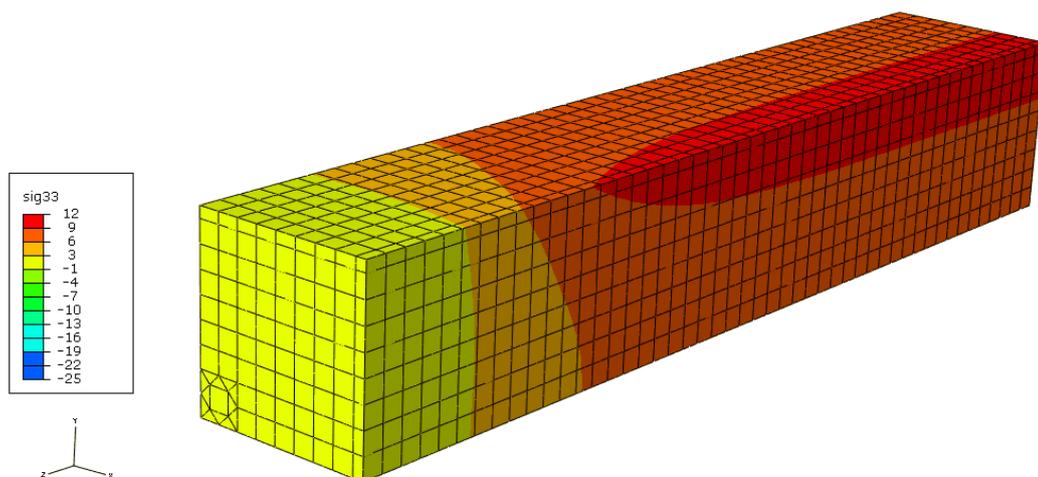


Figure 98 : Contrainte normale au moment de la rupture dans la direction 3 (σ_{33}) (MPa) pour la configuration C. Vue extérieure, le sommet caché est le centre du segment.

La contrainte normale équivalente dans le plan transversal est maximale (17 MPa) à l'extrémité du segment, au voisinage des fils (12 MPa pour la contrainte σ_{11}). Dans la direction 3, longitudinale, la valeur maximale se situe sur les arêtes des faces (11,8 MPa). Elle atteint 85% de sa valeur maximale à 3 cm de l'extrémité du segment, comme illustré par le graphique de la figure 99.

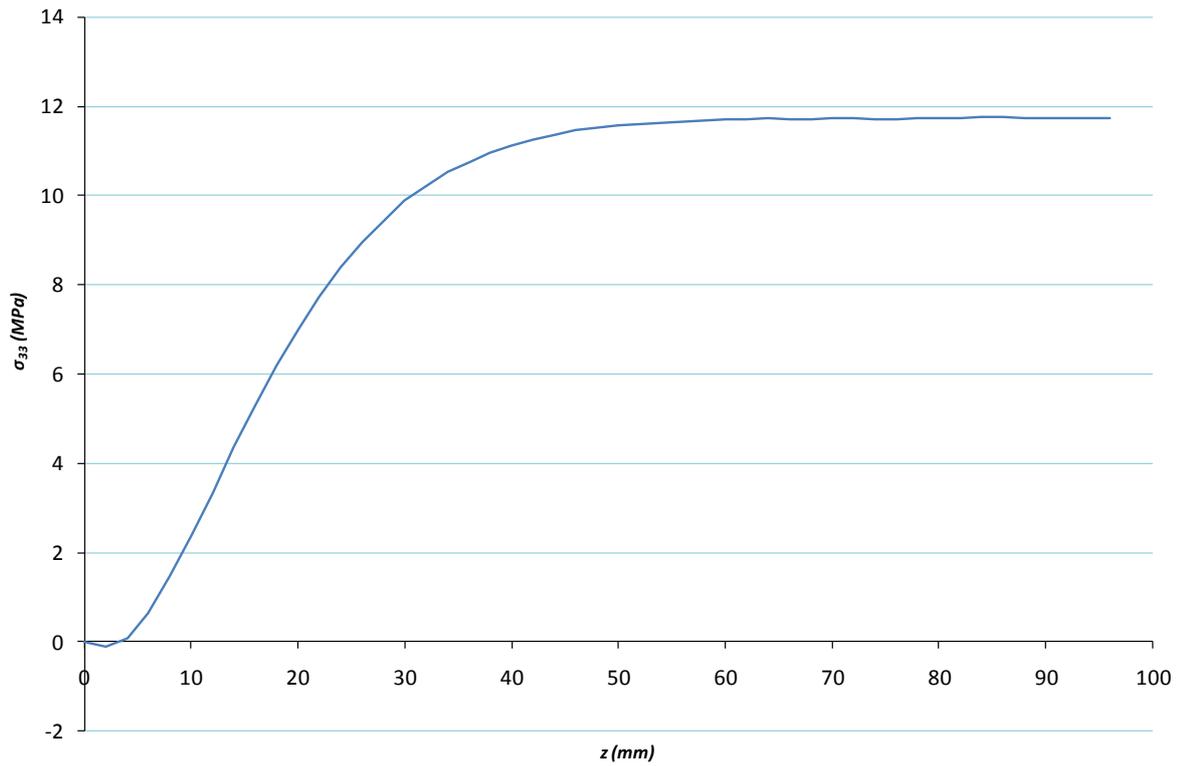


Figure 99 : Evolution de la contrainte σ_{33} sur une arête du segment en fonction de la distance à l'extrémité du segment dans la configuration C

Les contraintes de cisaillement au moment de la rupture dans les différents plans du segment sont représentées par les figures ci-dessous.

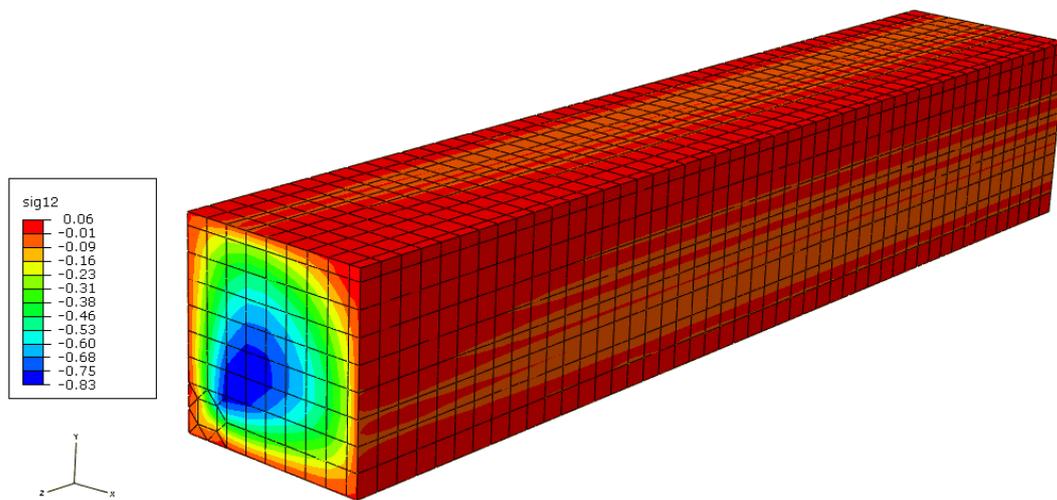


Figure 100 : Contrainte de cisaillement σ_{12} (MPa) dans les plans longitudinaux au moment de la rupture pour la configuration C

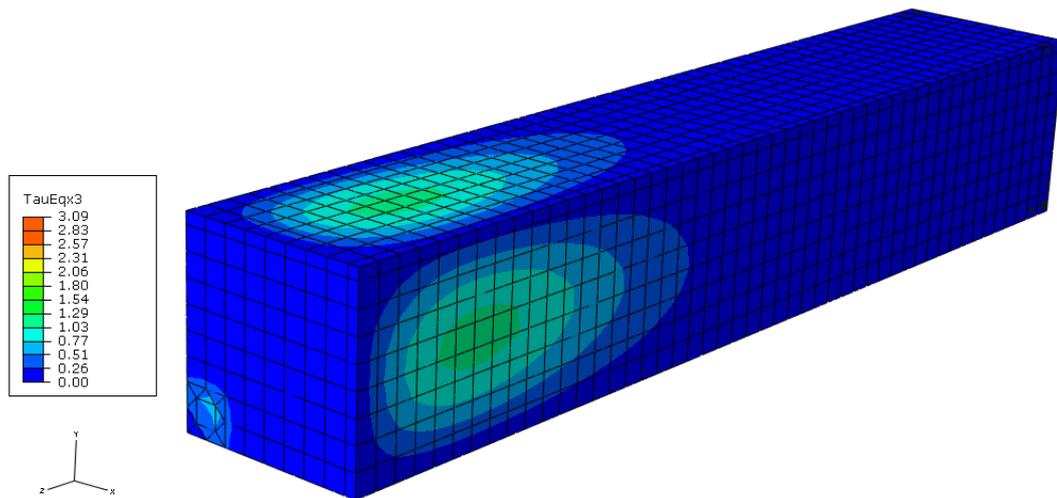


Figure 101 : Contrainte de cisaillement équivalente dans le plan transversal (MPa) au moment de la rupture pour la configuration C

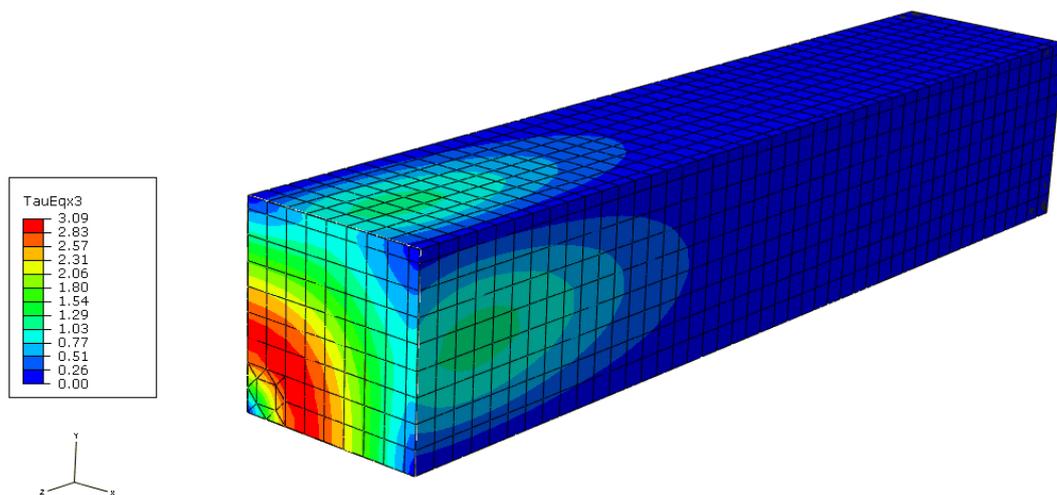


Figure 102 : Vue en coupe (à 6 mm de l'extrémité du segment) de la contrainte de cisaillement équivalente dans le plan transversal (MPa) au moment de la rupture pour la configuration C

Les maximums mesurés sont très faibles, respectivement 0,8 et 3,1 MPa pour les plans longitudinaux et transversaux, nettement inférieurs aux contraintes à rupture mesurées expérimentalement sur le nid d'abeilles. Cette observation légitime de négliger leur action devant les niveaux atteints par les contraintes normales et justifie *a posteriori* une action indépendante des contraintes sur l'amorçage de la rupture.

Le maximum de contrainte normale dans la direction 3 étant de moitié inférieur à la contrainte à rupture mesurée expérimentalement, le réseau de fissures dans la configuration C s'amorce probablement par la création d'une fissure longitudinale à une extrémité du segment, au voisinage des fils, là où la contrainte normale transversale est la plus grande. Des observations dans cette zone ont été menées par le CRISMAT sur des échantillons testés en configuration C. La figure 103 présente les fissures relevées aux extrémités de deux segments après essai.

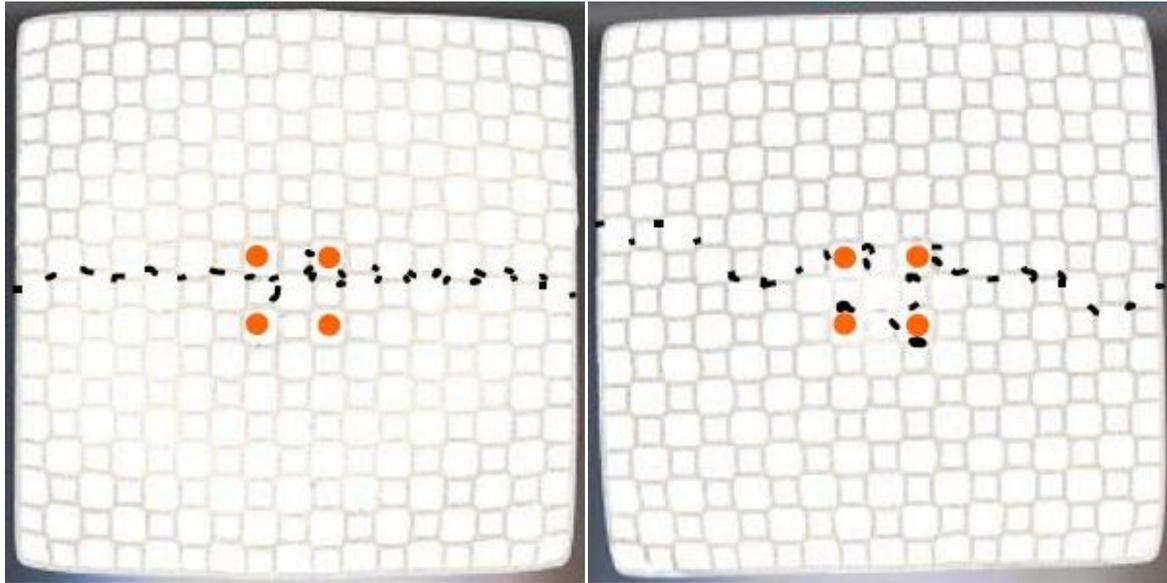


Figure 103 : Représentation des chemins de fissure sur les extrémités de segments testés en configuration C

Le chemin de la fissure est clairement visible sur ces figures : celle-ci se propage dans les coins des canaux, où les concentrations de contrainte sont les plus grandes, et passe par la zone centrale de la section au voisinage des fils. La fissure longitudinale serait ainsi amorcée par les contraintes normales σ_{11} et σ_{22} . Les observations de la figure 103 sont alors en adéquation avec le champ de contrainte de la figure 97.

La fissure longitudinale retrouvée sur tous les essais entrepris en configuration C peut ainsi être probablement entendue comme étant la rupture initiale. En considérant les directions de contrainte de manière indépendante, une contrainte homogène de l'ordre de 17 MPa appliquée dans la direction transversale du nid d'abeilles suffit à engendrer la rupture de la structure dans la direction longitudinale.

5.2.2 ANALYSE DES CONTRAINTES SUR LES CONFIGURATIONS « FILS DECENTRES »

Les deux essais réalisés dans la configuration D6 présentent des similitudes dans les directions de fissuration et leur localisation (figure 88). Les fissures longitudinales, observables sur un côté du segment dans les deux essais, sont de longueurs différentes mais sont localisées aux mêmes endroits sur le segment. Les fissures transversales présentent également de nombreuses similitudes de par leurs longueurs, leurs positionnements dans la longueur du segment, leurs bifurcations et leurs arrêts. Au vu de ces réseaux, il semble que la fissuration ait débuté à une extrémité des segments par une fissure longitudinale.

Au contraire, l'essai mené en configuration D12 a fait apparaître des fissures transversales préalables à une fissuration longitudinale (figure 90). Les champs de contraintes normales transversale et longitudinale aux instants d'apparition des premières fissures visibles sont représentés pour les deux

configurations sur la figure 104. Les contraintes de cisailment calculées sont du même ordre de grandeur que dans la configuration C et leur influence a été considérée comme négligeable.

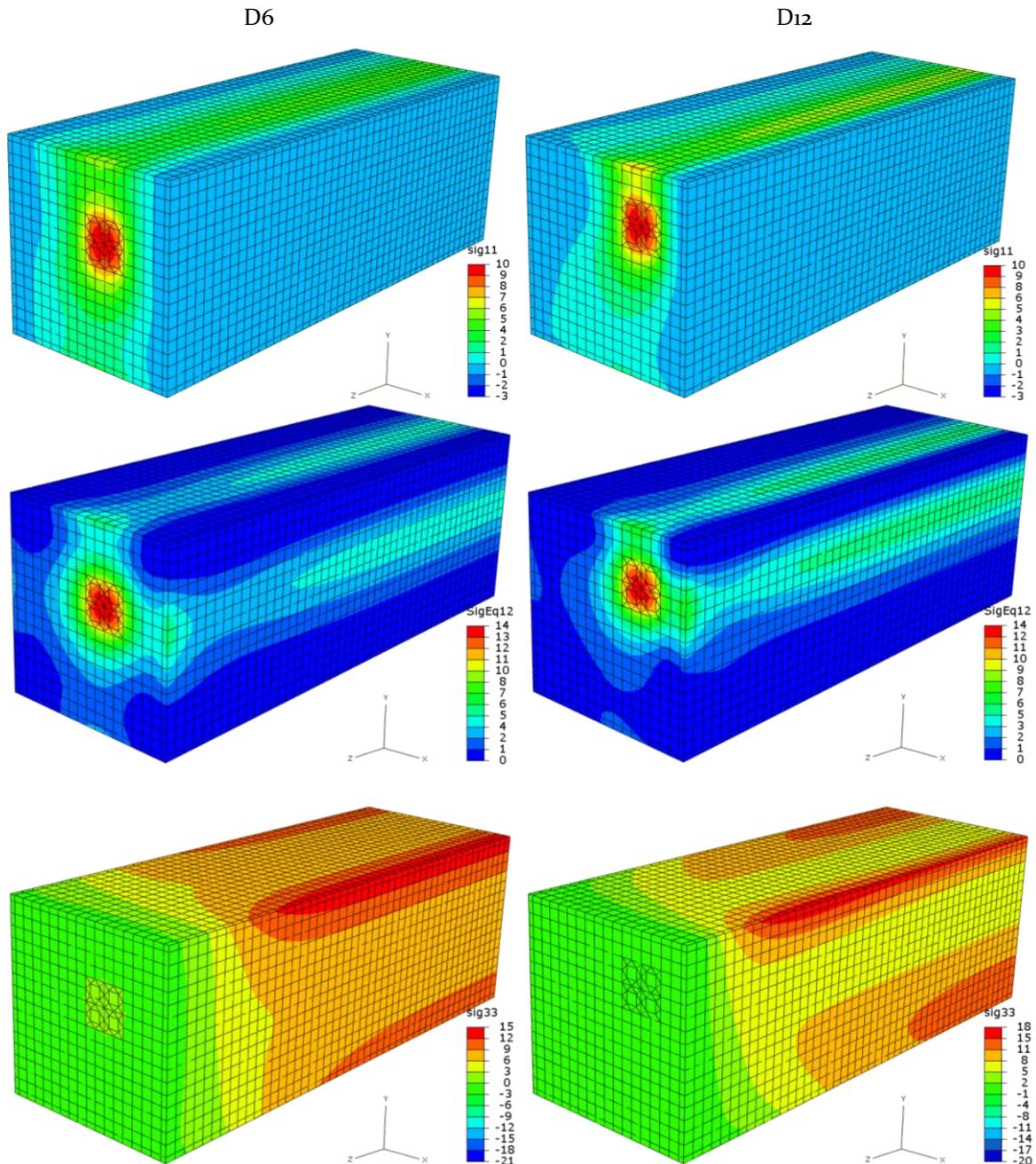


Figure 104 : Contraintes normales (MPa) dans la direction 1 (en haut), transversale (au milieu) et longitudinale (en bas) pour les configurations D6 et D12

En comparaison à la configuration C, les niveaux de contraintes atteints diminuent dans la direction transversale tandis qu'ils augmentent dans la direction longitudinale. Cette tendance est importante puisqu'elle explique la meilleure capacité des configurations à fils décentrés à favoriser une fissuration transversale. Ces configurations, qui ont été testées pour se rapprocher des conditions

réelles de sollicitation des segments centraux, permettent également d'obtenir des réseaux de fissures comparables à ceux rencontrés dans les FAP en service.

L'évolution de la contrainte longitudinale le long de l'arête la plus proche des fils est tracée sur la figure 105 pour les trois configurations C, D6 et D12.

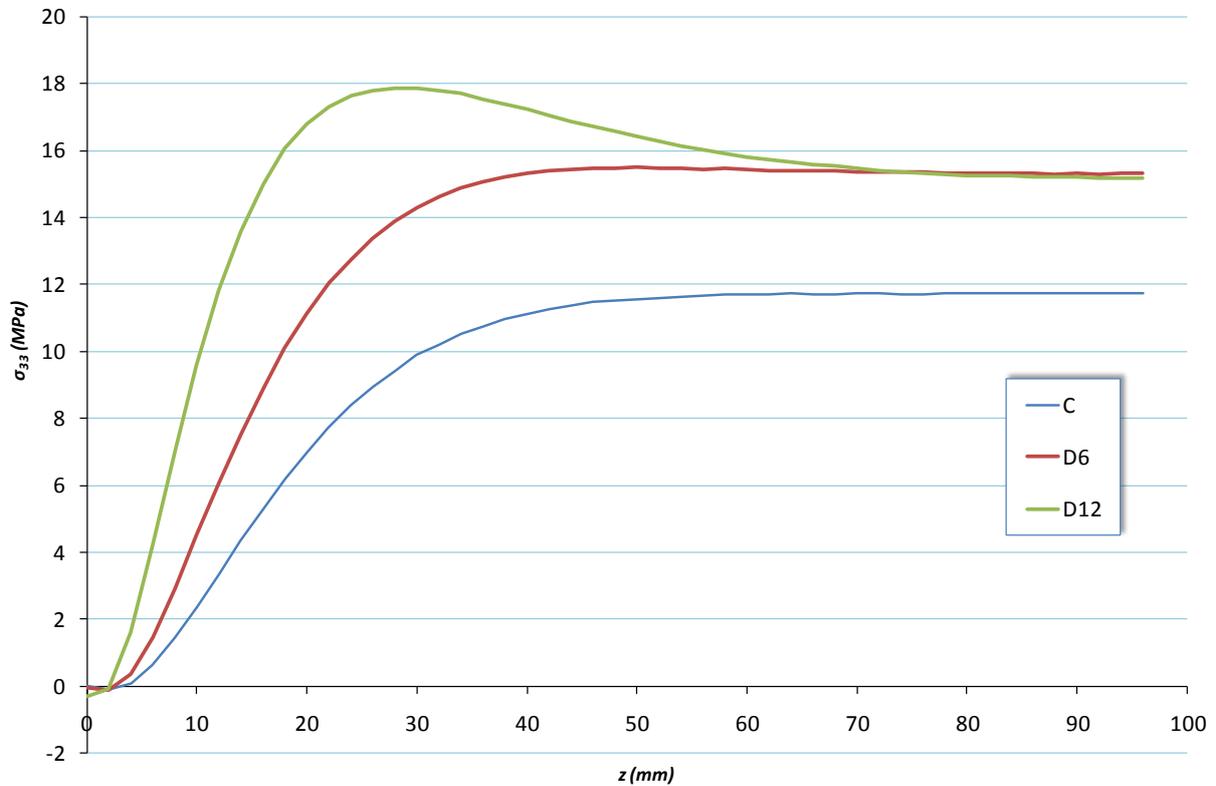


Figure 105 : Contraintes σ_{33} calculées sur l'arête la plus proche des fils en fonction de la distance à l'extrémité du segment pour les configurations C, D6 et D12

Le décalage des fils vers le coin de la section des segments entraîne une augmentation du maximum de contrainte σ_{33} jusqu'à 18 MPa pour la configuration D12. Ce maximum se situe à 3 cm de l'extrémité du segment et non plus au centre du segment comme dans la configuration C. Ce phénomène est sûrement dû à l'augmentation du gradient axial de température se développant à proximité du bord libre dans le cas des configurations à fils décentrés : bien que moins marqué, il est également visible dans la configuration D6 (maximum à 5 cm du bord).

L'emplacement du maximum de contrainte dans la configuration D12 coïncide avec la localisation des fissures transversales relevées sur le segment. L'amplitude de ce maximum étant relativement proche des contraintes à rupture mesurées en flexion dans cette direction, on peut raisonnablement avancer que les fissures transversales de cet essai sont attribuables aux seules contraintes normales dans la direction longitudinale, en mode I d'ouverture.

Les faibles variations observées sur l'amplitude des contraintes (en dehors de la contrainte normale dans la direction 3) rejettent d'emblée la possibilité d'identification d'un critère multiaxial à partir de ces essais. Au vu de ces faibles variations, il est de plus difficile de conclure sur la pertinence d'un critère sur les contraintes normales dans les directions 1 et 2 dans l'apparition d'une fissure longitudinale dans le segment. Au contraire, les valeurs de contrainte normale dans la direction 3 sont en accord avec les mesures de contrainte à rupture présentées dans le premier paragraphe de ce chapitre. Ce résultat va dans le sens d'une validation de l'hypothèse d'indépendance des contraintes considérée tout au long de ce chapitre à l'égard des fissures transversales dans le segment.

5.3 COMPARAISON AVEC LES SIMULATIONS DES ESSAIS BANC MOTEUR

Les simulations fondées sur les essais au banc moteur, présentées dans le chapitre 3 dans le cadre de l'identification des couples instants-lieux de fissuration, ne l'ont été que sur un des quatre segments centraux. Le champ de contrainte normale dans la direction 3 obtenu à 50 secondes sur l'essai à 1 MLS est rapporté en figure 106. Il correspond à l'instant du premier évènement acoustique singulier enregistré au cours de l'essai corrélé à la fissure transversale principale de l'essai à 1 MLS.

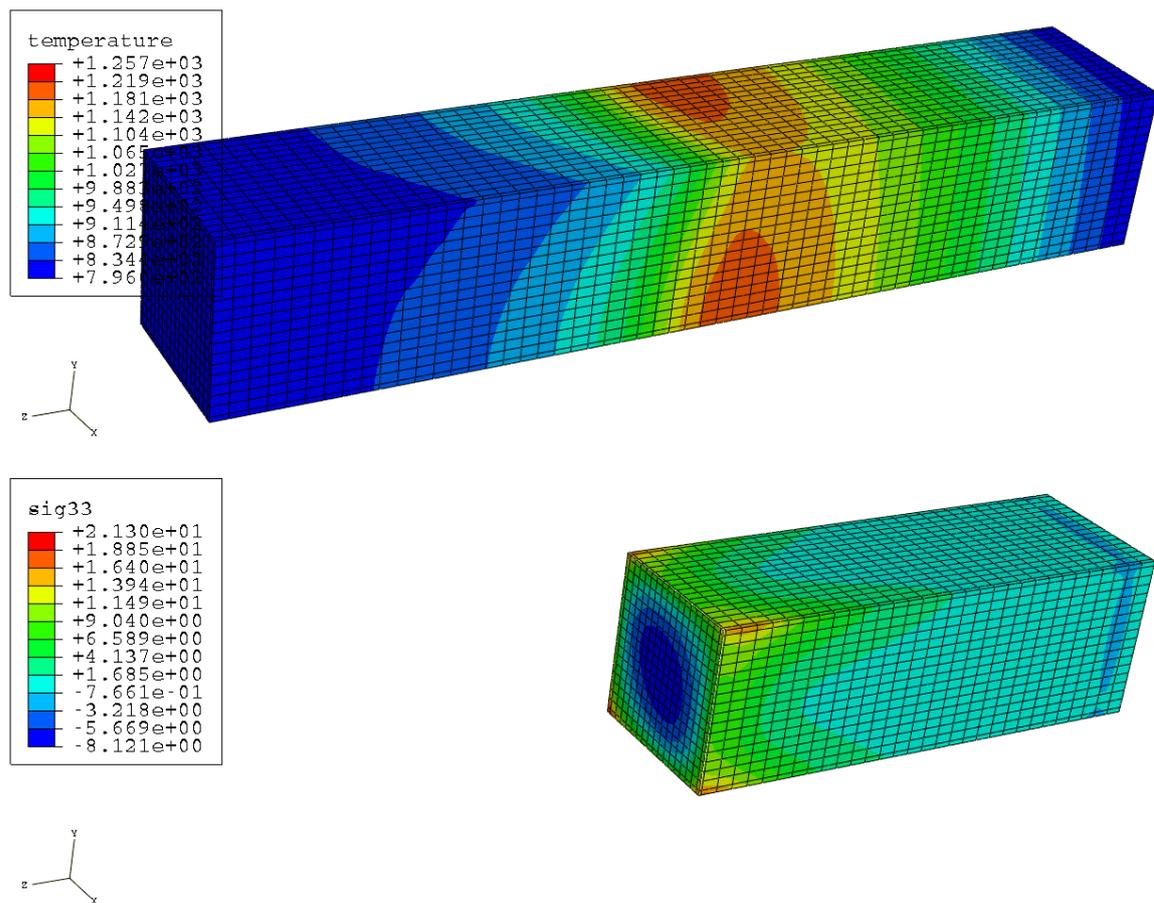


Figure 106 : Champ de température (K) et de contrainte normale σ_{33} (MPa) à l'instant d'apparition de la fissure transversale principale de l'essai à 1 MLS

Même si les conditions aux limites de ces calculs ne permettent pas de déterminer précisément les niveaux de contraintes atteints en raison de l'absence de prise en compte des interactions mécaniques de ces segments avec leur environnement, les niveaux de contraintes atteints à l'apparition de la fissure transversale principale de l'essai à 1 MLS sont en accord avec les observations faites sur le banc d'essai « gradients thermiques ». Les niveaux de contrainte de cisaillement dans le plan orthogonal à la direction 3 sont également équivalents à ceux obtenus sur le banc d'essai (2,7 MPa). Ces observations tendent à accréditer l'hypothèse d'un critère de création des fissures transversales principalement fondé sur la contrainte normale dans la direction 3.

L'analyse des contraintes obtenues par simulation ne permet pas de conclure sur l'ensemble des fissures apparaissant en surface des segments de FAP. Les configurations testées sur le banc d'essai mis en place ne permettent pas de faire varier suffisamment les contraintes normales dans les directions 1 et 2, ou les contraintes de cisaillement, pour espérer créer un critère multiaxial global ou pour chaque type de fissure. Cependant, les analyses ont démontré l'importance de la contrainte normale dans la direction 3 dans la création de fissures transversales, rôle que cette direction de contrainte semble endosser seule.

RESUME ET PERSPECTIVES

Comme évoqué au début de ce mémoire, le contexte réglementaire a évolué au cours de cette étude. L'année 2009 a vu les limites autorisées d'émissions de particules pour les véhicules particuliers chuter de 25 à 5 mg/km, l'équipement en FAP a ainsi été élargi aux petits véhicules Diesel. Si cette transition a été menée de manière transparente pour les usagers, le besoin de modèles prédictifs de l'endurance des filtres se fait dorénavant encore plus sentir. Le travail présenté, ainsi que l'ensemble des résultats obtenus au cours du projet DuraFAP, ont posé les fondements du développement de ces modèles, en dégagant des éléments essentiels à une approche réaliste du problème de l'intégrité mécanique des filtres Wall-Flow en carbure de silicium.

Dans un premier temps, les caractérisations effectuées sur les éléments du filtre ont permis de dégager des données et des hypothèses fondamentales pour la conduite des simulations du comportement thermomécanique des filtres pendant la régénération. Les essais pilotés en température sur les échantillons de SiC poreux ont démontré le comportement élastique à module d'élasticité constant du matériau jusqu'à 1300°C. Cette constatation a permis de définir le comportement du Matériau Homogène Equivalent aux segments en nid d'abeilles, reposant simplement sur six composantes d'anisotropie pour l'ensemble de la gamme de température de l'étude. L'isotropie du SiC poreux constitutif des membranes a été démontrée et a ainsi permis l'évaluation de son module d'élasticité par mesure de fréquences de résonance libre des segments en nid d'abeilles. Cette méthode de mesure du module d'élasticité, ne demandant que peu d'instrumentation et de préparation des échantillons, pourra facilement être appliquée à d'autres configurations. Ainsi, le comportement global des segments n'est obtenu qu'avec une simple mesure du module d'élasticité du SiC poreux, moyennant la connaissance de la géométrie des nids d'abeilles.

L'étude des essais de régénération sévère conduits sur banc moteur par Faurecia, auxquels ont été ajoutés des mesures d'émission acoustique, a permis d'obtenir de nombreux résultats, que ce soit sur les champs de température générés lors de la régénération dans le filtre, sur le rôle du ciment sur la propagation des fissures, ou sur les instants d'apparition des fissures dans les segments. L'analyse des fissures observées après essais sur les faces des segments a confirmé le rôle "tampon" du coulis dans la transmission de la chaleur et des contraintes. Ce résultat invite à considérer la fissuration

indépendamment dans chaque segment. Dans le cas d'une simulation mécanique de l'ensemble du filtre, seules les contraintes de type compression devront être prises en compte entre les segments. La simulation mécanique d'un segment central a été rendue possible grâce à une méthode capable de reconstruire le champ volumique de température à partir des mesures ponctuelles des thermocouples. Cette reconstruction a été effectuée en considérant l'ensemble des informations disponibles à partir des mesures expérimentales, y compris la localisation du front de combustion dans la profondeur du filtre. Finalement, les instants d'apparition des fissures ont pu être obtenus en liant les événements acoustiques enregistrés pendant les essais aux fissures observés sur les segments et ce, par l'intermédiaire de la simulation de l'évolution des contraintes dans les segments centraux en fonction du temps. Une fois les simulations thermo-chimiques opérationnelles chez PSA, ces informations permettront de simuler dans l'ensemble du FAP les champs de contrainte ayant mené à la création des fissures dans les segments.

Le banc d'essai mis en place durant ces travaux a eu un double rôle : il a tout d'abord permis l'identification des propriétés thermiques du nid d'abeilles par méthode inverse. Cette méthode a évité une longue et aléatoire caractérisation conventionnelle appliquée au nid d'abeilles, voire une caractérisation numérique complexe à partir des propriétés du SiC (poreux) prenant en compte l'intégralité des transferts thermiques en jeu dans la structure cellulaire. Cette identification par méthode inverse a été vérifiée et validée par les valeurs estimées à partir de la littérature et par les faibles écarts entre simulations et expériences. Ce travail a été rendu possible grâce à la reproductibilité des champs de température générés par le banc. Le contrôle précis des puissances électriques introduites au sein des segments remplace ainsi avantageusement les essais réalisés sur banc moteur où l'amplitude des régénérations ne peut être modifiée qu'en agissant sur la masse de suie introduite.

Différentes configurations d'essais et de chargements thermiques ont alors été testées pour observer l'influence de divers gradients sur la fissuration des segments. Ces essais ont permis l'obtention de plusieurs réseaux de fissuration alliant fissures longitudinales et transversales. Une configuration a engendré une fissuration originelle transversale conforme à celle observée sur les segments de filtre en régénération sévère. L'analyse des contraintes développées à l'instant de la rupture pour chaque configuration a permis de dégager les contraintes normales dans la direction d'extrusion comme principales responsables des fissures transversales obtenues.

Des suites à ces travaux sont menées, notamment d'un point de vue expérimental, dans le but d'obtenir un panel de champs de contrainte (et de réseaux de fissuration) plus large, en accord avec les observations effectuées dans ce mémoire. Parmi les approfondissements envisageables, les essais en configuration D12, ayant permis l'obtention de fissures transversales, devraient être multipliés afin de vérifier la reproductibilité des endommagements observés dans cette étude. Le développement

d'essais permettant d'amplifier les gradients axiaux de température peut également être considéré afin d'étudier plus en détail la localisation et l'amorçage des fissures telles qu'elles ont pu être observées dans les configurations centrées CC et D6C. Ces développements permettraient également de mettre à l'épreuve le critère proposé quant à la création des fissures transversales.

En parallèle à ces études expérimentales, la mise en place de la modélisation de la régénération d'un point de vue thermochimique permettra l'obtention des champs de température en chaque instant dans l'ensemble du FAP, à partir du chargement en suie. Les contraintes développées dans chaque segment durant les essais réalisés sur banc moteur pourront ainsi être calculées en chaque instant et valider les critères identifiés sur le banc d'essai.

A plus long terme, les méthodes prédictives de l'endommagement mécanique des FAP devront être confrontées à la perte de fonctionnalité de filtration des systèmes. La remise en filtration devra alors être comparée expérimentalement pour plusieurs profils d'endommagement mécanique afin d'évaluer la relation entre chacun (fonction de la taille ou du cumul des fissures, ...). C'est par cette dernière étape que les travaux menés sur la prévision de l'endurance des FAP permettront un dimensionnement plus systématique de ces systèmes de filtration.

ANNEXES

A.	CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE DES ÉPROUVETTES 4 MM × 3 MM × 45 MM	137
B.	MÉTHODES ALTERNATIVES DE DÉTERMINATION DE LA POSITION DU FRONT DE COMBUSTION	139
C.	CARACTÉRISTIQUES DU BANC « GRADIENTS THERMIQUES »	143
D.	DESCRIPTION ANALYTIQUE COMPLÈTE DU CHAMP DE TEMPÉRATURE DANS LA CONFIGURATION C... ..	145
E.	CONCENTRATION LOCALE DE LA CHALEUR PAR VARIATION DE SECTION DES FILS RÉSIDIFS	147
F.	COMPARAISON DES TEMPÉRATURES SIMULÉES PAR ÉLÉMENTS FINIS AUX MESURES EXPÉRIMENTALES ..	155

A. CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE DES EPROUVETTES 4 MM × 3 MM × 45 MM

Des éprouvettes rectangulaires de 4 mm × 3 mm × 45 mm ont été fabriquées spécialement pour cette étude. Supposées représentatives du matériau constituant les membranes, ces éprouvettes ont été élaborées en utilisant la même pâte de SiC et le même cycle de frittage que les segments de FAP. Cependant, la différence de procédé de mise en forme et de structure peut laisser augurer des différences microstructurales entre les matériaux. L'utilisation de ces éprouvettes pour la caractérisation du SiC poreux nécessite la validation de la représentativité de leur microstructure.

La porosité des éprouvettes a été déterminée par mesure de la masse volumique des échantillons à partir de la masse volumique du SiC dense (3200 kg/m^3) : elle a été ainsi estimée à 39%, ce qui est proche de la porosité mesurée sur les membranes.

Un échantillon d'éprouvette rectangulaire a été analysé, sur la grande face (4 mm × 45 mm), par diffractions des rayons X.

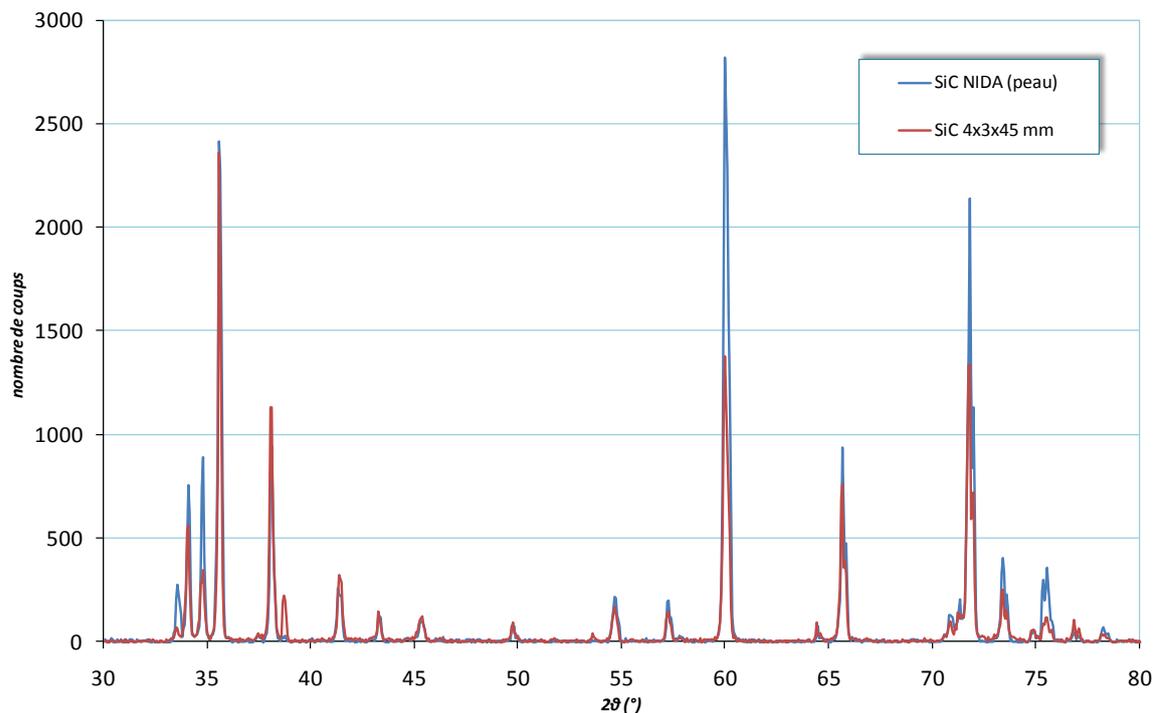


Figure 107 : Comparaison des spectres obtenus sur les membranes de segments et les éprouvettes parallélépipédiques

Les pics des diffractogrammes réalisés sur un échantillon de membrane et l'éprouvette rectangulaire 4 mm × 3 mm × 45 mm se superposent. Les structures cristallographiques des deux SiC sont donc identiques.

Les éprouvettes parallélépipédiques n'ont pas été analysées par microtomographie, seuls des clichés 2D au microscope optique ont été réalisés sur trois échantillons différents, dans les trois directions de l'espace. En raison des difficultés rencontrées lors des étapes d'enrobage (les pores ne sont pas parfaitement remplis) et de polissage (le polissage n'est pas uniforme sur les trois échantillons), l'étape de binarisation des clichés est biaisée et les clichés ne sont donc pas directement comparables. L'agencement spatial des phases a donc été analysé indépendamment pour chaque échantillon.

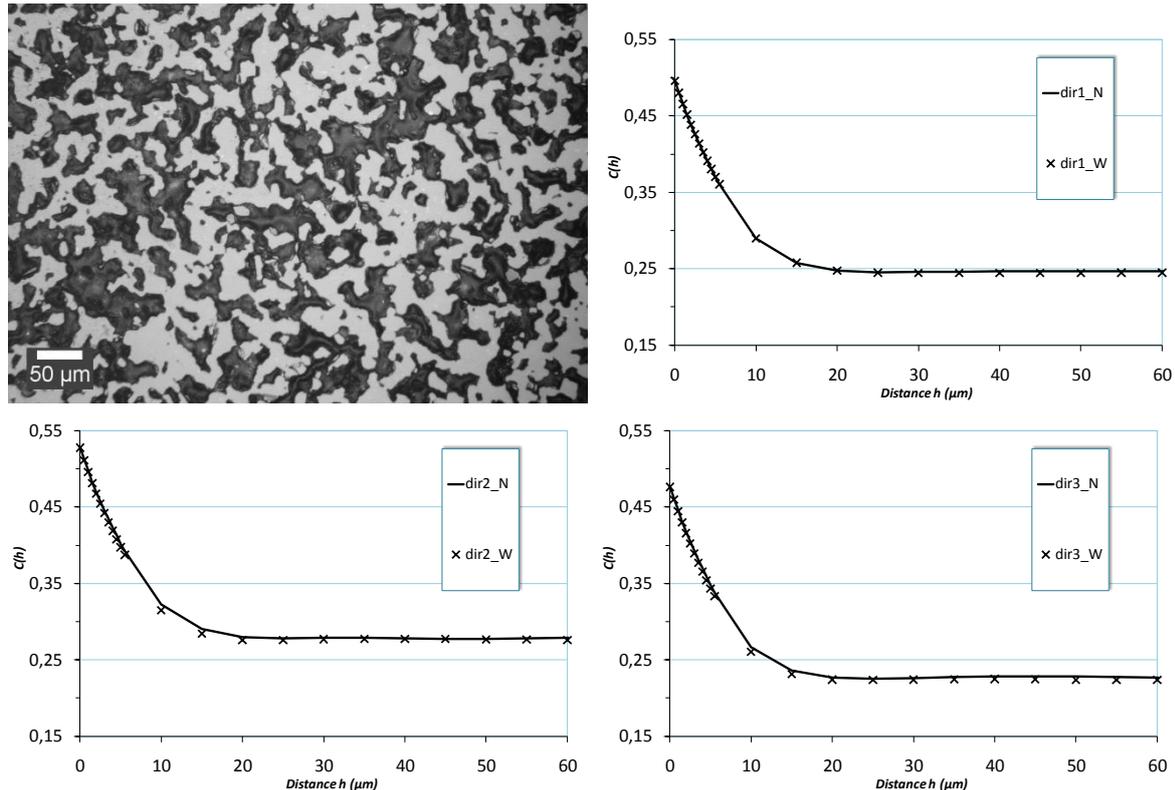


Figure 108 : Micrographie type et covariances calculées pour chaque direction des éprouvettes parallélépipédiques

Le palier, retrouvé sur la covariance de chaque échantillon, est caractéristique d'un agencement aléatoire dans les trois directions. Ce palier est atteint à la même distance pour les trois échantillons, ce qui implique des tailles caractéristiques des phases équivalentes dans toutes les directions. Les covariances calculées pour chaque section étant globalement équivalentes en termes d'agencement spatial, le volume est considéré comme isotrope.

B. METHODES ALTERNATIVES DE DETERMINATION DE LA POSITION DU FRONT DE COMBUSTION

Les maximums relevés sur les exothermes peuvent être considérés comme un indicateur conventionnel de la position du front de combustion. Ils s'avèrent être des indicateurs pertinents dans le cas des faibles chargements (1 et 1,07 MLS) mais moins adaptés aux plus forts chargements (1,21 et 1,29 MLS) où les pics de maximums se transforment en dômes, voire en plateaux, comme illustré par la figure 109.

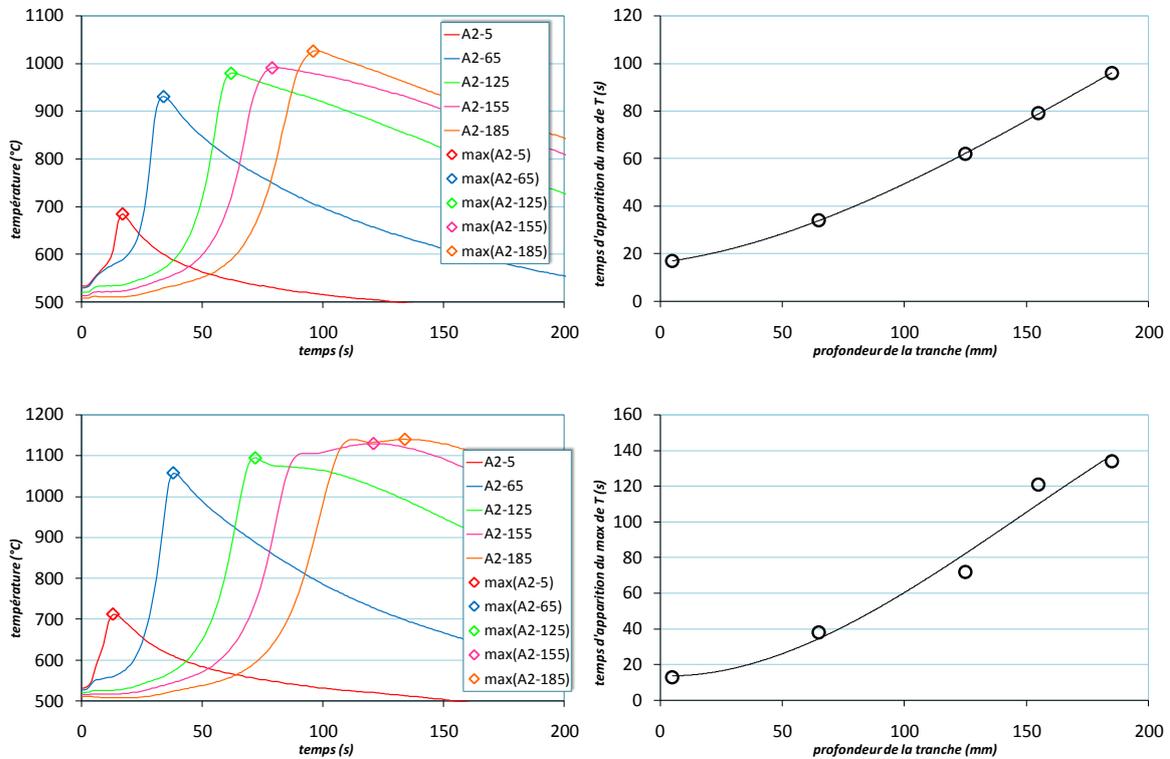


Figure 109 : A gauche : maximums de température calculés et affichés sur les exothermes expérimentaux ; à droite : maximums représentés dans l'espace temps-profondeur, une fonction polynomiale d'ordre 3 est utilisée pour décrire la répartition des points

Une autre solution pourrait consister à calculer la différence entre la température donnée par la pente la plus grande de la croissance des températures et la température réelle, puis à fixer un écart maximum au-delà duquel le front est considéré en aval du point de mesure (figure 110). Cette méthode, qui présente une analogie avec la détermination de la limite conventionnelle d'élasticité, permet de ne considérer que la phase antérieure pour déterminer le passage du front.

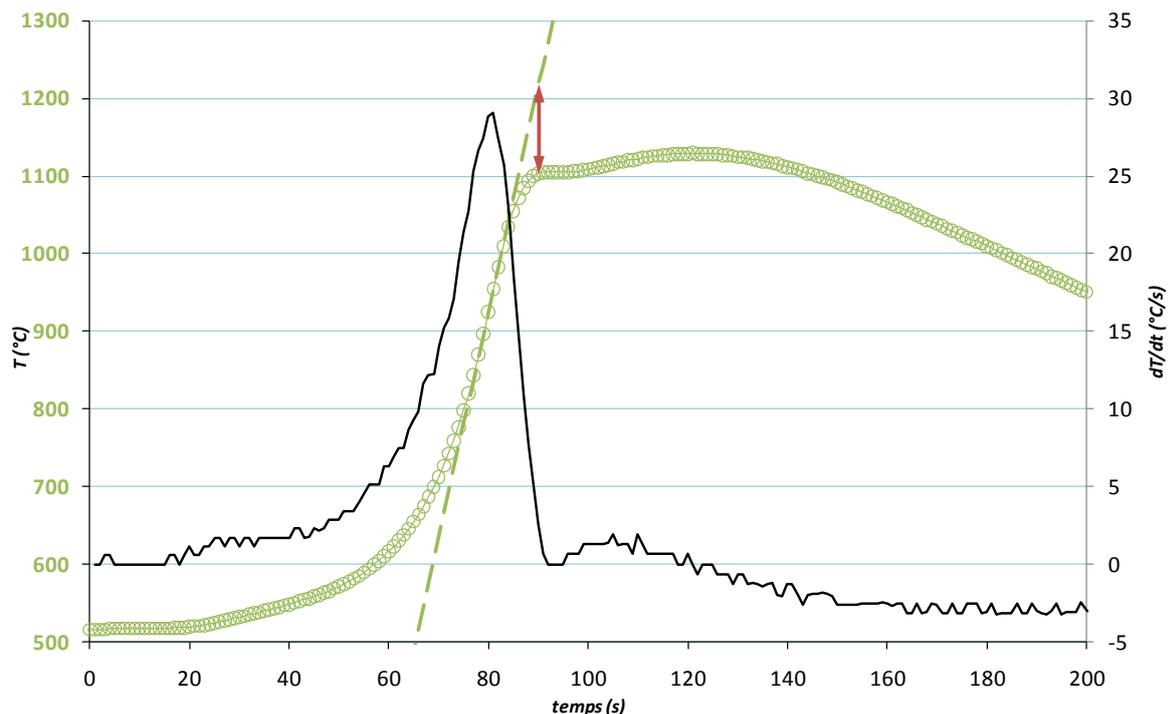
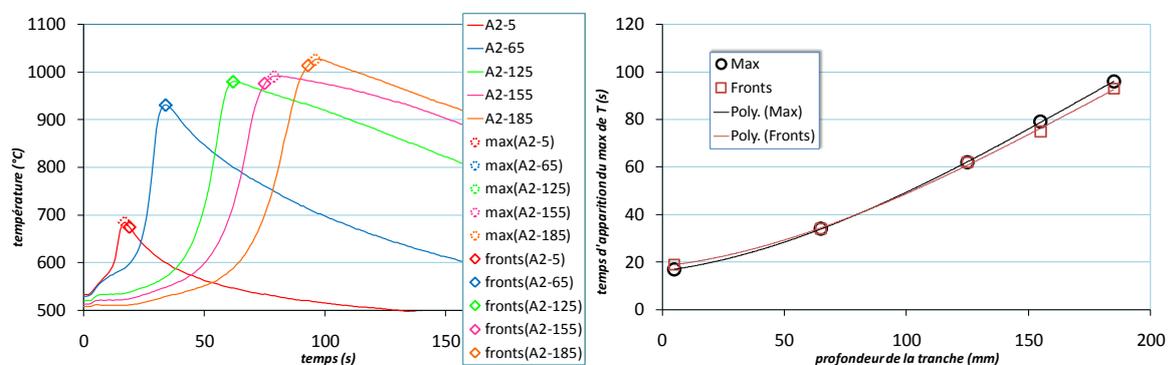


Figure 110 : Méthode de calcul de la position du front appliquée au thermocouple A2-155 de l'essai à 1 MLS

La figure 110 illustre le principe de la méthode pour déterminer la position du front de combustion sur les mesures expérimentales. La tangente à l'exotherme est considérée au point de plus grande pente. L'écart relatif entre la température donnée par la tangente et la température réelle, $(T_{tan} - T_{exp})/T_{tan}$, est calculé. Le moment où l'écart dépasse une valeur maximale donnée est considéré comme l'instant de passage du front de combustion au point de mesure de température considéré.

La figure 111 reporte les positions de front déterminées par cette méthode en superposition des positions déterminées par la méthode des maximums. L'écart relatif maximal entre la température donnée par la tangente et la température réelle a été fixé arbitrairement à 3% en raison d'un accord satisfaisant sur l'ensemble des mesures réalisées durant la campagne.



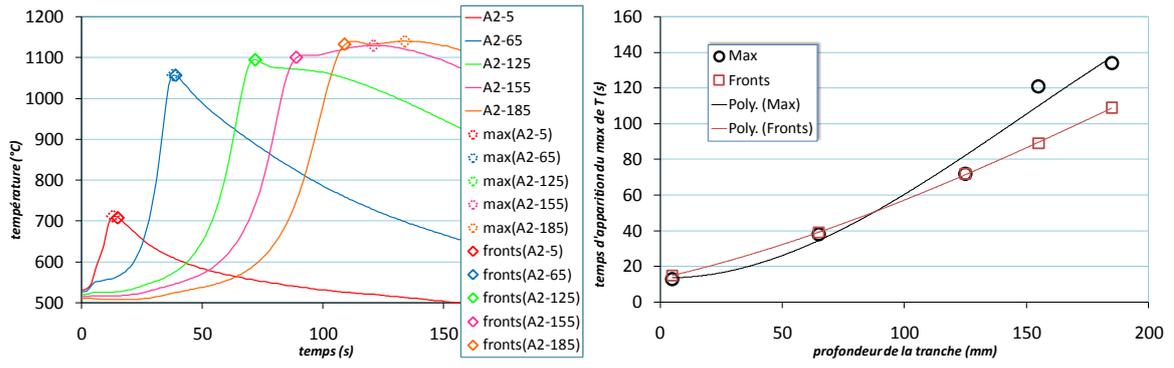


Figure 111 : A gauche : maximums de température et positions du front affichés sur les exothermes expérimentaux ; à droite : représentation dans l'espace temps-profondeur

C. CARACTERISTIQUES DU BANC « GRADIENTS THERMIQUES »

Les caractéristiques du banc d'essai sont les suivantes :

- longueurs de barreaux testés : de 6 à 19 cm ;
- vitesse de montée en puissance admissible par fil : de $1,8 \cdot 10^{-3}$ à $20 \text{ W} \cdot \text{s}^{-1}$;
- vitesse de montée en température au centre : de quasi-stationnaire à $12 \text{ K} \cdot \text{s}^{-1}$;
- puissance électrique totale admissible : 2,4 kW (pour 4 fils de 20 cm) ;
- température maximale atteignable : 1000°C au centre du barreau ;
- gradient maximal atteint sur une demi-diagonale : $175 \text{ K} \cdot \text{cm}^{-1}$.

D. DESCRIPTION ANALYTIQUE COMPLETE DU CHAMP DE TEMPERATURE DANS LA CONFIGURATION C

Si une description du champ de température total dans la section est souhaitée, il est nécessaire de définir une nouvelle fonction au voisinage du centre de la section : en effet la fonction présentée au § 4.2.2 n'est pas définie en $r = 0$, et l'hypothèse d'une source de chaleur centrale dans la section ne permet pas de décrire correctement les températures autour du fil. Une seconde fonction est définie dans la zone $r \in [0; r_1]$, avec r_1 la distance au centre du thermocouple 1 (cf. essai par paliers du chapitre 4), de telle sorte que la description physique des échanges thermiques reste inchangée pour $r > r_1$. Cette description nécessite une mesure supplémentaire de température au centre de la section, en $r = 0$.

La fonction T' doit vérifier :

- en $r = 0$, la symétrie du système et la température T_0 mesurée au centre de la section ;
- en $r = r_1$, la continuité avec la fonction précédente.

$$\begin{cases} \frac{dT'}{dr}(r = 0) = 0 \\ T'(r = 0) = T_0 \end{cases}$$

$$\begin{cases} \frac{dT'}{dr}(r = r_1) = \frac{dT}{dr}(r = r_1) \\ T'(r = r_1) = T(r = r_1) \end{cases}$$

Une fonction du 3^{ème} ordre, sans composante linéaire, permet de respecter la symétrie en $r = 0$. Les trois coefficients du polynôme sont calculés de manière à respecter les trois dernières conditions.

$$\begin{cases} T' = ar^3 + br^2 + c \\ \frac{dT'}{dr} = 3ar^2 + 2br \end{cases}$$

$$\frac{dT'}{dr}(r = r_1) = \frac{dT}{dr}(r = r_1)$$

$$\Leftrightarrow 3ar_1^2 + 2br_1 = \frac{-2\phi}{\pi\lambda r_1}$$

$$\Leftrightarrow a = \frac{-2}{3r_1} \left(\frac{\phi}{\pi\lambda r_1^2} + b \right)$$

$$T'(r = r_1) = T(r = r_1)$$

$$\Leftrightarrow \frac{br_1^2}{3} - \frac{2\phi}{3\pi\lambda} + c = \phi \left(\frac{1}{2Lh} + \frac{2}{\pi\lambda} \ln \left(\frac{\sqrt{2}L}{r_1} \right) \right) + RT$$

$$\Leftrightarrow b = \frac{3}{r_1^2} \left(\phi \left(\frac{1}{2Lh} + \frac{2}{\pi\lambda} \left(\frac{1}{3} + \ln \left(\frac{\sqrt{2}L}{r_1} \right) \right) \right) \right) + RT - c$$

$$T'(r = 0) = T_0$$

$$\Leftrightarrow c = T_0$$

Le polynôme ainsi identifié est représenté sur la figure 112 avec les points expérimentaux, la description physique précédemment présentée, et la description complète des températures, assemblage des deux fonctions.

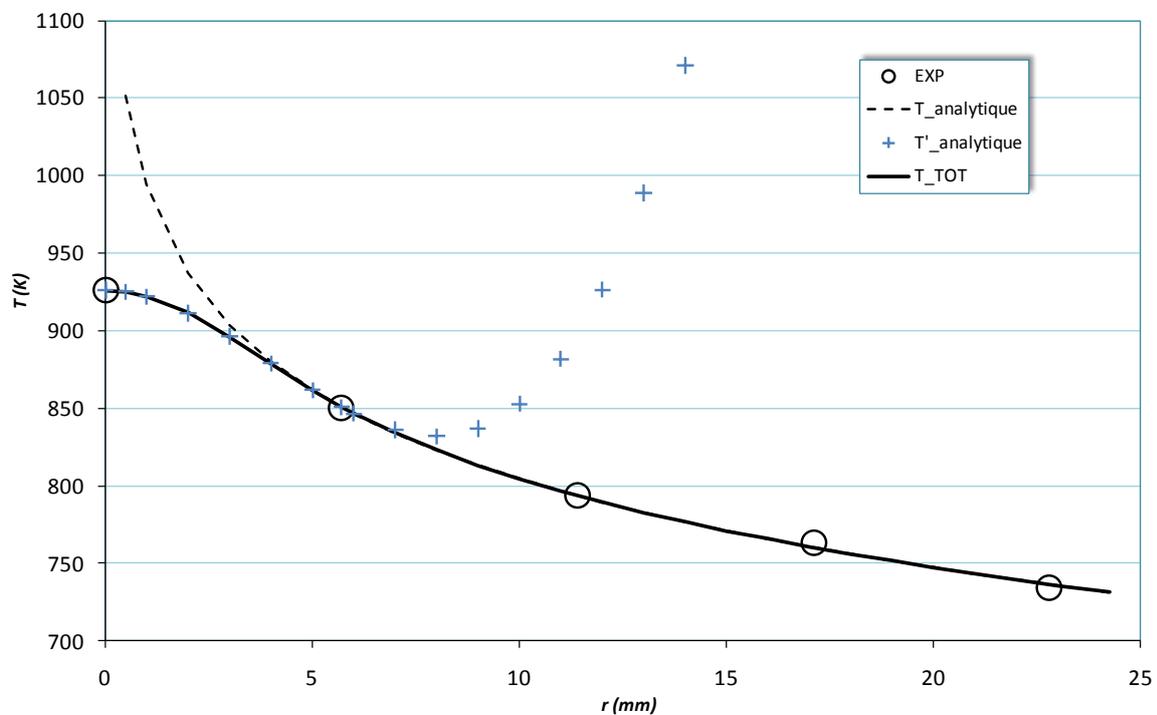


Figure 112 : Description complète du champ de température dans la section du segment (en trait plein gras). Les points expérimentaux sont représentés par des ronds, la description physique par des tirets, le polynôme d'ordre 3 par des croix

E. CONCENTRATION LOCALE DE LA CHALEUR PAR VARIATION DE SECTION DES FILS RESISTIFS

La configuration C a été modifiée pour introduire une composante axiale de gradient thermique en diminuant localement le diamètre des fils résistifs de 1,5 à 1 mm (figure 113). Cette nouvelle configuration est appelée CC pour centrée concentrée. Elle a également été appliquée aux configurations à fils décentrés. Ces configurations n'ont pas été retenues dans l'étude principale en raison de la difficulté rencontrée dans la rectification des fils et dans la maîtrise des longueurs et du diamètre usinés, pouvant entraîner un déséquilibre des résistances des quatre fils. D'autre part, elles n'ont pas permis de favoriser nettement les fissures transversales, comme a pu le faire la configuration D12. La nomenclature de ces essais est détaillée dans le tableau ci-dessous en comparaison aux précédentes configurations.

1 ^{ère} lettre : placement des fils dans la section	1 ^{er} chiffre : distance de décentrage si applicable	2 ^{ème} lettre : concentration de la source de chaleur
C (centré)	-	-
		C (concentrée)
D (décentré)	6	-
		C
	12	-

Tableau 12 : Nomenclature des essais réalisés sur le banc « gradients thermiques »

La diminution de section entraîne localement une augmentation de la résistance linéique du fil, donc, pour une intensité fixée, une augmentation de la puissance linéique dégagée par effet Joule. En effet, la résistance des fils s'exprime par :

$$R = \rho \frac{L}{S}$$

où R représente la résistance d'un fil de résistivité ρ , de longueur L et de section S .

A partir de la loi d'Ohm, la puissance dégagée par effet Joule peut s'écrire $P = RI^2$ (avec I l'intensité parcourant le fil). Ainsi, dans le cas de deux fils de même longueur parcourus par la même intensité et de sections $S_1 = \pi(1/2)^2$ et $S_2 = \pi(1,5/2)^2$, les puissances dégagées par les deux fils sont liées par :

$$\frac{P_1}{R_1} = \frac{P_2}{R_2} \Leftrightarrow P_1 = P_2 \frac{S_2}{S_1} \Leftrightarrow P_1 = 2,25P_2$$

La réduction locale du diamètre des fils de 1,5 à 1 mm entraîne donc une augmentation de la puissance linéique dégagée par effet Joule d'un facteur 2,25. Cet apport local complémentaire d'énergie permet de créer un gradient axial de température.

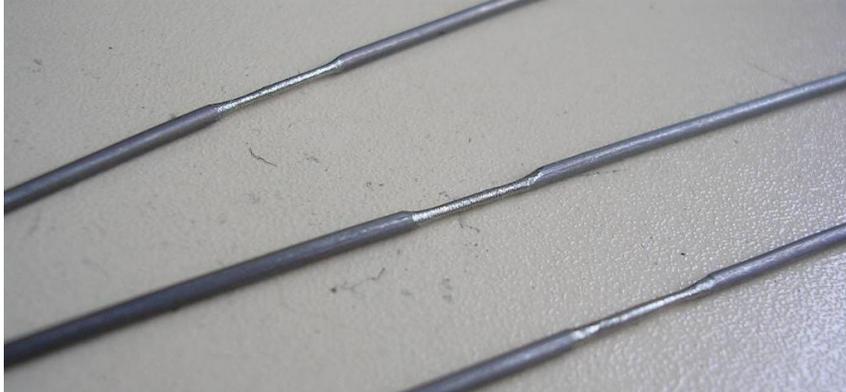


Figure 113 : Fils résistifs adaptés à la configuration CC par diminution locale de la section

Le modèle par éléments finis est adapté à la configuration CC en attribuant des valeurs différentes de flux de chaleur par unité de volume aux zones correspondantes aux deux sections de fils. Le principe est schématisé sur la figure 114.

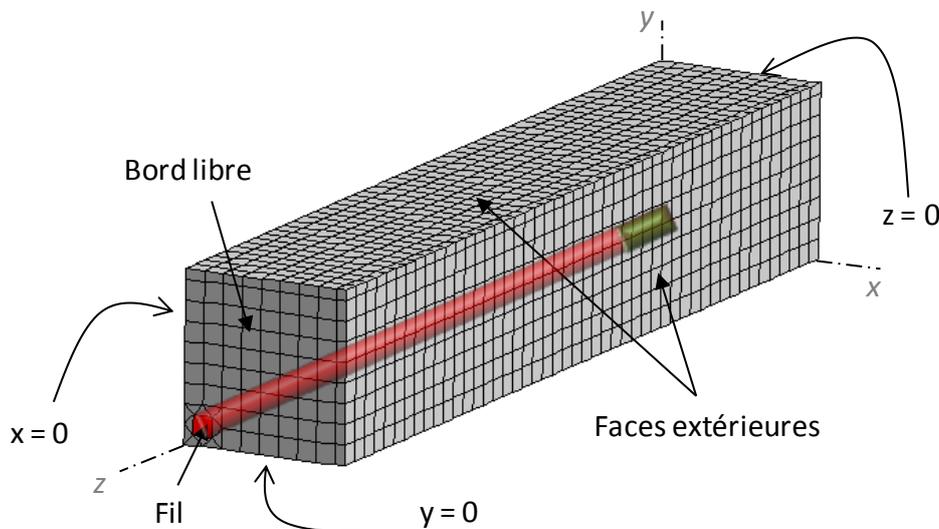


Figure 114 : Représentation schématique de la modélisation des différences de sections des fils : les éléments représentés en rouge correspondent à la section initiale, en vert à la section diminuée (un huitième de segment est représenté)

Les valeurs de flux assignées aux éléments modélisant la section initiale (\varnothing 1,5 mm) et la section réduite (\varnothing 1 mm) sont définies de la sorte :

$$FluxVol_{\varnothing 1} = \frac{P_{\varnothing 1}}{4L_{\varnothing 1}S}$$

$$FluxVol_{\phi_{1,5}} = \frac{P_{\phi_{1,5}}}{4(L_{fil} - L_{\phi_1})S}$$

où P_{ϕ_1} et $P_{\phi_{1,5}}$ sont respectivement les puissances dégagées par l'ensemble des portions de fil de diamètre 1 mm et 1,5 mm et L_{ϕ_1} la longueur de la portion de fil de diamètre 1 mm. Les puissances sont calculées par:

$$P_{\phi_1} = P_{tot} \frac{R_{\phi_1}}{R_{\phi_1} + R_{\phi_{1,5}}}$$

$$P_{\phi_{1,5}} = P_{tot} \frac{R_{\phi_{1,5}}}{R_{\phi_1} + R_{\phi_{1,5}}}$$

où R_{ϕ_1} et $R_{\phi_{1,5}}$ sont respectivement les résistances des portions de fil de diamètre 1 mm et 1,5 mm, et P_{tot} la puissance mesurée aux bornes des quatre fils. Les résistances sont données par :

$$R_{\phi_{1,5}} = \rho \frac{L_{fil} - L_{\phi_1}}{1,5^2 \pi}$$

$$R_{\phi_1} = \rho \frac{L_{\phi_1}}{\pi}$$

Les écarts relevés entre les températures mesurées expérimentalement et celles obtenues en simulation par cette modélisation demeurent inférieurs à 6% (annexe F).

La figure 115 et la figure 116 présentent la fissuration engendrée par la configuration CC et le champ de température simulé à rupture.



Figure 115 : Fissures générées dans la configuration CC

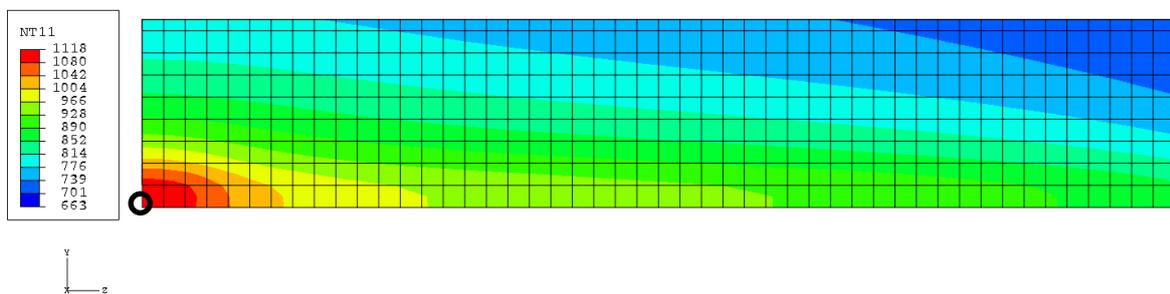


Figure 116 : Carte des températures à rupture (K) simulée en configuration CC (vue intérieure, le cercle noir correspond au barycentre du segment)

La configuration CC engendre un réseau de fissuration combinant fissures longitudinales et transversales. Comme pour la configuration C, toutes les fissures apparaissent simultanément. Pour les deux essais réalisés dans ces conditions, les segments présentent une fissure circonférentielle au centre du segment. Une composante longitudinale de fissuration est observée mais, contrairement aux segments testés en configuration C, cette fissure ne débouche pas systématiquement aux deux extrémités du segment.

La concomitance des créations de fissures, ainsi que l'absence d'arrêt de fissure clairement identifiable ne permettent pas de localiser le lieu d'amorçage dans cette configuration.

Deux essais ont été réalisés pour la configuration D6C. La figure 117 présente les profils de fissuration obtenus pour la configuration D6C (les deux essais sont superposés). L'arête supérieure du segment, la plus proche des fils, est représentée au centre de l'image.

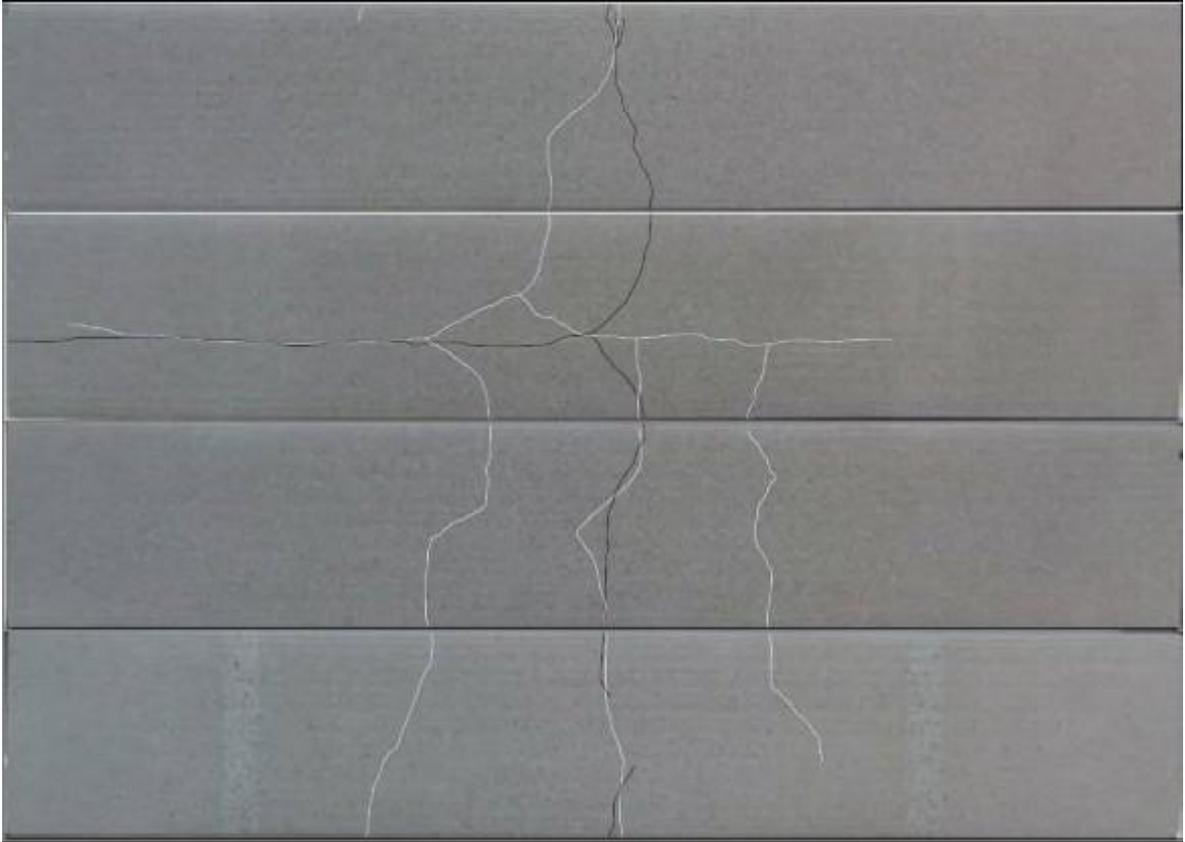


Figure 117 : Réseau de fissures des deux essais D6C

Comme dans les configurations précédemment présentées, la configuration D6C génère un réseau de fissures longitudinales et transversales. La reproductibilité de la localisation de la fissure longitudinale pourrait laisser penser qu'elle constitue la fissure primaire du réseau. Toutefois, comme dans les précédentes configurations, la concomitance des fissurations durant ces essais ne permet pas de conclure sur ce point par une observation crédible.

Les champs de température à rupture simulés pour l'essai D6C sont présentés ci-dessous.

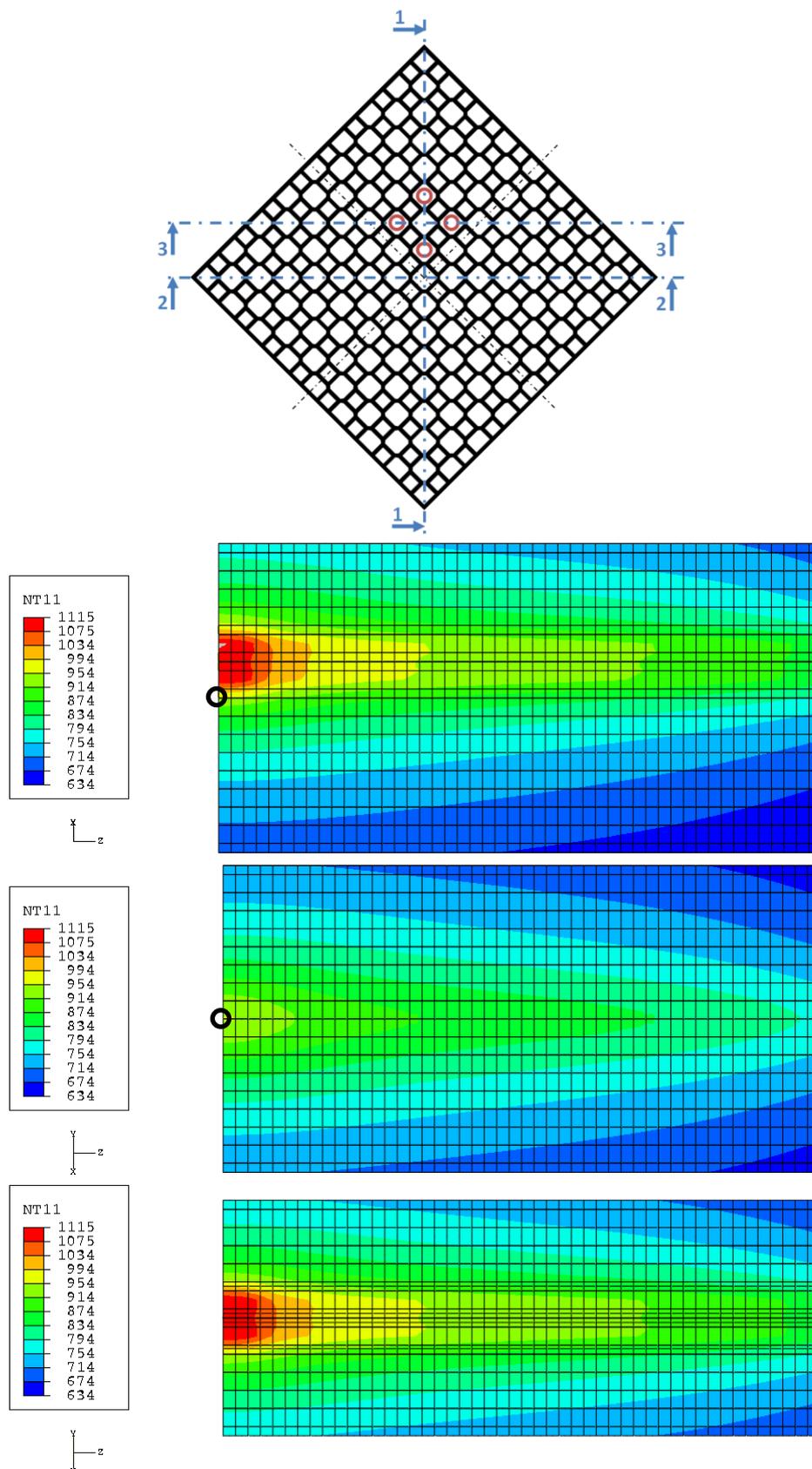


Figure u8 : Cartes des températures à rupture (K) simulées en configuration D6C. Vues en coupe, de haut en bas : coupes 1, 2 et 3 (le cercle noir correspond au barycentre du segment)

Les contraintes mécaniques, calculées par éléments finis à partir de ces cartes de température, sont présentées ci-dessous.

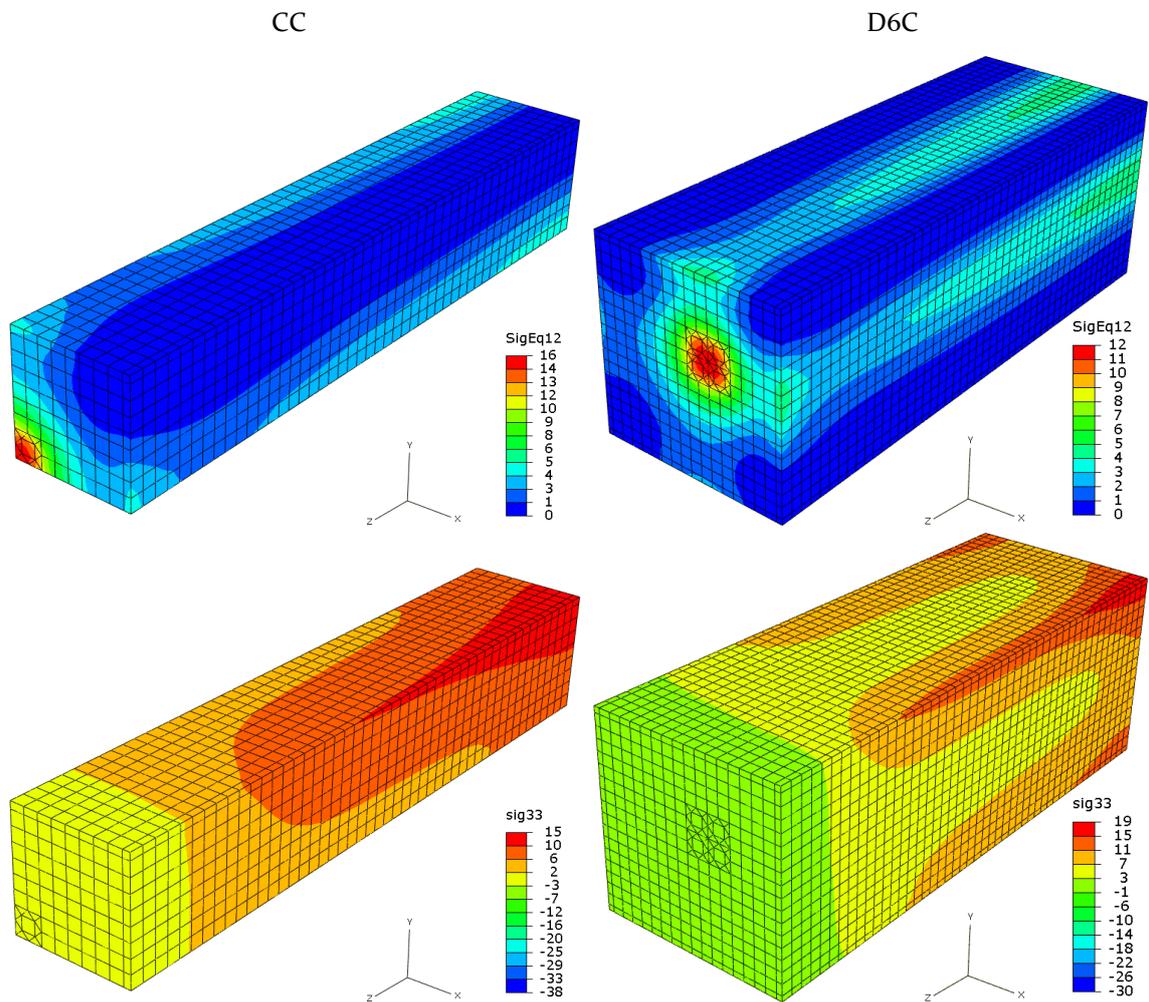


Figure 119 : Contraintes normales (MPa) transversale (en haut) et longitudinale (en bas) pour les configurations CC et D6C

Les contraintes calculées sont du même ordre de grandeur que dans les configurations C, D6 et D12, mais présentent une concentration au niveau de la réduction de section. L'évolution de la contrainte longitudinale le long de l'arête la plus proche des fils est présentée sur la figure 120 pour les configurations CC et D6C, en regard de la configuration C.

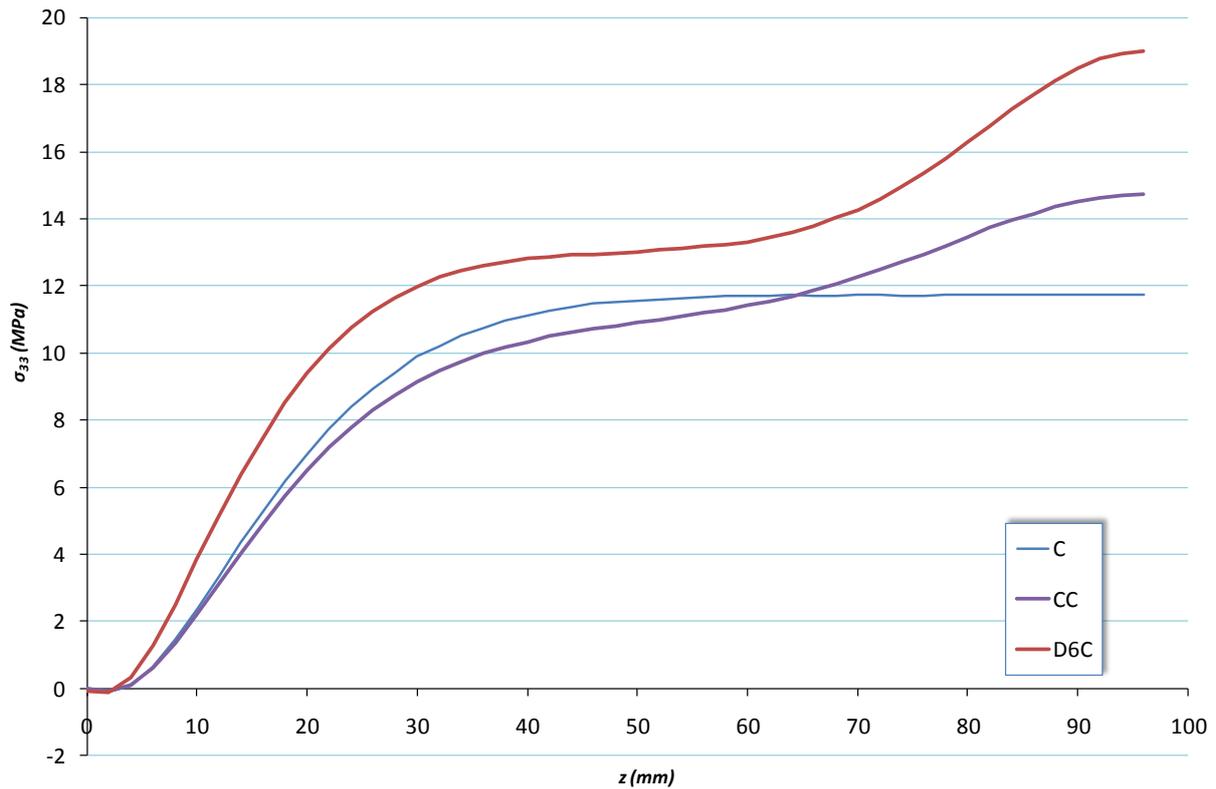


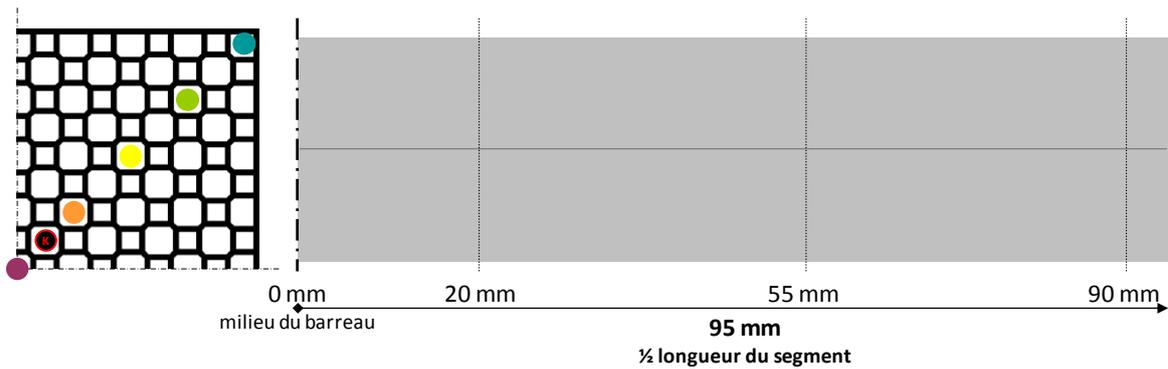
Figure 120 : Contraintes σ_{33} calculées sur l'arête la plus proche des fils en fonction de la distance à l'extrémité du segment, pour les configurations C, CC et D6C

L'évolution est similaire à celles des configurations précédemment présentées, en dehors de la zone englobant la réduction de section des fils. Le niveau de contraintes atteint avec la configuration D6C est identique aux contraintes maximales calculées sur l'essai D12. La fissuration aurait pu s'amorcer au centre du segment par une fissure transversale.

Toutefois, comme indiqué au début de ce paragraphe, le caractère concomitant des fissurations durant ces essais ne permet pas de conclure sur la chronologie d'apparition des fissures. S'ajoutant au manque de précision des résistances des fils ainsi modifiés, cette observation remet en cause l'utilisation de ces configurations pour créer des réseaux de fissures représentatifs de la réalité des FAP.

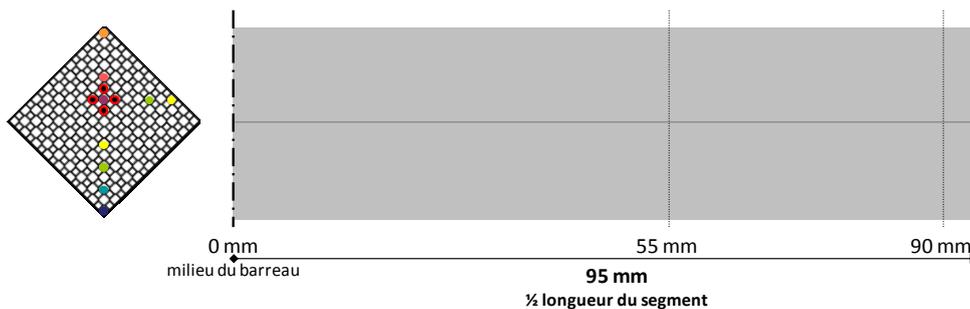
F. COMPARAISON DES TEMPERATURES SIMULEES PAR ELEMENTS FINIS AUX MESURES EXPERIMENTALES

Les valeurs de température obtenues par la simulation par éléments finis sont comparées aux valeurs expérimentales pour l'ensemble des configurations.



		0 mm					20 mm		55 mm			90 mm	
C	Exp (K)	-	854	795	752	727	-	-	-	-	-	-	-
	Err (%)	-	3,6	0,9	0,5	-0,8	-	-	-	-	-	-	-
CC	Exp (K)	1040	915	-	-	928	761	890	752	853	727	802	668
	Err (%)	6,7	1,9	-	-	4	-3,2	1,1	-3	0,5	-2,7	0,5	1,1

Tableau 13 : Comparaison des températures obtenues par simulation aux températures mesurées expérimentalement dans les configurations C et CC



		0 mm								55 mm				90 mm			
D6	Exp (K)	-	875	784	808	765	734	714	805	768	-	-	-	-	-	709	643
	Err (%)	-	1,7	-2,6	-1,5	-2	-2,5	-3,7	-0,4	-2	-	-	-	-	-	-0,7	1,4
D6C	Exp (K)	1012	-	803	828	-	744	-	-	766	882	740	780	710	762	-	-
	Err (%)	9,1	-	-2	-0,2	-	-2,2	-	-	0,8	5	0,6	-1	-1,5	-3,7	-	-

Tableau 14 Comparaison des températures obtenues par simulation aux températures mesurées expérimentalement dans les configurations D6 et D6C

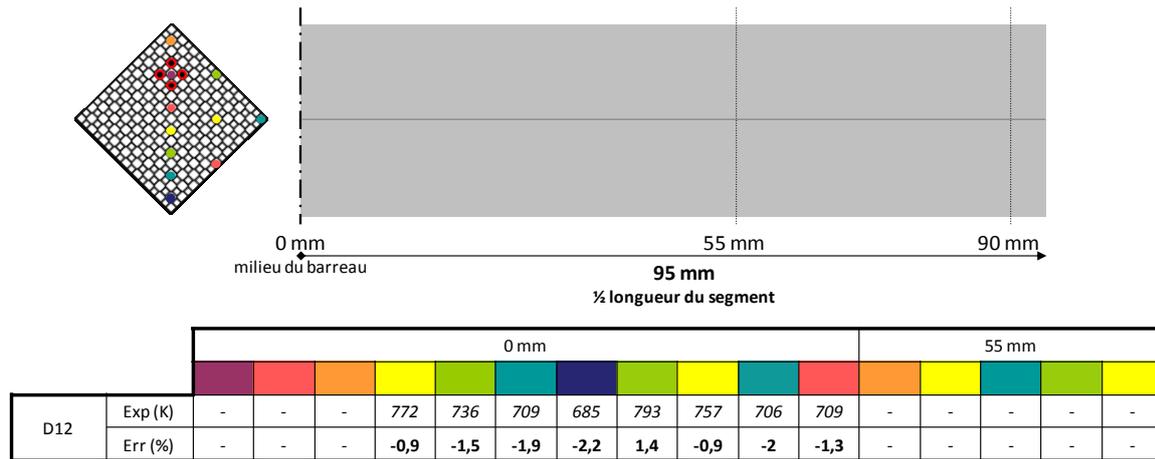


Tableau 15 Comparaison des températures obtenues par simulation aux températures mesurées expérimentalement dans les configurations D12

En dehors des températures mesurées au voisinage direct des sections où le fil a été réduit de diamètre, les écarts relevés sont inférieurs à 4% pour tous les points de mesure et ce, dans chaque configuration. Les écarts plus importants relevés à proximité des sections réduites de fil pourraient s’expliquer par un manque de précision dans l’usinage des fils et/ou par un maillage éléments finis trop grossier dans la zone des fils. En dehors de ces zones, où l’erreur réalisée demeure inférieure à 10%, les écarts sont inférieurs à 5%, le modèle thermique par éléments finis est donc validé.

BIBLIOGRAPHIE

[Adler 2005] Adler, J. 2005, Ceramic Diesel Particulate Filters. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, vol. 2, no. 6, p. 429-439.

[Andersson 2007] Andersson, J., Giechaskiel, B., Muñoz-Bueno, R. et al., *Particle Measurement Programme (PMP) Light-duty Inter-laboratory Correlation Exercise (ILCE_LD) Final Report* [en ligne]. JRC37386. Ispra (Italie) : JRC, 2007. p. 178.

Disponible sur : <<http://publications.jrc.ec.europa.eu/repository/handle/11111111/429>> (consulté le 01.09.2011)

[Arai 1987] Arai, M., Miyashita, S., Sato, K. 1987, Development and Selection of Diesel Particulate Trap Regeneration System. *SAE Technical Papers*, no. 870014.

[ASM 2000] Kuhn, H., Medlin, D. *ASM Handbook. Volume 8: Mechanical Testing and Evaluation*. Materials Park (OH) : ASM International, 2000, p. 998.

[ASTM C1259] ASTM C1259 Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio for Advanced Ceramics by Impulse Excitation of Vibration.

[ASTM C1674] ASTM C1674 Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics with Engineered Porosity (Honeycomb Cellular Channels) at Ambient Temperatures.

[ASTM E1876] ASTM E1876 Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Impulse Excitation of Vibration.

[Avizo 2007] Avizo® 5, The 3D visualization Software for Scientific and Industrial data, VSG, <http://www.vsg3d.com/>.

[Barbusse 2005] Barbusse, S., Plassat, G., Les particules de combustion automobile et leurs dispositifs d'élimination [en ligne]. Paris : Ademe, 2005. p. 132.

Disponible sur :

<<http://www2.ademe.fr/servlet/getBin?name=FD791DoAACBA1Do4174C6CA429EACA041158305625123.pdf>> (consulté le 01.09.2011)

- [Bornert 2001] Bornert, M., Bretheau, T., Gilormini, P. *Homogénéisation en mécanique des matériaux 1 : matériaux aléatoires élastiques et milieux périodiques*. Paris : Hermès science publications, 2001, 256 p.
- [Carty 1996] Carty, W. M., Lednor, P. W. 1996, Monolithic ceramics and heterogeneous catalysts: honeycombs and foams. *Current Opinion in Solid State and Materials*, vol. 1, no. 1, p.88-95.
- [Cutler 2004] Cutler, W. A. 2004, Overview of Ceramic Materials for Diesel Particulate Filter Applications. *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, vol. 25, no. 3, p. 421-430.
- [Dainty 1987] Dainty, E. D., Lawson, A., Vergeer, H. C. et al. 1987, Diesel Emissions Reduction by Ceramic Filters Employing Catalysts or a Fuel Additive. *SAE Technical Papers*, no. 870014.
- [Dario 1998] Dario, M. T., Bachiorrini, A. 1998, Interaction of some Pollutant Oxides on Durability of Silicon Carbide as a Material for Diesel Vehicle Filters. *Journal of Materials Science*, vol. 33, no. 1, p. 139-145.
- [Fino 2007] Fino, D. 2007, Diesel Emission Control: Catalytic Filters for Particulate Removal. *Science and Technology of Advanced Materials*, vol. 8, no. 1-2, p. 93-100.
- [Gulati 1991] Gulati, S. T., Lambert, D. W. 1991, Fatigue-Free Performance of Ceramic Wall-Flow Diesel Particulate Filter. *Fortschrittsberichte der Deutschen Keramischen Gesellschaft*, vol. 7, no. 2, p. 57-69.
- [Gulati 1992] Gulati, S. T., Lambert, D. W., Hoffman, M. B. et al. 1992, Thermal Durability of a Ceramic Wall-Flow Diesel Filter for Light Duty Vehicles. *SAE Technical Papers*, no. 920143.
- [Gulati 2003] Gulati, S. T., Widjaja, S., Hampton, L. E. et al. 2003, Factors Affecting Severity of Oven Shock Test for Ceramic Substrates. *SAE Technical Papers*, no. 2003-01-3074.
- [Hashin 1962] Hashin, Z., Shtrikman, S. 1962, A variational approach to the theory of the effective magnetic permeability of multiphase materials. *Journal of Applied Physics*, vol. 33, no. 10, p. 3125-3131.
- [Hasselman 1970] Hasselman, D. P. H. 1970, Thermal Stress Resistance Parameters For Brittle Refractory Ceramics: A Compendium. *American Ceramic Society Bulletin*, vol. 49, no. 12, p. 1033-1037.
- [Howitt 1981] Howitt, J. S., Montierth, M. R. 1981, Cellular Ceramic Diesel Particulate Filter. *SAE Technical Papers*, no. 810114.
- [Huet 1990] Huet, C. 1990, Application of variational concepts to size effects in elastic heterogeneous bodies. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 38, p. 813-841.

- [Hüthwohl 1987] Hüthwohl, G., Pischinger, F., Lepperhoff, G. 1987, Self-Supporting Regeneration of Diesel Particulate Traps. *SAE Technical Papers*, no. 870017.
- [Jeulin 2001] Jeulin, D. 2001, Caractérisation morphologique et modèles de structures aléatoires. In Bornert, M., Bretheau, T., Gilormini, P. *Homogénéisation en mécanique des matériaux 1 : matériaux aléatoires élastiques et milieux périodiques*. Paris : Hermès science publications, p. 95-132.
- [JOUE 2007] Journal officiel de l'Union européenne [en ligne]. L171, 29 juin 2007, p. 1-16.
Disponible sur : <<http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2007:171:0001:01:FR:PDF>> (consulté le 01.09.2011)
- [Kanit 2003] Kanit, T., Forest, S., Galliet, I., & al. 2003, Determination of the size of the Representative Volume Element for random composites: statistical and numerical approach. *International Journal of Solids and Structures*, vol. 40, p. 3647-3679.
- [Kingery 1955] Kingery, W. D. 1955 Factors Affecting Thermal Stress Resistance of Ceramic Materials. *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 38, no. 1, p. 3-15.
- [Kittelson 1998] Kittelson, D. B. 1998, Engines and Nanoparticules: A Review. *Journal of Aerosol Science*, vol. 29, no. 5-6, p.575-588.
- [Lachman 1981] Lachman, I. M., Bagley, R. D., Lewis, R. M. 1981, Thermal Expansion of Extruded Cordierite Ceramics. *American Ceramic Society Bulletin*, vol. 60, no. 2, p. 202-205.
- [Landauer 1952] Landauer, R. 1952, The Electrical Resistance of Binary Metallic Mixtures. *Journal of Applied Physics*, vol. 23, no. 7, p. 779-784.
- [Lucchini 1995] Lucchini, E., Maschio, S. 1995, Thermal shock resistance of cordieritic filter for diesel engines. *Materials Science and Technology*, vol. 11, no. 6, p. 605-610.
- [Marchio 2008] Marchio, D., Reboux, P., *Introduction aux transferts thermiques*. Paris : Les Presses de l'Ecole des Mines, 2008, p. 210.
- [Matheron 1967] Matheron, G. *Éléments pour une théorie des milieux poreux*. Paris : Masson, 1967, p. 168.
- [Mizuno 1987] Mizuno, H., Kitagawa, J., Hijikata, T. 1987, Effect of cell structure on regeneration failure of ceramic honeycomb diesel particulate filter. *SAE transactions*, vol. 96, no. 5, p. 242-248.
- [Neeft 1996] Neeft, J. P. A., Makkee, M., Moulijn, J. A. 1996, Diesel particulate emission control. *Fuel Processing Technology*, vol. 47, no. 1, p. 1-69.

- [Ogyu 2004] Ogyu, K., Ohno, K., Hong, S. et al. 2004, Ash storage capacity enhancement of diesel particulate filter. *SAE transactions*, vol. 113, no. 4, p. 466-473.
- [Ohno 2003] Ohno, K., Shimato, K., Tsuji, M., Honeycomb Filter and Ceramic Filter Assembly. Brevet no. US 6669751, déposé le 30.12.2003.
- [Ohno 2008] Ohno, K. 2008, New Technology with Porous Materials: Progress in the Development of the Diesel Vehicle Business. *Journal of the Korean Ceramic Society*, vol. 45, no. 9, p. 497-506.
- [Pattas 1987] Pattas, K. N., Samaras, Z. C., Kikidis, P. S. 1987, Operation Characteristics of the Ceramic Diesel Particulate Trap during Forced Regeneration. *SAE Technical Papers*, no. 870252.
- [Sab 1992] Sab, K. 1992, On the homogenization and the simulation of random materials. *European Journal of Mechanics, A/Solids*, vol. 11, no. 5, pp. 585-607.
- [Salvat 2000] Salvat, O., Marez, P., Belot, G. 2000, Passenger Car Serial Application of a Particulate Filter System on a Common Rail Direct Injection Diesel Engine. *SAE Transactions*, vol. 109, no. 4, p. 227-239.
- [Sato 2004] Sato, H., Ogyu, K., Yamayose, K. et al. 2004, Soot mass limit analysis of SiC DPF. *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, vol. 25, no. 3, p. 431-436.
- [Scheer 2005] Scheer, F., Kirchner, U., Casati, R. et al. 2005, Composition of Semi-volatile Particles from Diesel Exhaust. *SAE Technical Papers*, no. 2005-01-0197.
- [Scheffler 2005] Scheffler, M., Colombo, P., *Cellular Ceramics: Structure, Manufacturing, Properties and Applications*. Weinheim : Wiley, 2005. p. 645.
- [Sehlstedt 2007] Sehlstedt, M., Forsberg, B., Westerholm, R. et al., *The role of particle size and chemical composition for health risks of exposure to traffic related aerosols: a review of the current literature* [en ligne]. 071212. Borlänge (Suède) : Vägverket (Swedish Road Administration), 2007. p. 85. Disponible sur : <http://www20.vv.se/fud-resultat/Publikationer_000301_000400/Publikation_000310/EMFO_litteraturstudie_Trafikrelaterade_partiklar_och_halsoeffekter_Final_report_071212.pdf> (consulté le 01.09.2011)
- [Smith 2005] Smith, R. S., O'Connell, M. D. 2005, Interpolation and gridding of aliased geophysical data using constrained anisotropic diffusion to enhance trends. *Geophysics*, vol. 70, no. 5, p. 121-127.
- [Snead 2007] Snead, L.L., Nozawa, T., Katoh, Y. et al., Handbook of SiC properties for fuel performance modeling. *Journal of Nuclear Materials*, vol. 371, no. 1-3, p.329-377.

[Stratakis 2004] Stratakis, G. A. 2004, *Experimental investigation of catalytic soot oxidation and pressure drop characteristics in wall-flow diesel particulate filters*. Thèse de doctorat: Génie Mécanique: Université Aristote de Thessalonique, p. 165.

[van Setten 2001] van Setten, B. A. A. L., Makkee, M., Moulijn, J. A. 2001, Science and Technology of Catalytic Diesel Particulate Filters, *Catalysis Reviews*, vol. 43, no. 4, p. 489-564.

[WinEmod 2003] WinEmod Instruction Manual Version 2.04, J.W. Lemmens N.V., <http://www.grindosonic.com/>.

Etude de l'endommagement de structures céramiques « nids d'abeilles » sous sollicitations thermomécaniques : application à la régénération des filtres à particules

RESUME : Les filtres à particules (FAP) utilisés dans les véhicules de PSA Peugeot-Citroën sont constitués d'un assemblage de modules (dits segments) de nids d'abeilles en carbure de silicium. Ces structures sont soumises à de forts gradients thermiques lors de la phase de régénération (décolmatage) par combustion des suies. En fonction de la sévérité de la régénération, les filtres sont susceptibles de présenter un endommagement mécanique qui se manifeste sous la forme de fissures, pouvant compromettre, dans certains cas extrêmes, l'efficacité de la filtration. Ce travail a eu pour but principal de développer des modélisations thermomécaniques, expérimentales et numériques, du phénomène de régénération. Les propriétés thermomécaniques des structures cellulaires constituant les FAP ont été caractérisées expérimentalement et un matériau anisotrope homogène équivalent aux nids d'abeilles a été défini, en vue de la réalisation de calculs par éléments finis. L'analyse des nombreuses mesures de températures réalisées lors d'essais de régénération sévère sur banc moteur a permis d'identifier l'évolution temporelle du champ thermique provoquée par la combustion des suies. Les instants d'apparition des fissures ont été déterminés par émission acoustique. Les lieux et les moments de fissuration ont pu être associés à la présence locale de forts gradients thermiques. Un banc d'essai simplifié à chauffage par effet Joule a été conçu dans le but de reproduire sur un segment isolé les chargements thermiques rencontrés lors des essais sur banc moteur. A partir des mesures de températures réalisées, les champs thermiques ont été reconstitués et les champs de contraintes associés calculés par éléments finis. La corrélation de ces champs avec les lieux et les instants de fissuration relevés expérimentalement a permis de proposer un critère simple d'amorçage des fissures, extrapolable aux essais sévères sur banc moteur.

Mots clés : filtre à particules, régénération, nid d'abeilles, céramique, thermomécanique, fissuration, gradients thermiques, éléments finis, émission acoustique

Study of thermomechanical loadings-induced damage in ceramic honeycomb structures: application to diesel particulate filters regeneration

ABSTRACT: Diesel Particulate Filters (DPF) used in PSA Peugeot-Citroën vehicles consist in assembled silicon carbide honeycomb segments. These structures undergo strong thermal gradients during the regeneration (cleaning) phase, which consists in burning accumulated soot in the DPF. Mechanical damage, under the form of cracks, can appear for heavy loaded DPF. In the worst cases, the efficiency of the filtration can be affected by this cracking. This work mainly aimed to provide thermomechanical modelings of the regeneration phase, both numerically and experimentally. The thermomechanical properties of the honeycomb structure have been determined by experiments and an orthotropic equivalent homogeneous material, representative of the cellular structure, has been defined to perform finite element simulations. An analysis of the numerous temperature measurements carried out in engine test bench allowed the evolution versus time of the thermal gradients due to soot combustion to be determined. Instants of cracks initiations have been identified by acoustic emission. Locations and moments of cracking have been associated to strong, local thermal gradients. A simplified test bench based on resistive heating has been designed to reproduce on single DPF segments the thermal gradients encountered in engine test bench. From measured temperatures, the thermal fields have been built and further used to calculate the stress field in honeycombs, using finite elements calculations. The correlation of these stress fields with the locations and the instants of cracking allowed a simple criterion of crack initiation to be proposed. This criterion has been extrapolated to engine bench tests.

Keywords: diesel particulate filter, regeneration, honeycomb, ceramic, thermomechanics, cracking, finite element, acoustic emission