



HAL
open science

Etude du comportement thermo-mécanique et de l'endommagement d'un matériau énergétique granulaire par méthodes de Fourier

Jean-Baptiste Gasnier

► **To cite this version:**

Jean-Baptiste Gasnier. Etude du comportement thermo-mécanique et de l'endommagement d'un matériau énergétique granulaire par méthodes de Fourier. Matériaux. Université Paris sciences et lettres, 2017. Français. NNT : 2017PSLEM051 . tel-01843398

HAL Id: tel-01843398

<https://pastel.hal.science/tel-01843398v1>

Submitted on 18 Jul 2018

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.

THÈSE DE DOCTORAT

de l'Université de recherche Paris Sciences et Lettres
PSL Research University

Préparée à MINES ParisTech

Etude du comportement thermo-mécanique et de l'endommagement
d'un matériau énergétique granulaire par méthodes de Fourier

École doctorale n°432

SCIENCES ET MÉTIERS DE L'INGÉNIEUR

Spécialité MORPHOLOGIE MATHÉMATIQUE

COMPOSITION DU JURY :

Mme Carole NADOT-MARTIN
Rapporteuse

M. Djimédo KONDO
Rapporteur

M. Pierre GILORMINI
Examineur

M. Luc DORMIEUX
Examineur

Mme Hélène WELEMANE
Examinatrice

M. François WILLOT
Examineur

M. Hervé TRUMEL
Examineur

M. Jesus ANGULO
Examineur

Soutenue par **J.-B. GASNIER**
le 27 septembre 2017

Dirigée par **J. Angulo**



Table des matières

Table des matières	1
1 Introduction	5
2 Matériau et données expérimentales	9
2.1 Le matériau	9
2.2 Comportement mécanique	12
2.2.1 Introduction	12
2.2.2 Compression simple cyclique	14
2.2.3 Compression triaxiale cyclique	15
2.2.4 Compression hydrostatique cyclique	15
2.3 Comportement thermique	18
2.3.1 Dilatation thermique cyclique à chaud	19
2.3.2 Dilatation thermique cyclique à froid	21
2.3.3 Dilatation thermique en-deçà de la transition vitreuse	24
3 Choix d'une méthodologie	27
3.1 Analyse bibliographique du comportement des explosifs comprimés	27
3.2 Choix de l'outil de simulation	29
3.3 Le monocristal de TATB	31
3.3.1 Structure cristalline	31
3.3.2 Tenseur d'élasticité	31
3.3.3 Dilatation thermique	33
3.3.4 Bilan sur le comportement du monocristal de TATB	35
3.4 Comportement du liant	36
3.4.1 Comportement thermoélastique	36
3.4.2 Comportement thermo-viscoplastique	36
3.5 Méthodologie d'étude	37
4 Caractérisation et modélisation morphologique de la microstructure	41
4.1 Morphologie mathématique	41
4.1.1 Notion d'image	42
4.1.2 Opérateurs de base de la morphologie mathématique	42
4.1.2.1 Élément structurant, translaté et symétrique	43

4.1.2.2	Addition et soustraction de Minkowski	43
4.1.2.3	Filtres morphologiques	44
4.1.3	Mesures morphologiques	46
4.1.3.1	Granulométrie par ouverture	46
4.1.3.2	Moments d'inertie et histogramme d'excentricité	47
4.2	Modélisation de la microstructure du matériau étudié	47
4.2.1	Modélisation d'un microstructure par une partition aléatoire	48
4.2.1.1	Cas des aciers et autres matériaux granulaires	48
4.2.1.2	Cas du matériau étudié	50
4.2.2	Modèle de Johnson-Mehl à croissance anisotrope	51
4.2.2.1	Définition des modèles classiques de germination-croissance	51
4.2.2.2	Modification du modèle de Johnson-Mehl	53
4.2.2.3	Identification des paramètres	55
4.2.2.4	Discussion, conclusions et perspectives	58
5	Etude micromécanique du polycristal parfait	65
5.1	Le problème d'homogénéisation	66
5.1.1	Formulation périodique en thermoélasticité	66
5.1.2	Comportement thermoélastique local	67
5.2	Tenseurs effectifs	67
5.2.1	Tenseur d'élasticité effectif	67
5.2.2	L'approximation isotrope	69
5.2.3	Tenseur et coefficient de dilatation effectifs	69
5.2.4	Résultats	69
5.3	Représentativité	70
5.4	Comparaison avec les bornes existantes	72
5.5	Etude des champs locaux	74
5.5.1	Histogrammes et cartes de champs	74
5.6	Comparaison avec le modèle auto-cohérent standard	82
5.6.1	Modules effectifs dans l'approximation hexagonale	82
5.6.2	Étude des champs locaux dans le cas triclinique	83
5.7	Conclusions	93
6	Microstructure et comportement élastique effectif	95
6.1	Rôle de la porosité	95
6.1.1	Morphologie	95
6.1.2	Méthodologie	96
6.1.3	Résultats et conclusions	99
6.2	Rôle du liant	99
6.2.1	Modèle d'interface imparfaite	100
6.2.2	Microstructures associées	101
6.2.3	Modules effectifs	103
6.2.4	Incursion du côté de la plasticité du liant	104
6.2.4.1	Microstructure et comportement des constituants	104

6.2.4.2	Réponse effective en cisaillement simple	104
6.2.4.3	Cartes de plastification	105
6.2.4.4	Histogrammes dans le liant	105
6.3	Une première conclusion	106
7	Rôle de la microfissuration	113
7.1	Préambule	113
7.2	Matériaux fissurés et homogénéisation : état de l'art	114
7.3	Milieux fissurés et méthodes FFT	116
7.3.1	Facteur d'intensité des contraintes en mode I	116
7.3.2	Comparaison FFT-éléments finis	117
7.3.3	Influence de la discrétisation	121
7.3.4	Cas de populations de fissures parallèles	127
7.4	Etude du polycristal microfissuré	128
7.4.1	Homogénéisation d'un polycristal fissuré en thermoélasticité . . .	130
7.4.1.1	Modèles auto-cohérents et bornes analytiques	130
7.4.1.2	Estimation auto-cohérente pour un polycristal fissuré	133
7.4.2	Microstructures et génération des microfissures	137
7.4.2.1	Cas intergranulaire	137
7.4.2.2	Cas transgranulaire	137
7.4.2.3	Cas biphasique	138
7.4.3	Incertitude sur les modules effectifs	139
7.4.4	Méthode de détermination des modules élastiques effectifs	143
7.4.5	Résultats : FFT vs méthodes analytiques	144
7.4.6	Influence de l'anisotropie du monocristal	147
7.4.7	Discussion	148
7.5	Conclusions	150
8	Microstructure et comportement thermique effectif	151
8.1	Liant, porosité et fissuration aléatoire	152
8.1.1	Porosité et liant	152
8.1.2	Microfissures inter- et transgranulaires	152
8.1.2.1	Modèles auto-cohérents et bornes sur les propriétés ther- miques	153
8.1.2.2	Résultats FFT	155
8.1.2.3	Conclusions sur le matériau à l'état initial	156
8.2	Microfissures corrélées aux orientations cristallographiques	157
8.2.1	Modèles de fissures transgranulaires	157
8.2.1.1	Génération des microstructures	158
8.2.1.2	Modèle auto-cohérent pour le cas « plan faible »	158
8.2.1.3	Modules élastiques	159
8.2.2	Modèles de microfissures intergranulaires corrélées	164
8.2.2.1	Génération des microstructures	164
8.2.2.2	Résultats de simulation	167

8.3	Distributions des champs locaux dans un polycristal microfissuré	168
8.4	Conclusion	172
9	Conclusion	181
9.1	Bilan	181
9.2	Perspectives	185
9.2.1	Du côté expérimental	185
9.2.2	Du côté de l'investigation numérique	186
A	Propriétés thermiques d'un milieu poreux contenant du liant	189
	Bibliographie	193

Chapitre 1

Introduction

CETTE THÈSE s'est déroulée dans le cadre d'une étroite collaboration entre le Centre du Ripault du Commissariat à l'Energie Atomique et le Centre de Morphologie Mathématique de l'Ecole des Mines de Paris. Elle constitue le premier pas d'une démarche de compréhension intime du comportement thermomécanique d'un explosif dont le constituant principal, le 1,3,5-triamino-2,4,6-trinitrobenzène (TATB), est fortement anisotrope. Plus précisément, il s'agit d'établir des liens entre les propriétés macroscopiques et les mécanismes physiques de déformation et de dilatation thermique de ce matériau.

La fonction primordiale d'un explosif est de détoner. Cependant, la détonation ne constitue que l'étape ultime d'un cycle de vie au cours duquel l'explosif est soumis à diverses sollicitations mécaniques et thermiques, de service ou accidentelles, susceptibles de modifier ses propriétés. Il est donc primordial de bien connaître son comportement thermomécanique. Le matériau étudié dans cette thèse est doté d'un comportement particulièrement complexe, qui fait intervenir de nombreux mécanismes de déformation et de dilatation thermique dont la superposition brouille l'interprétation. En particulier, outre un comportement quasi-fragile qui permet de qualifier ce matériau de « béton organique », il présente de fortes irréversibilités de dilatation thermique, dont la partie haute température est connue de la communauté internationale sous le terme de « ratchet growth », qui se traduit par l'apparition d'une porosité non négligeable.

Le point de vue utilisé ici est celui de l'homogénéisation en champs complets et, dans une moindre mesure, en champs moyens. Comme toujours, il se heurte à la méconnaissance partielle de la microstructure du matériau et du comportement de ses constituants. De ce fait, on adopte une démarche heuristique, qui consiste à utiliser la technique d'homogénéisation en champs complets pour tester diverses hypothèses microstructurales et comportementales, et à les valider ou les invalider en confrontant les résultats avec l'expérience. Dans le cadre de cette thèse, seules les propriétés macroscopiques font l'objet de cette confrontation.

En tant que première étape de la démarche, la présente thèse suit un schéma mé-

thodologique basé sur l'emploi de microstructures virtuelles générées artificiellement, et d'un code de simulation par technique de Fourier, peu gourmand en ressources informatiques et ne nécessitant pas de maillage. La microstructure du matériau considéré étant celle d'un polycristal jointoyé par une faible fraction volumique d'un « liant » polymérique, la première étape consiste à réduire le matériau à un polycristal parfait de TATB, dont les grains sont homogènes et les joints infiniment solides, de façon à ne conserver que l'anisotropie cristalline du TATB, jugée a priori comme le premier des mécanismes élémentaires à étudier, en se limitant au comportement thermoélastique linéaire pour le TATB. A partir de cette « brique de base », on relâche progressivement ces hypothèses drastiques, de façon à comprendre pas à pas le comportement du matériau.

Ce mémoire présente l'ensemble des résultats obtenus en suivant la décomposition suivante. Le chapitre 2 s'attache à décrire l'ensemble des données disponibles sur la microstructure et le comportement macroscopique du matériau étudié. Ce chapitre permet de poser le cadre de la thèse, aussi bien en termes de questions posées qu'en termes d'éléments de réponses et d'hypothèses envisagées.

Le chapitre 3 choisit la méthodologie de l'étude. Il propose une revue bibliographique des travaux de la communauté internationale sur les explosifs au TATB, et en particulier sur le phénomène de « ratchet growth », présente l'outil de modélisation numérique retenu et les données d'entrée, c'est-à-dire le comportement des constituants (TATB et liant), et se termine en détaillant la méthodologie esquissée ci-dessus.

Le chapitre 4 s'attache à l'étude et la description morphologique de la microstructure du matériau considéré, puis détaille les choix retenus pour sa représentation de base, le polycristal parfait, par des modèles basés sur la partition aléatoire de l'espace, et se termine en décrivant la procédure d'identification de ces modèles à partir d'outils de morphologie mathématique.

Le chapitre 5 propose d'étudier la réponse thermomécanique de ces premières microstructures polycristallines. Les prédictions numériques y sont comparées avec différentes bornes analytiques ainsi que deux méthodes d'homogénéisation auto-cohérentes. On montre que les propriétés élastiques effectives du polycristal parfait surestiment largement celles du matériau réel, mais que les propriétés effectives de dilatation thermique sont approchées de façon satisfaisante. Les simulations sont ensuite comparées à celles d'un modèle auto-cohérent, et portent sur les propriétés thermoélastiques homogénéisées aussi bien que sur les champs locaux.

Le chapitre 6 s'attache à enrichir le polycristal parfait, en examinant successivement les effets adoucissants de la porosité puis du liant. Compte tenu du déficit de connaissances, on suppose que le liant constitue une matrice continue autour des grains. Compte tenu de sa faible fraction volumique, son épaisseur est très faible, et il est nécessaire de mettre en œuvre la théorie des interfaces imparfaites. Le chapitre se termine par la démonstration du faible effet du liant, et de la nécessité d'invoquer un mécanisme d'adoucissement plus efficace, en l'espèce la microfissuration.

La validation de ce scénario d'endommagement se fait dans le chapitre 7, dans lequel on étudie le rôle de la microfissuration sur la réponse élastique du milieu. L'emploi de la méthode de Fourier est d'abord validé dans le cas d'une fissure unique par comparaison avec une solution analytique et avec un ensemble de solutions obtenues par éléments finis, puis dans le cas multifissuré par comparaison avec des modèles auto-cohérents. On superpose ensuite des champs de microfissures inter- et transgranulaires d'orientations aléatoires à la microstructure polycristalline étudiée précédemment. On montre qu'il est possible de déterminer une densité de microfissures permettant de rendre compte des propriétés élastiques réelles du matériau, mais seulement dans le cas intergranulaire, ce qui donne une indication forte sur l'état initial du matériau.

Le chapitre 8 transpose ces résultats aux chargements thermiques. On montre que des champs de microfissures orientées aléatoirement n'ont qu'un effet négligeable sur les propriétés de dilatation thermique du matériau. On examine alors le cas où l'orientation de microfissures trans- puis intergranulaires est corrélée avec l'orientation cristallographique des grains. On montre dans ce cas que les propriétés de dilatation thermique en sont largement affectées, ce qui permet d'interpréter un certain nombre d'observations expérimentales non comprises jusqu'ici.

Le mémoire se termine par un bilan de l'avancée des connaissances, et un certain nombre de pistes de réflexion aussi bien numériques qu'expérimentales.

Chapitre 2

Matériau et données expérimentales

2.1 Le matériau

LA FONCTION PRINCIPALE d'un matériau énergétique solide est de libérer de grandes quantités de gaz chauds, soit progressivement par combustion, pour les propergols solides pour fusées, soit quasi-instantanément par détonation, pour les explosifs. Selon leur emploi et leur environnement, ils doivent également remplir des fonctions additionnelles qui conditionnent leur composition et leur mode de fabrication. Le matériau considéré dans cette thèse est un explosif cherchant le meilleur compromis possible entre trois fonctions, la puissance, la sécurité et la tenue mécanique. Les deux premières fonctions sont obtenues par l'emploi du 1,3,5-triamino-2,4,6-trinitrobenzène (TATB), molécule explosive puissante mais de très grande stabilité thermique. Le compromis entre la puissance et la tenue mécanique est obtenue par adjonction d'une très faible quantité (environ 4,5 % en volume) d'un polymère amorphe jouant le rôle de liant entre les cristaux explosifs.

Compte tenu de la très faible fraction volumique de liant, la fabrication par malaxage sous vide, coulée et cuisson, bien adaptée aux propergols solides, n'est pas envisageable ici. C'est pourquoi la fabrication se fait en deux étapes. Le constituant de départ, la poudre de TATB, est d'abord enrobé par le liant en phase liquide. Durant le même processus, la poudre enrobée est granulée en « billes » millimétriques fortement poreuses. Après séchage, le granulé subit ensuite un pressage isostatique sous vide en bain d'huile, à forte pression et température modérée. Le matériau résultant est un solide jaune, faiblement poreux (2,5 % environ), de bonne tenue mécanique, facile à usiner par les méthodes classiques.

Il est également facile à polir par les méthodes conventionnelles de métallographie. La figure 2.1 donne une idée de sa microstructure à faible grandissement en microscopie optique en réflexion, et en lumière polarisée. Le matériau apparaît comme un polycristal dont les joints de grains ne sont pas toujours faciles à repérer.

Les grains, d'un diamètre moyen de l'ordre de 40 μm , contiennent des amas de

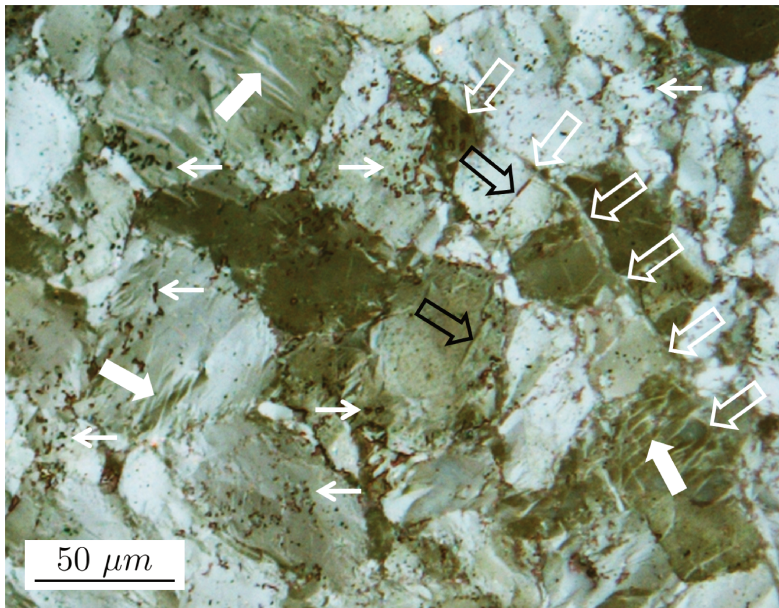


FIGURE 2.1 – Micrographie obtenue en microscopie optique en réflexion et en lumière polarisée sur coupe polie. Flèches blanches fines : amas de pores, flèches blanches pleines : macles de déformation, flèches noires creuses : microfissures transgranulaires, flèches blanches creuses : joint de granulé vestigial.

points noirs (voir les petites flèches blanches) qui représentent une porosité résiduelle partiellement emplie de liant. Ils contiennent également de fines bandes matérialisées par des flèches blanches plus épaisses. Absentes de la poudre de TATB de départ, ces bandes sont interprétées comme des macles témoignant de la déformation plastique des grains de TATB durant le pressage. Quelques rares microfissures transgranulaires peuvent être observées, matérialisées par des flèches noires creuses. Le matériau retient sa forme de granulé après le pressage, comme l'illustrent les flèches blanches creuses, qui matérialisent la frontière d'un granulé vestigial.

Afin de mieux distinguer les joints de grains, on a réalisé une attaque par exposition d'une demi-heure de la section polie par un solvant du liant. La figure 2.2 illustre le résultat obtenu en microscopie électronique à balayage. Les grains de TATB contiennent de nombreux pores, ce qui vient du fait que le traitement de surface a fait disparaître le liant contenu dans les pores. Les microfissures transgranulaires sont matérialisées par des flèches blanches. On note la présence de très petits grains, souvent submicroniques, aux joints triples principalement (cercle blanc), parfois le long des joints doubles. On note que les macles ne sont pas visibles en microscopie électronique à balayage.

Le réseau de fines lignes blanches, qui matérialise les joints de grains, illustre le procédé utilisé pour segmenter les grains manuellement. La figure 2.3 présente un champ

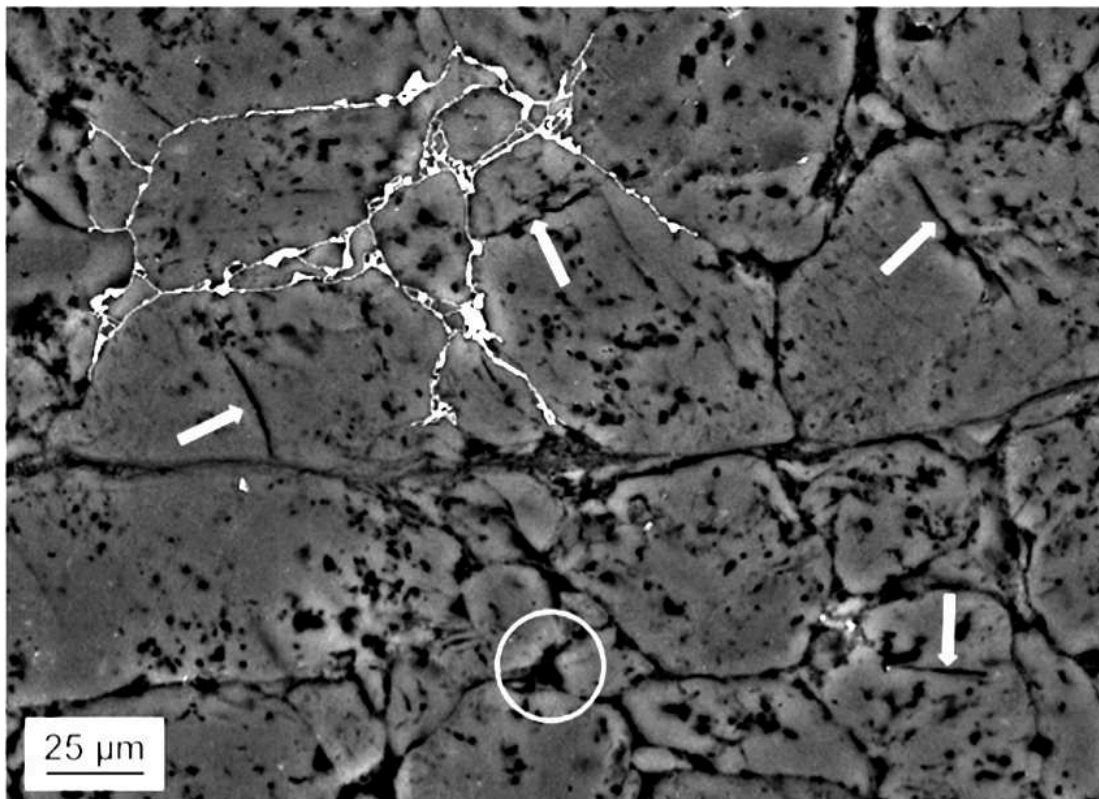


FIGURE 2.2 – Extrait d’une image MEB après traitement de surface par un solvant du liant. Flèches blanches : microfissures transgranulaires, cercle blanc : amas de très petits grains à un joint triple, réseau de lignes blanches : matérialisation des joints de grains pour segmentation manuelle.

de grande dimension segmenté de cette façon. Elle permet d’observer l’étalement granulométrique relativement important, ainsi que les formes allongées et non convexes des grains. Leur plus grande dimension est de l’ordre de 100 µm.

Afin de tenter une visualisation tridimensionnelle de la microstructure du matériau, une expérience de microtomographie a été réalisée au centre de Gramat du CEA à l’aide d’un microtomographe de laboratoire SkyScan. Cet appareil d’ancienne génération, doté d’une résolution de 1,2 µm, est autorisé à travailler sur explosif. Pour optimiser la prise de vues, un échantillon cylindrique de 1,15 mm de diamètre a été utilisé. La figure 2.4 présente une coupe orthoaxiale de l’image tridimensionnelle reconstruite. On constate que le contraste est insuffisant pour distinguer clairement le détail de la microstructure. Ceci vient d’une part de la résolution insuffisante, d’autre part du fait que tous les constituants étant organiques, la différence de coefficients d’absorption, et donc de contraste, est faible. La réalisation d’expériences futures sur synchrotron devrait améliorer considérablement la qualité de la prise de vues.

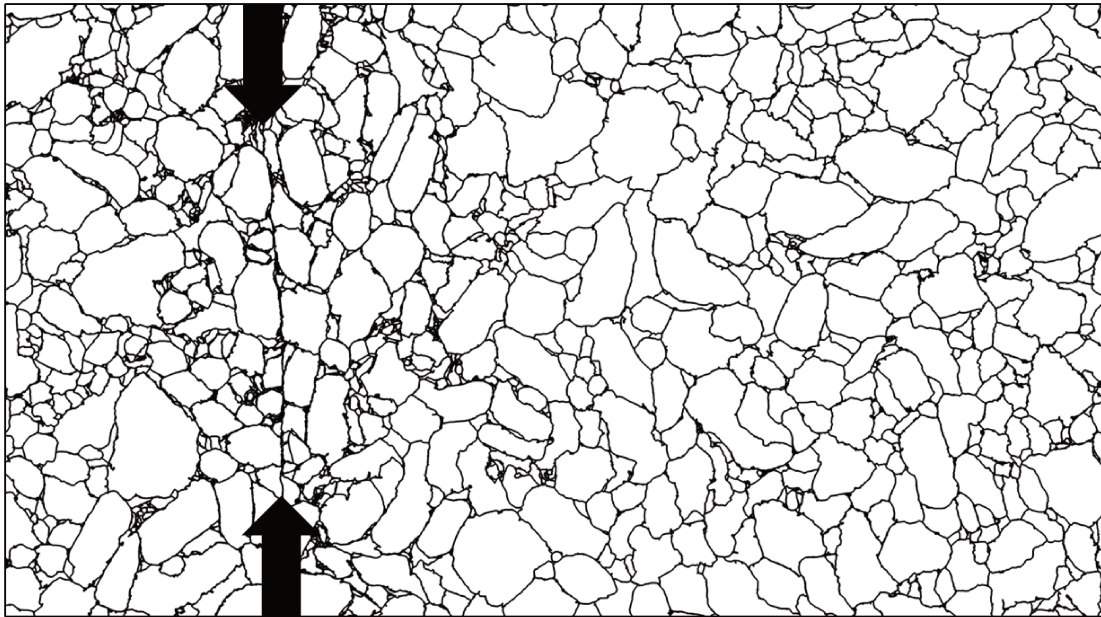


FIGURE 2.3 – Image segmentée manuellement à partir d’une mosaïque d’images MEB de grande dimension (acquisition des images et réalisation de la segmentation : P. Lambert). Flèches noires : joint de granulé vestigial.

2.2 Comportement mécanique

2.2.1 Introduction

Compte tenu de son mode de fabrication, le matériau étudié peut être considéré comme macroscopiquement isotrope dans son état initial. Son comportement mécanique quasi-statique a été caractérisé en profondeur, à l’aide d’essais de compression simple, monotones et cycliques, d’essais de traction simple, d’essais de compression triaxiale à basse et haute pression, et d’essais de compression hydrostatique cyclique.

Globalement, ce comportement est de type quasi-fragile [1, 2], proche de celui d’un béton, d’une roche tendre, ou d’une céramique à basse résistance. Sa rupture intervient pratiquement dans le domaine élastique en traction simple, tandis qu’il s’endommage progressivement en compression simple et rompt à environ 2 % de déformation longitudinale. De ce fait, il présente la différence habituelle entre traction et compression uniaxiales, avec un rapport de contraintes à rupture d’environ 5.

Le niveau de déformation à rupture augmente classiquement avec la pression de confinement (voir ci-dessous). Le matériau atteint une contrainte maximale d’environ 30 MPa pour une déformation longitudinale d’environ 1,5 % en compression simple, tandis que sous une pression de confinement de 200 MPa, il atteint une contrainte

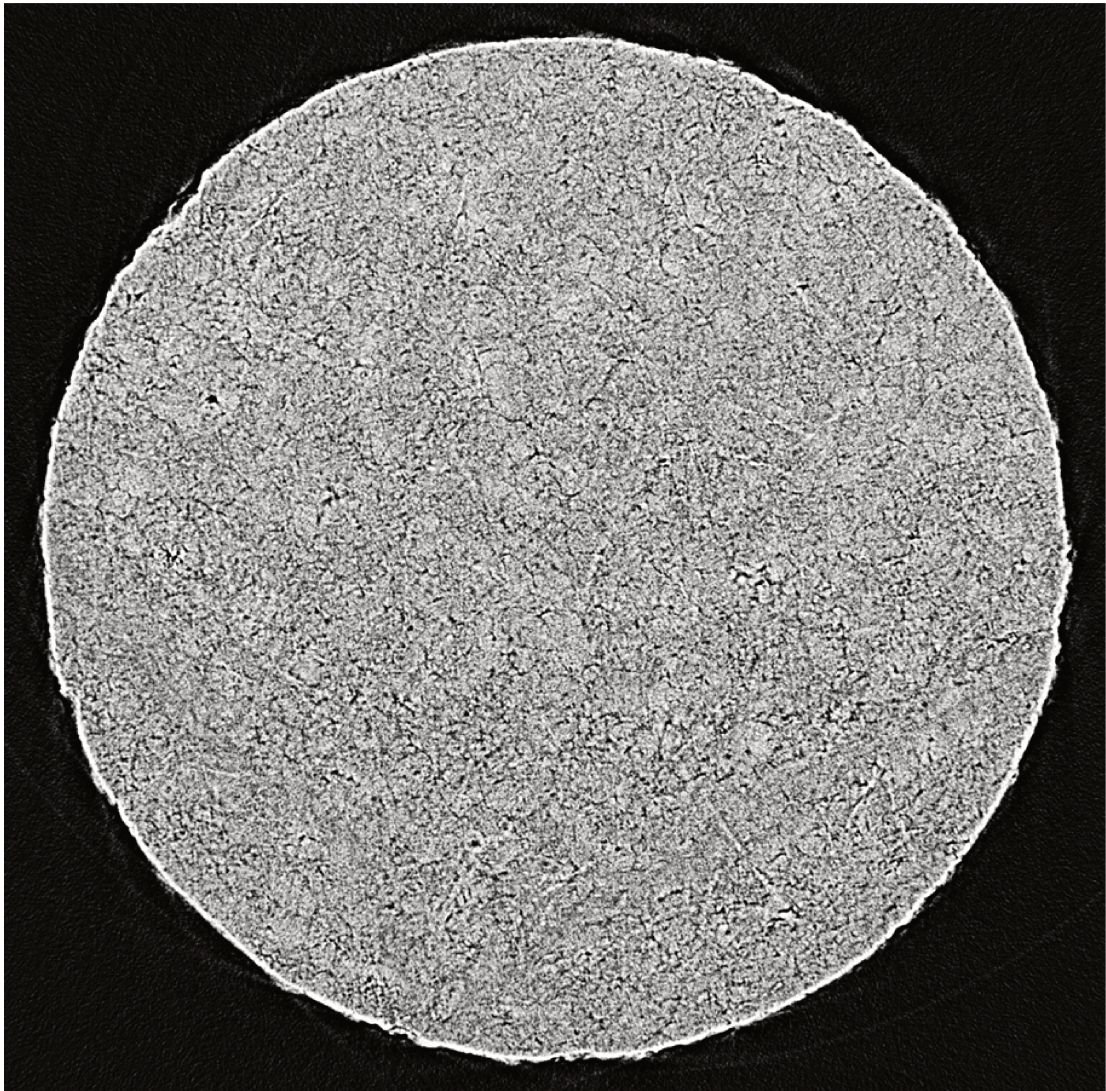


FIGURE 2.4 – Coupe orthoaxiale de l’image tridimensionnelle reconstruite par microtomographie X (expérience réalisée par P. Rey et A. Fanget).

maximale de l’ordre de 85 MPa pour une déformation longitudinale d’environ 30 %. On retrouve la transition fragile-ductile caractéristique du comportement quasi-fragile. Sa proximité avec le comportement d’un béton standard est évidente, mis à part ses modules élastiques, de l’ordre du GPa, caractéristiques d’un matériau organique.

2.2.2 Compression simple cyclique

On donne sur la figure 2.5 un exemple de courbe contrainte-déformation obtenue en compression simple quasi-statique cyclique. L'échantillon est un cylindre de 10 mm de diamètre et 20 mm de longueur, équipé de jauges extensométriques longitudinales et transversales, dont la précision de mesure est de l'ordre du pourcent. La force est mesurée par une cellule de force dont la précision de mesure est également de l'ordre du pourcent. L'essai est piloté en déformation à vitesse constante ($1,66 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) par l'une des jauges longitudinales. Pour chaque cycle, le niveau de déformation maximal est maintenu pour une phase de relaxation de 8 heures. Après décharge, la contrainte est maintenue proche de zéro pour une phase de recouvrance de 8 heures également.

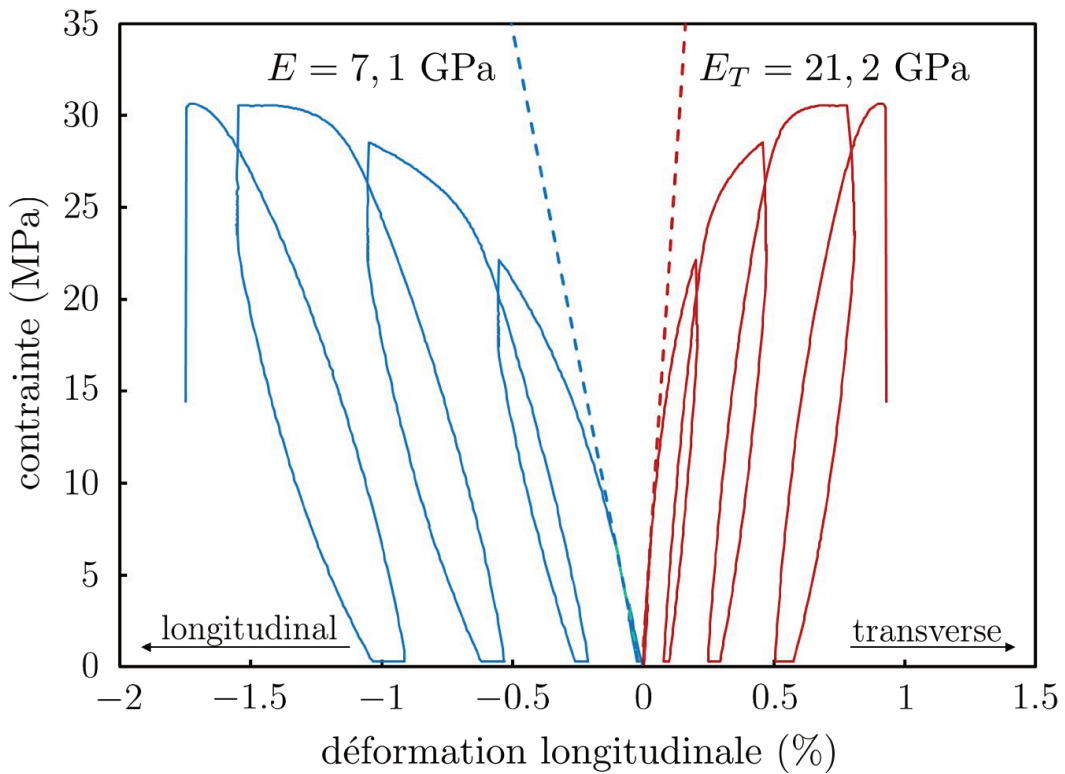


FIGURE 2.5 – Exemple de courbe contrainte-déformation obtenue en compression simple quasi-statique cyclique (essai réalisé au CEA Le Ripault par J.-L. Brigolle et D. Picart).

La figure 2.5 montre que le domaine élastique est restreint, ne s'étendant pas au-delà de 8 MPa environ. Dans ce domaine, il est possible d'extraire le module d'Young (pointillé bleu) et le module transverse (pointillé rouge), dont les valeurs sont respectivement de 7,1 et 21,2 GPa, d'où l'on déduit un coefficient de Poisson de 0,335. L'utilisation des

formules standard en élasticité linéaire isotrope permettent d'en déduire un module de compressibilité K_{XP}^* de 7,2 GPa et un module de cisaillement G_{XP}^* de 2,7 GPa.

2.2.3 Compression triaxiale cyclique

On donne sur la figure 2.6 le résultat d'un essai de compression triaxiale quasi-statique à 200 MPa de pression de confinement. L'échantillon est un cylindre de 15 mm de diamètre et 30 mm de longueur, équipé de jauges extensométriques longitudinales et transversales de type « grandes déformations », dont la précision de mesure est de l'ordre de 3 %. La force est mesurée par une cellule de force dont la précision de mesure est de l'ordre du pourcent. L'essai se compose de deux phases. La première consiste en un chargement purement hydrostatique jusqu'à la pression de confinement de consigne (ici, 200 MPa). La seconde consiste à appliquer un chargement longitudinal tout en maintenant constante la pression de confinement. Cette phase est pilotée en déplacement longitudinal à vitesse constante, pour une vitesse de déformation conventionnelle de $1,57 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. La précision de mesure n'est pas suffisante pour extraire les modules d'Young et transversal sur ce type d'essai.

On note que, sur ce type d'essai, le module d'Young ne semble pas décroître avec la déformation, contrairement au cas de la compression simple. Il est donc vraisemblable que les mécanismes de déformation sont différents de ceux de la compression simple. Cependant, les résultats disponibles ne sont ni assez nombreux ni assez détaillés pour avoir de certitude sur ce point.

2.2.4 Compression hydrostatique cyclique

On donne sur la figure 2.7 le résultat d'un essai de compression hydrostatique quasi-statique cyclique à haute pression. L'échantillon est de même géométrie que ci-dessus, et est équipé des mêmes jauges. La mesure de pression est réalisée par un capteur au manganin, dont la précision est une fois encore de l'ordre du pourcent. Les pressions maximales des cycles successifs sont de 100, 200, 300, 400, 600, 800 et 950 MPa respectivement. Les cycles sont pilotés à vitesse de pressurisation constante de $\pm 1 \text{ MPa.s}^{-1}$. Chaque fin de cycle est séparée de quelques minutes du cycle suivant, cette durée n'étant pas contrôlée.

On observe que les cycles ne sont pas fermés. Le matériau se compacte progressivement, et atteint une compaction de 1,2 % à la pression maximale de 600 MPa. Au-delà, la compaction devient négligeable. A partir de 600 MPa, la porosité a donc été réduite à 1,3 % environ. On notera également que le dernier cycle à la pression maximale de 950 MPa est pratiquement réversible.

On indique en traits pointillés sur la figure 2.7 les pentes de début de charge et de début de décharge. La première permet de mesurer le module de compressibilité à

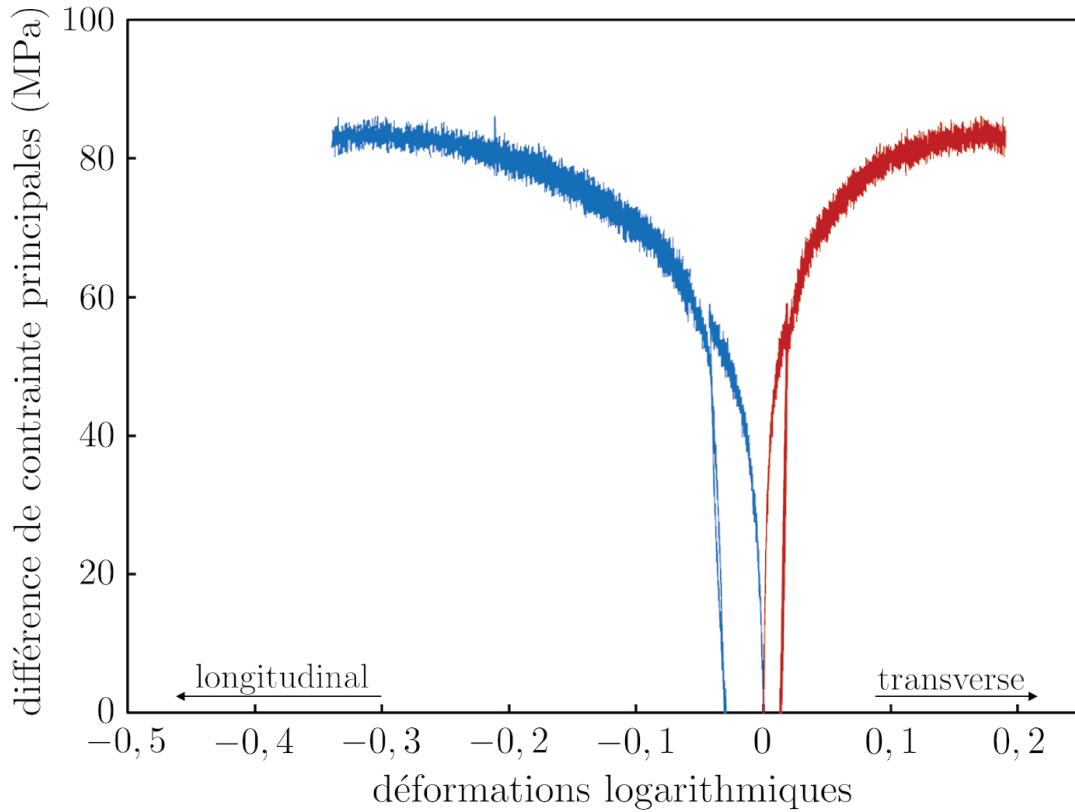


FIGURE 2.6 – Exemple de courbe contrainte-déformation obtenue en compression triaxiale quasi-statique cyclique pour une pression de confinement de 200 MPa (essai réalisé au CEA Gramat par P. Bortoluzzi).

pression ambiante pour divers degrés de compaction, tandis que la seconde permet de mesurer le module de compressibilité à haute pression, également pour divers degrés de compaction. On notera qu’au-delà de 600 MPa, les pentes de début de décharge mesurent la dépendance du module de compressibilité à la seule pression, puisque la compaction n’évolue plus. Le résultat de ces mesures est donné sur la figure 2.8

La figure 2.9 montre tout d’abord que le module de compressibilité mesuré à pression ambiante est indépendant de la porosité, au moins en première approximation. La moyenne de ces mesures est de 7,3 GPa, très proche de la valeur déduite des mesures en compression simple. On constate ensuite que le module de compressibilité mesuré sous pression dépend d’abord fortement de la porosité, puis tend à partir de 600 MPa vers une asymptote oblique, d’équation :

$$K(P) = K_0 + kP \tag{2.1}$$

avec $K_0 = 14,5$ GPa et $k = 5$. Au-delà de 600 MPa, le matériau suit donc une loi de

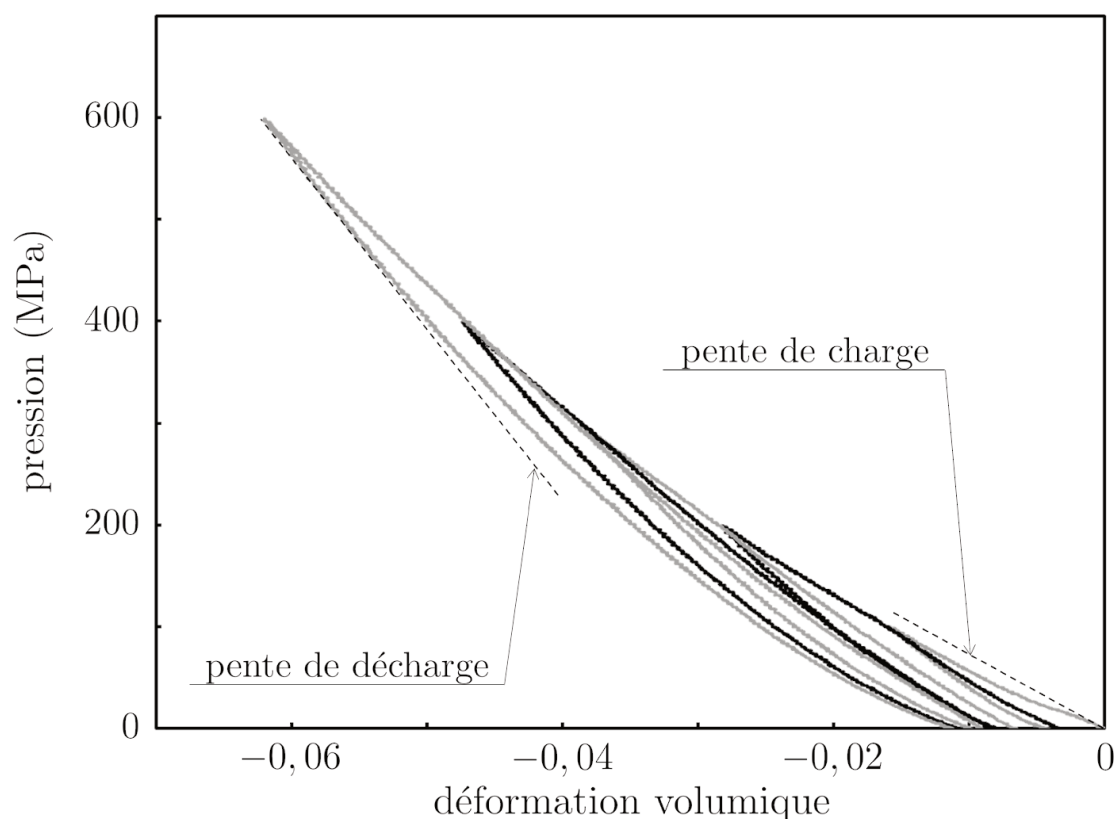


FIGURE 2.7 – Résultat de l'essai de compression hydrostatique quasi-statique cyclique. Pour une meilleure lisibilité, les cycles à plus haute pression ont été omis.

Murnaghan [3] classique. L'extrapolation de la droite d'équation 2.1 donne donc une estimation du module de compressibilité du matériau à 4,5 % de liant et 1,3 % de porosité à pression ambiante, soit environ 14,5 GPa.

La figure 2.9 compare la décharge du dernier cycle de la figure 2.7 et la courbe d'équation 2.1. Il apparaît clairement que les deux courbes coïncident à une excellente approximation près au-dessus de 600 MPa environ. Au-dessous de cette valeur, en revanche, la courbe de décharge s'incurve nettement, et le module de compressibilité rejoint sa valeur initiale. Ce phénomène s'interprète comme la conséquence de l'ouverture progressive de surfaces internes de contact (des microfissures) à mesure que la pression diminue.

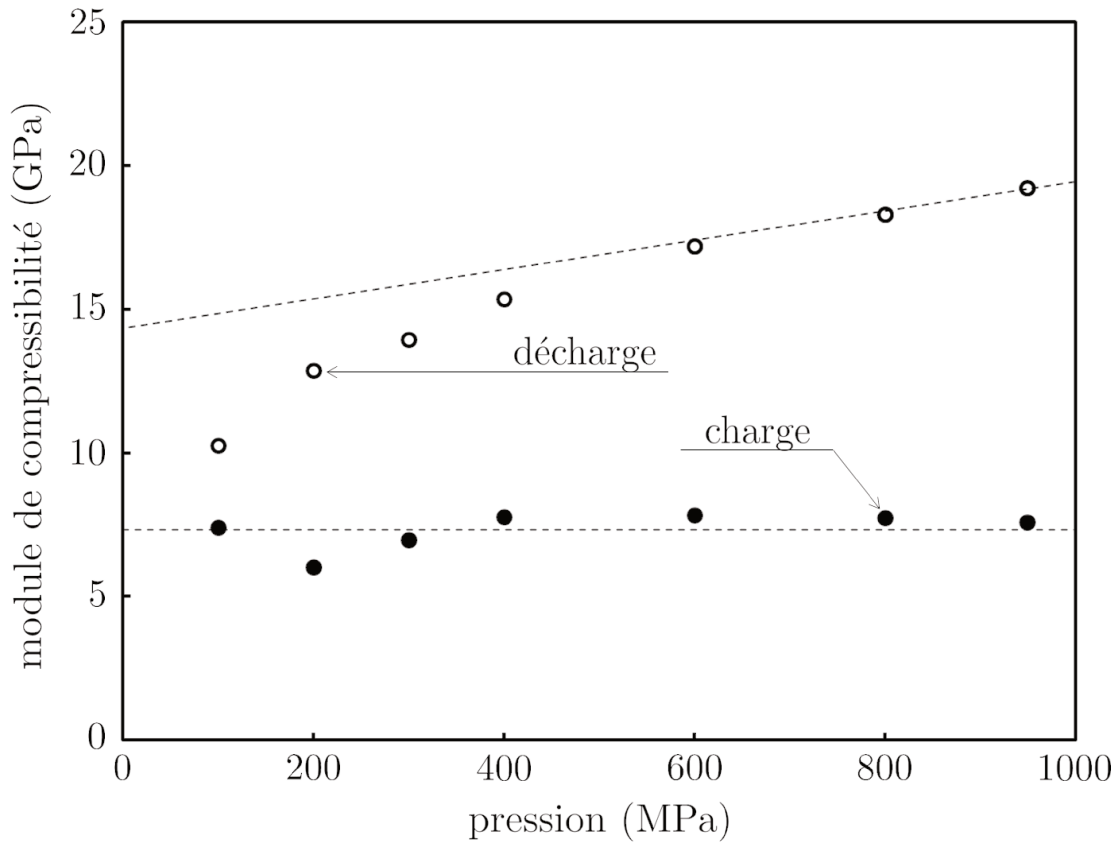


FIGURE 2.8 – Modules de compressibilité mesurés en début de charge et en début de décharge de chaque cycle de compression hydrostatique.

2.3 Comportement thermique

Compte tenu de la présence de liant polymérique au sein de l'explosif, il est à prévoir que le comportement thermique du matériau dépende fortement de la température, et notamment de l'écart à la transition vitreuse du liant (100°C environ). C'est pourquoi deux expériences distinctes ont été réalisées, l'une à chaud franchissant la transition vitreuse, l'autre à froid, loin de cette transition.

Ces expériences ont été réalisées sur un dilatomètre horizontal Adamel-lhomargy DI-21, sur des échantillons parallélépipédiques 5 x 5 x 50 mm³, à la vitesse de $\pm 10^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$. A chaque minimum ou maximum de température, un délai de 20 minutes a été observé pour permettre à l'échantillon d'atteindre l'équilibre thermique.

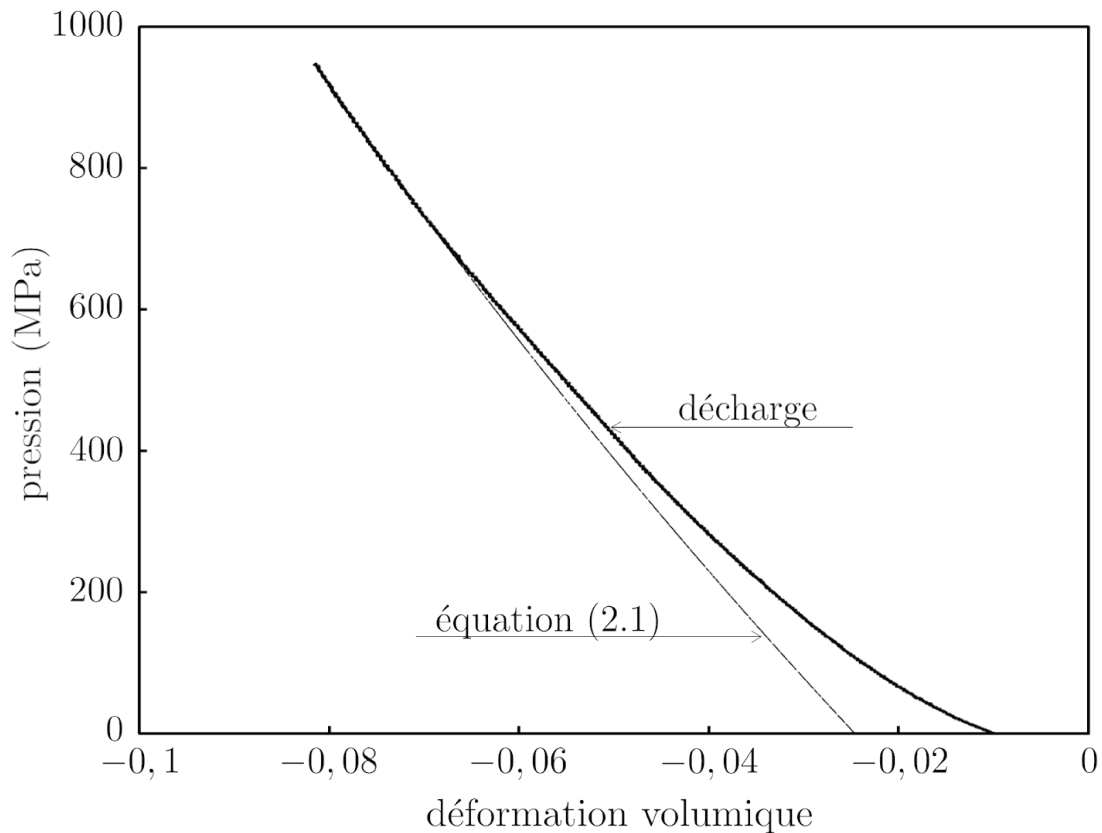


FIGURE 2.9 – Comparaison entre la courbe de décharge du dernier cycle de compression hydrostatique et l'équation 2.1.

2.3.1 Dilatation thermique cyclique à chaud

La figure 2.10 présente le résultat de la première expérience, lors de laquelle l'échantillon subit deux cycles $20 \rightarrow 140 \rightarrow 50 \rightarrow 140 \rightarrow 20^\circ\text{C}$. On distingue un total de 8 zones linéaires. Les pentes de chacune de ces phases sont reportées dans le tableau 2.1.

Pour commencer, le matériau est amené de la température ambiante jusqu'à 140°C (phases ① et ②), en franchissant la température de transition vitreuse du liant. Le premier régime linéaire est quitté assez rapidement, autour de 45°C , mais la pente de dilatation thermique n'augmente drastiquement qu'une fois la transition vitreuse dépassée, soit autour de 110°C , passant de $1,442$ à $4,644 \times 10^{-4} \text{ K}^{-1}$.

Le caractère irréversible de cette première phase de chauffe est mis en évidence par sa non-superposition avec la courbe du refroidissement suivant (phases ③ et ④), pendant lequel l'échantillon est ramené à 50°C . En revanche, les deux phases de refroidissement sont strictement superposables à un décalage vertical de $1,5 \times 10^{-3}$ près, ce qui indique

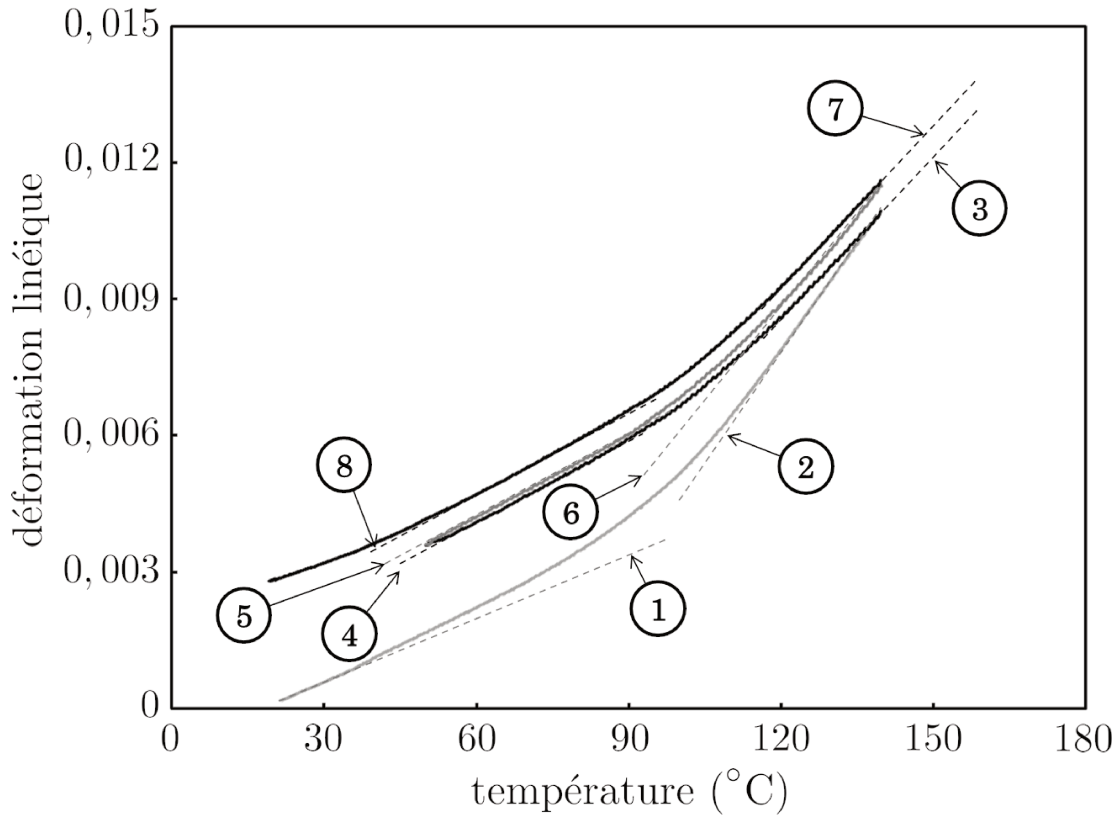


FIGURE 2.10 – Dilatation thermique cyclique à chaud (essai réalisé au CEA Le Ripault par M. Biessy).

qu'elles sont très probablement réversibles, de même que les zones ⑤ et ⑧, dont les pentes sont très proches (voir le tableau 2.1).

Il ressort de cette analyse que les zones ② et ⑥, bien que linéaires, sont irréversibles. De ce fait, leurs pentes ne représentent pas un coefficient thermodynamique de dilatation thermique, mais simplement un régime pendant lequel le taux de dilatance est constant.

Le coefficient de dilatation thermique volumique initial du matériau, correspondant à la phase ①, vaut $\alpha_{X_{P_v}}^* = 1,442 \times 10^{-4} \text{ K}^{-1}$. A la fin de l'expérience, cette valeur a augmenté de 25% et vaut désormais $1,827 \times 10^{-4} \text{ K}^{-1}$. En termes de dilatance (dilatation irréversible), le matériau a subi une augmentation de volume totale de 0,73%, se décomposant en 0,58% pour le premier cycle, et 0,15% pour le second. Ce point est cohérent avec la littérature.

On peut également remarquer que le phénomène de dilatance dépend du temps, et pas simplement de la température. Dans le cas contraire, en effet, la totalité de la dilatance se serait produite lors du premier cycle, et le second aurait alors été totalement

zone linéaire	pente ($10^{-4}K^{-1}$)	phase du cycle
1	1.442	1 ^{er} chauffage
2	4.644	1 ^{er} chauffage
3	3.490	1 ^{er} refroidissement
4	1.835	1 ^{er} refroidissement
5	1.794	2 ^e chauffage
6	3.972	2 ^e chauffage
7	3.432	2 ^e refroidissement
8	1.851	2 ^e refroidissement

TABLE 2.1 – Pentés des différentes zones linéaire sur la fig.2.10

réversible. De ce fait, la pente de la zone ② doit dépendre du temps, et doit être d'autant plus élevée que la sollicitation thermique est lente.

Afin de vérifier ce point, une seconde expérience a été réalisée pour une sollicitation thermique plus rapide. Afin de conserver l'équilibre thermique de l'échantillon durant l'expérience, l'échantillon est un cylindre de 5 mm de diamètre et de 2 mm de hauteur. L'essai est réalisé sur un dilatomètre vertical (TMA) Texas Instruments Q200, à $\pm 2,5^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ entre 0 et 190°C .

La figure 2.11 compare le résultat obtenu avec le premier cycle de la figure 2.10. On observe effectivement que la pente de la zone de dilatance de l'expérience rapide est faible que celle de l'expérience lente. On observe d'autre part une diminution de la pente de la zone de dilatance à partir de 150°C . Dès 170°C , les signaux du chauffage et du refroidissement se confondent et sont donc tous deux réversibles, ce qui indique qu'aucune dilatance ne se produit plus.

2.3.2 Dilatation thermique cyclique à froid

La figure 2.12 présente le résultat de l'expérience à froid, lors de laquelle l'échantillon subit quatre cycles $40 \rightarrow 0 \rightarrow 40 \rightarrow -25 \rightarrow 40 \rightarrow -50 \rightarrow 40 \rightarrow -75 \rightarrow 40^\circ\text{C}$. Les conditions expérimentales sont identiques à celles de la figure 2.10.

Pour cette expérience, on distingue à nouveau un certain nombre de phases linéaires dans les différents cycles. La phase ① correspond à l'état initial. Les phases ② représentent collectivement la pente du début de chaque phase de refroidissement, et coïncident également avec les pentes de la fin de chaque phase de chauffage. Enfin, les phases ③ représentent collectivement la pente du début de chaque phase de chauffage. Les valeurs correspondantes sont reportées dans le tableau 2.2.

Les valeurs du tableau 2.2 ont été tracées sur la figure 2.13 en fonction de la température minimale de chaque cycle. Les pentes du début de toutes les phases de refroidisse-

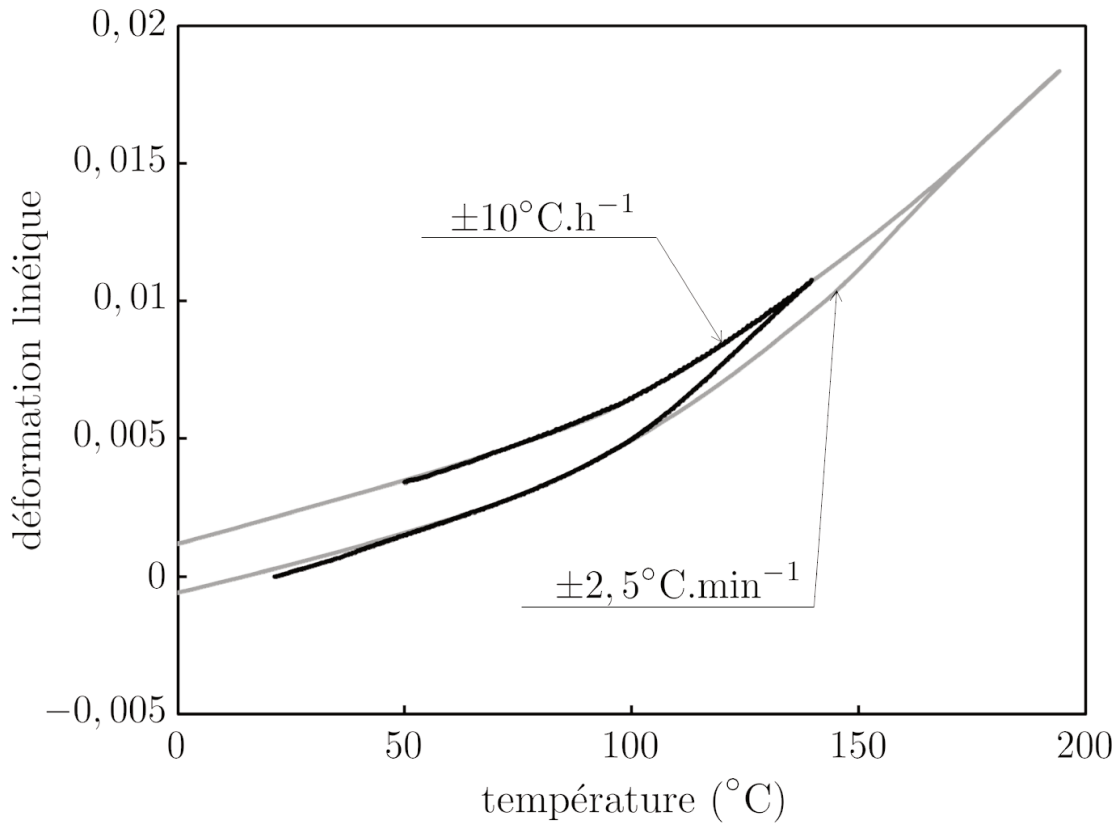


FIGURE 2.11 – Comparaison entre les résultats du premier cycle de l’expérience de la figure 2.10 à $\pm 10^{\circ}\text{C.h}^{-1}$ et ceux de l’expérience à $\pm 2,5^{\circ}\text{C.min}^{-1}$ sur dilatomètre vertical (expérience réalisée au CEA Le Ripault par E. Lalière).

cycle	pente de chauffage	pente de refroidissement
1	1.389	1.434
2	1.233	1.443
3	1.113	1.447
4	1.020	1.418

TABLE 2.2 – Pentés des différentes zones linéaires sur la fig. 2.12.

ment sont d’abord quasiment identiques, autour de $1,426 \times 10^{-4} \text{ K}^{-1}$, et leur moyenne coïncide avec le coefficient de dilatation du matériau dans son état initial. A l’inverse, le début de chaque phase de chauffage se caractérise par une pente décroissant avec le niveau minimal de température atteint lors du refroidissement précédent. A la fin des phases de chauffage, le signal de dilatation perd sa linéarité, et sa pente rejoint celle du matériau initial. On note une légère dilatance à la fin de chaque cycle. A titre indicatif, la déformation linéique résiduelle est de seulement $8,7 \times 10^{-4}$, soit approximativement

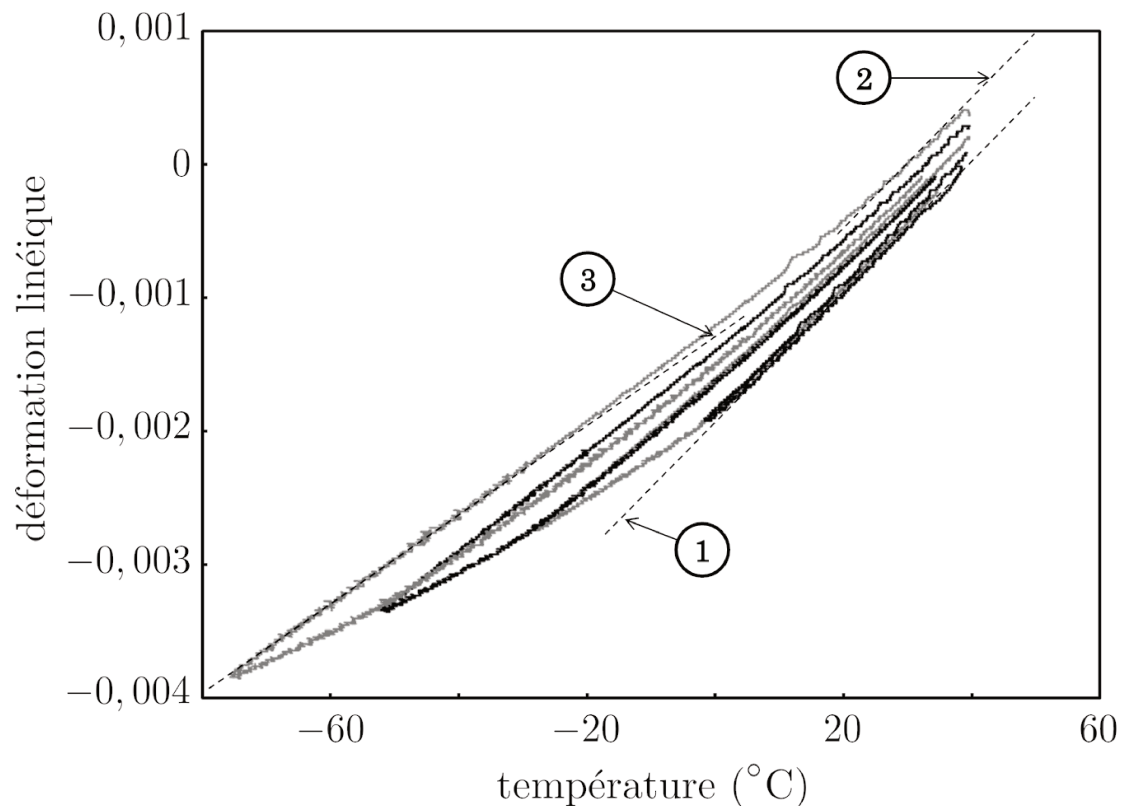


FIGURE 2.12 – Dilatation thermique cyclique à froid (essai réalisé au CEA Le Ripault par M. Biessy).

dix fois moins que lors des cycles thermiques à chaud.

On interprète cette phénoménologie de la façon suivante. Partant d'un état initial libre de contraintes, le refroidissement provoque l'apparition de contraintes internes dues à la dilatation différentielle des grains d'explosif, selon le scénario proposé par Rizzo et al. [4]. Ce sont d'ailleurs ces contraintes internes qui expliquent pourquoi le coefficient de dilatation thermique volumique de l'explosif est inférieur à celui du monocristal de TATB, comme on le verra plus loin. A partir d'une température seuil (ici 5°C environ), des microfissures apparaissent et s'ouvrent, induisant la partie non linéaire des signaux de la figure 2.12. La présence de ces microfissures provoque une diminution du coefficient de dilatation de l'explosif endommagé. Elles se referment progressivement durant le chauffage, ce qui provoque la restauration du coefficient de dilatation thermique initial du matériau. La refermeture n'est pas totale, du fait de la rugosité probable des microfissures, ce qui provoque la légère dilatance résiduelle observée.

Une analyse de la figure 2.12 permet de montrer que toutes les zones linéaires de début de chauffage ont une origine commune, comme l'illustre la figure 2.14. Cette origine

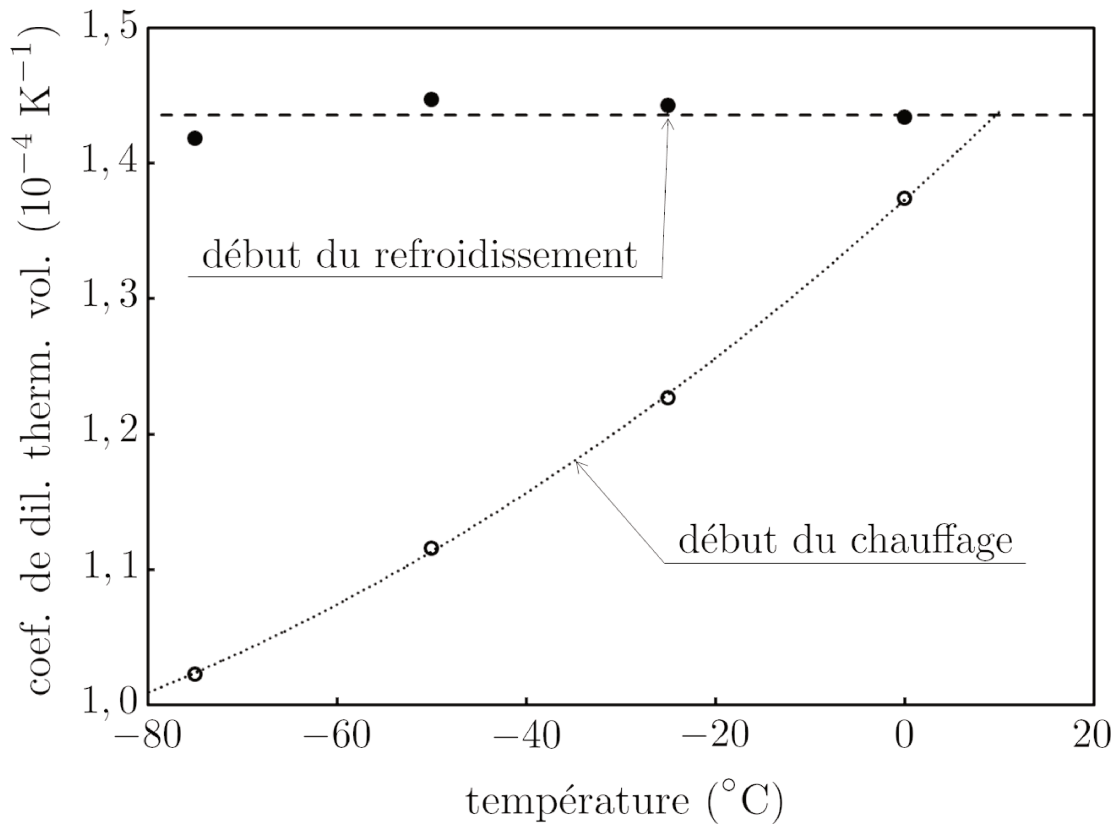


FIGURE 2.13 – Coefficients de dilatation thermique volumique correspondant à chacune des zones linéaires de la figure 2.12 en fonction de la température minimale de chaque cycle.

commune pourrait représenter l'état réel dans lequel le matériau est libre de contraintes internes. Cette origine commune se caractérise par une température de 48°C et une déformation linéique de $3,7 \times 10^{-4}$, en n'oubliant pas que l'origine des déformations est comptée à la température de 40°C .

2.3.3 Dilatation thermique en-deçà de la transition vitreuse

La figure 2.15 présente le résultat d'une expérience complémentaire réalisée à l'aide d'un dilatomètre Netzsch DIL 402 SE plus récent et plus précis, avec la géométrie d'échantillon $5 \times 5 \times 50\text{mm}$ et pour les vitesses de sollicitation thermique de $\pm 10^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$. Pour cette expérience, l'échantillon subit 4 cycles de chauffage-refroidissement entre la température ambiante et $40, 60, 70, 80$ et 90°C , puis un cycle de refroidissement-chauffage entre la température ambiante et -30°C .

Les cycles à $40, 60$ et 70°C sont strictement superposables, et donc réversibles. Pour ces cycles réversibles, on observe une légère non-linéarité, compatible avec une croissance

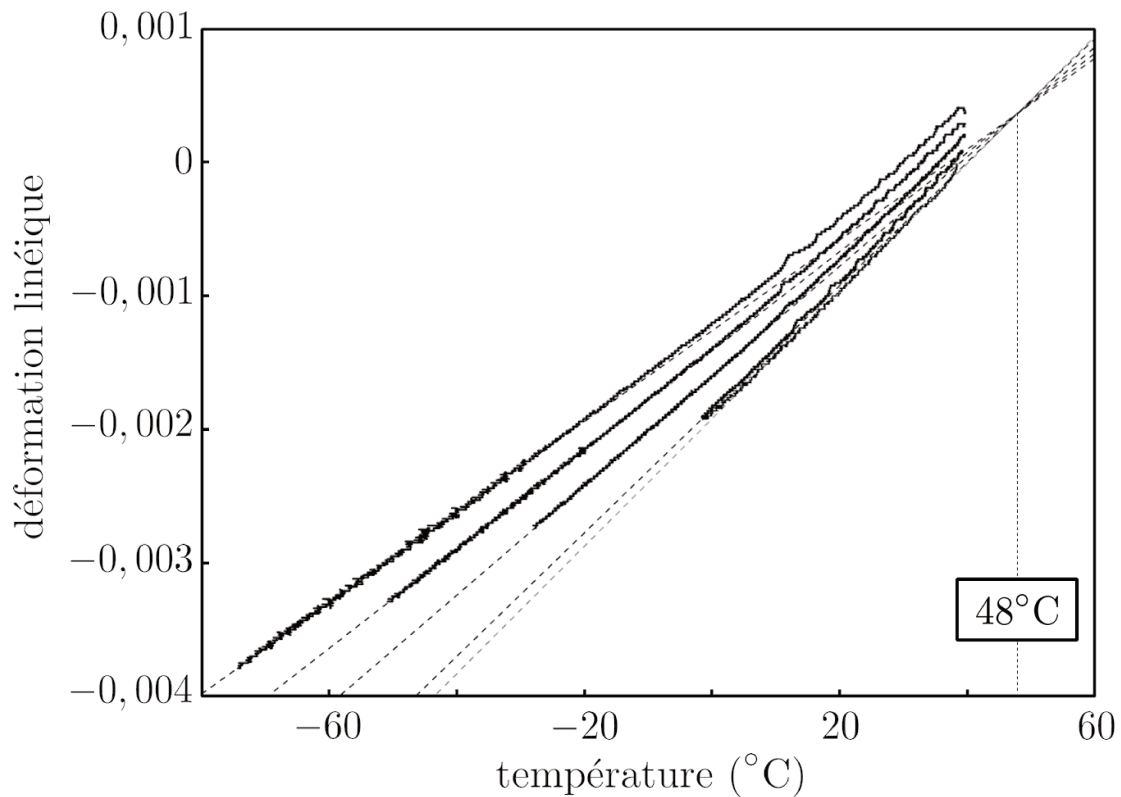


FIGURE 2.14 – Construction permettant de déterminer l’origine commune de toutes les zones linéaires de début de chauffage de la figure 2.12.

linéaire du coefficient de dilatation thermique avec la température. Ce dernier augmente de 18% environ entre 20 et 70°C, en passant de $1,386 \times 10^{-4}$ à $1,635 \times 10^{-4} \text{ K}^{-1}$.

Pour les cycles à 80 et 90°C, on observe une dilatance de faible amplitude ($2,5 \times 10^{-4}$ et $5,6 \times 10^{-4}$), qui n’a aucune influence sur le coefficient de dilatation thermique volumique. En effet, la pente de chaque phase de refroidissement est confondue, à l’incertitude de mesure près, avec la pente de la phase de chauffage suivante. A la température moyenne de 30°C, le coefficient de dilatation thermique volumique moyen est de $1,476 \times 10^{-4} \text{ K}^{-1}$, avec un écart maximal d’environ $8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

Pour le dernier cycle à froid, on observe une phénoménologie comparable à celle de la figure 2.12 : au-dessous d’une température-seuil, le comportement devient fortement non linéaire, et le chauffage suivant est caractérisé par un coefficient de dilatation thermique volumique plus faible, de $1,237 \times 10^{-4} \text{ K}^{-1}$. Cependant, le seuil de linéarité s’établit à 25°C environ (contre 5°C dans le cas précédent). Il est également possible d’évaluer l’origine commune définie sur la figure 2.14, qui correspond à une température de 70°C environ (contre 48°C dans le cas précédent).

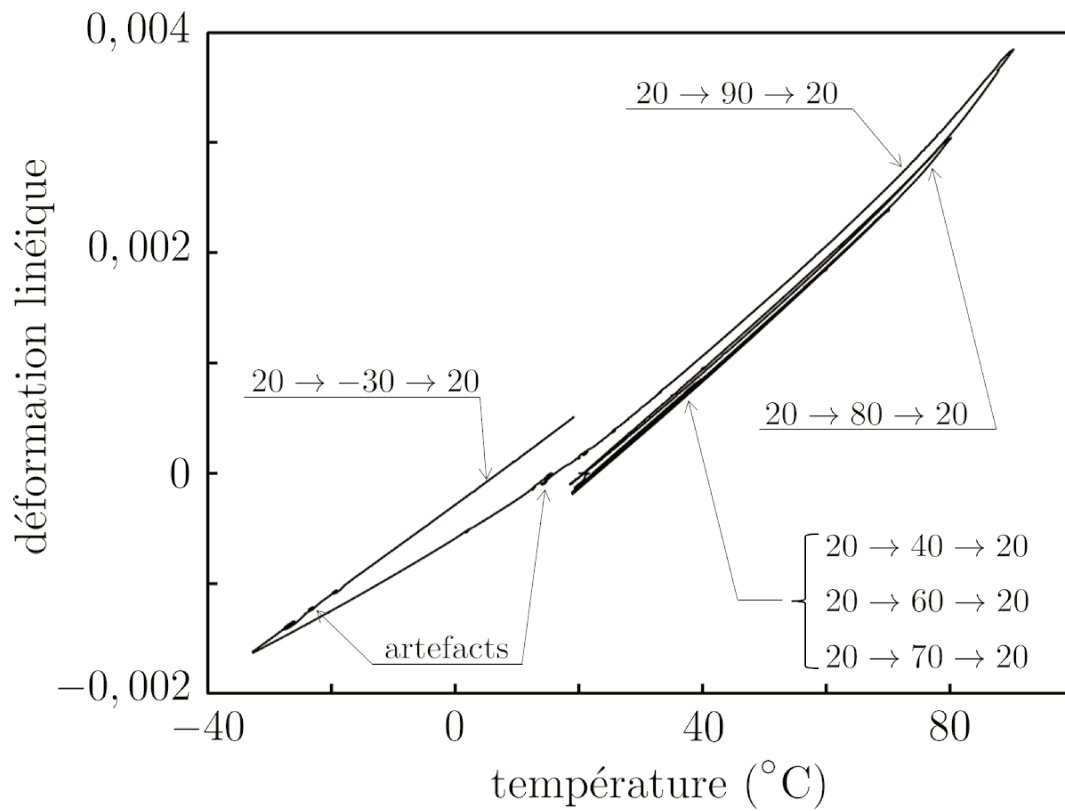


FIGURE 2.15 – Thermogramme obtenu en-deçà de la transition vitreuse.

Chapitre 3

Choix d'une méthodologie

CETTE THÈSE s'inscrit dans une démarche globale de compréhension fine du comportement thermomécanique des explosifs comprimés, en se restreignant aux matériaux à base de TATB. Le chapitre précédent ayant mis en évidence la complexité de ce comportement, on recense dans le paragraphe 3.1 l'ensemble des travaux connus à ce jour dans le domaine. On y montre notamment que l'une des clés de la compréhension réside d'une part dans l'hétérogénéité de ces matériaux, d'autre part dans le caractère fortement anisotrope du cristal d'explosif. Il est donc nécessaire d'adopter une approche micromécanique, dont on discute le choix au paragraphe 3.2. Les paragraphes 3.3 et 3.4 passent ensuite en revue les connaissances actuelles sur le comportement thermomécanique du cristal de TATB et du liant. Pour terminer ce chapitre, le paragraphe 3.5 définit la méthodologie retenue dans la suite de ce travail.

3.1 Analyse bibliographique du comportement des explosifs comprimés

La littérature offre diverses pistes de réflexion concernant les phénomènes qui régissent le comportement thermomécanique des comprimés au TATB au coeur de cette thèse. Si le matériau lui-même est encore peu étudié, des matériaux similaires ont déjà fait l'objet de nombreux travaux. Le plus souvent, les matériaux concernés sont le PBX-9502 ainsi que le LX-17-01. Les pourcentages de TATB y sont respectivement de 95% et 92,5%, et les liants sont différents. Ce sont néanmoins des matériaux très proches de celui que nous étudions ici.

La littérature s'oriente essentiellement autour de la problématique de la dilatation thermique de ces explosifs. En effet, selon les chargements thermiques subis, la dilatation du matériau peut s'avérer irréversible. Il s'agit là du même phénomène que celui observé au chapitre 2 lors des cycles de chauffage-refroidissement. On parle en anglais de « ratchet growth ». Ce phénomène est directement connecté à des caractéristiques de sécurité pyrotechnique, dont on sait qu'elles dépendent de la porosité du matériau [5–10].

Les premiers travaux sur le comportement thermique des comprimés au TATB ont

été réalisés par Rizzo *et al.* [11]. Ils présentent plusieurs essais sur des matériaux faisant intervenir différents liants, ainsi que sur un comprimé de TATB sans liant. Leurs premières conclusions portent sur l'irréversibilité de la dilatation thermique, ce en dépit du fait que le cristal de TATB présente un comportement thermique réversible. Ils montrent en outre que le coefficient de dilatation thermique volumique du comprimé est plus faible que celui du monocristal. Ils font le parallèle avec le cas du graphite polycristallin, et suggèrent qu'il s'agit d'une conséquence de la structure polycristalline du matériau, au sein de laquelle se développent des contraintes internes dues à l'anisotropie de dilatation thermique des grains de TATB désorientés.

Cette étude montre aussi que si la sollicitation est constituée de multiples cycles thermiques identiques, la dilatance observée se produit au cours de chaque cycle, jusqu'à atteindre une valeur asymptotique après une trentaine de cycles au plus. En comparant les réponses des différents matériaux testés, ils mettent en évidence le rôle de la température de transition vitreuse T_g du liant : de hautes température T_g permettent d'inhiber partiellement le phénomène de dilatance pour des sollicitations thermiques identiques.

La question de la texture cristallographique y est aussi abordée comme une conséquence du procédé de fabrication du comprimé. Ainsi, des comprimés fabriqués par compression uniaxiale se sont révélés être macroscopiquement anisotropes, avec des coefficients de dilatation plus élevés que ceux observés dans les cas de fabrication par compression isostatique.

Quelques auteurs poursuivent ces travaux expérimentaux [12–16] en s'intéressant des aspects variés de la dilatation thermique tels que l'effet de la texture (en pressage uniaxial) [16, 17], l'effet inhibiteur de la pression hydrostatique superposée [14], la taille des porosités induites [18–22], la réponse mécanique de matériaux ayant subi des cycles thermiques [21], l'effet de la morphologie des grains de TATB [23] et, plus récemment, l'aspect cinétique du phénomène [24].

L'interprétation fournie par Kolb *et al.* [11] reposant sur des considérations microstructurales, il est naturel de chercher à mener des simulations à cette échelle. C'est ce que proposent Gee *et al.* [25, 26] qui réalisent des simulations mésoscopiques en utilisant un outil de calcul dérivé de méthodes de dynamique moléculaire. Le modèle prend en compte l'anisotropie thermoélastique du cristal de TATB, un modèle de fracture intergranulaire et le liant - *supposé présent autour des grains*, dans une représentation microstructurale tridimensionnelle simplifiée. La combinaison de tous ces éléments permet de reproduire qualitativement la dilatance observée expérimentalement et met en avant le rôle clef que joue l'anisotropie du monocristal : sans elle, aucune irréversibilité.

Luscher *et al.* [27] mettent en oeuvre la méthode auto-cohérente pour prédire le coefficient de dilatation thermique d'un comprimé au TATB texturé par compression uniaxiale, sans liant. Ils réalisent une étude paramétrique prenant en compte la forme des grains et leur porosité interne. Cette démarche leur a permis de prédire la forte anisotropie de la dilatation thermique effective dans le cas texturé. L'effet de la porosité

sur ce phénomène est mis en évidence.

De cette brève revue, il ressort d'une part que l'approche micromécanique constitue un domaine d'étude encore relativement peu exploré, d'autre part que le comportement mécanique est presque complètement négligé.

3.2 Choix de l'outil de simulation

Il est d'usage de s'intéresser aux comprimés au TATB en tant que polycristaux. C'est là une hypothèse très forte et réductrice à bien des égards. Mais c'est surtout une hypothèse simplificatrice qui permet une première approche de ces matériaux à l'échelle de leur microstructure. En particulier, dès lors que l'on constate l'isotropie macroscopique du matériau d'une part et l'anisotropie de son monocristal constitutif d'autre part, le modèle polycristallin offre déjà un scénario cohérent permettant de concilier qualitativement toutes ces données. Il s'agit du point de départ de la thèse actuelle.

L'étude numérique et analytique des polycristaux en général a déjà fait l'objet de nombreux travaux par le passé. Ils forment une classe de matériaux pour lesquels la théorie de l'homogénéisation fournit des résultats et des explications conciliant expérience et théorie. Nous proposons dans cette partie une brève revue de la littérature concernant l'étude du problème thermoélastique d'un polycristal. En particulier, nous verrons que les méthodes de Fourier (FFT) ont déjà fait leurs preuves et constituent un bon point de départ pour l'étude d'une telle microstructure.

Le problème de la réponse thermoélastique d'un matériau peut être résolu à l'aide de diverses méthodes, dépendant à la fois du matériau et de ce que l'on cherche à en obtenir. Par exemple, Berryman *et al.* [28] proposent un modèle auto-cohérent dérivant de bornes analytiques sur les propriétés effectives d'un polycristal à symétrie hexagonale ou supérieure. Cette classe de modèles ne prend pas en compte la microstructure et l'arrangement des composants du polycristal, mais seulement les propriétés de ses composants et leurs fractions volumiques. Entre autres, elles ne donnent donc pas accès aux champs locaux complets de déformations $\varepsilon(x)$ et de contraintes $\sigma(x)$, mais permettent directement de déduire le tenseur effectif d'élasticité C_{ijkl}^* qui se résume aux deux modules de compressibilité K^* et de cisaillement G^* . Ces modules suffisent à caractériser la réponse élastique à l'échelle macroscopique d'un matériau isotrope, ce qui est le cas d'un polycristal de texture isotrope.

La famille des méthodes dites « à champs complets » permet des calculs numériques qui vont plus loin que les modèles auto-cohérents. Étant donné une microstructure et une sollicitation macroscopique moyenne, ces méthodes calculent non plus seulement la réponse homogénéisée de la microstructure, mais aussi les champs de contraintes et de déformations locales en tout point du matériau. L'accès à ces champs constitue un atout majeur dans l'étude de matériaux composites car cela permet de mieux visualiser et comprendre les phénomènes en jeu à l'échelle microscopique. On peut ainsi observer

par exemple des zones d'accumulation des contraintes et ainsi mieux comprendre quels sont les points forts et les points faibles d'un matériau.

Parmi ces méthodes à champ complet, on trouve les méthodes par éléments finis (MEF) et les méthodes de Fourier (FFT). Si les premières ont eut le temps de mûrir et d'être validées par la communauté scientifique (premières applications [29, 30]), les dernières sont beaucoup plus récentes et font encore l'objet de nombreux développements.

Initialement proposées en mécanique des solides par Moulinec et Suquet en 1994 [31], les méthodes FFT sont des méthodes itératives permettant de déterminer les champs complets à l'intérieur d'une microstructure, étant donné des conditions de chargement macroscopiques. Elles reposent sur l'utilisation d'un opérateur de Green, de conditions aux limites périodiques, et d'un produit de convolution, opérations qui s'exécutent très rapidement dans le domaine de Fourier. Les méthodes FFT ont pour avantage de s'affranchir de toute notion de maillage dans la microstructure, ce qui facilite grandement l'étude de microstructures complexes : il suffit de les représenter sur une grille régulière de voxels. On obtient alors en sortie de l'algorithme des champs complets de déformations et de contraintes ayant la même résolution que la microstructure d'origine. Les différentes implémentations de ces méthodes reposent sur différents schémas.

La version originale de l'algorithme FFT utilise le schéma dit "*direct*" dont la vitesse de convergence est mise à mal lorsque les composants du matériau étudié présentent un grand contraste. Des schémas raffinés tels que le schéma "*accélééré*" [32] et le "*Lagrangien augmenté*" [33] permettent de répondre à cette situation et proposent un algorithme dont la convergence est plus robuste pour ces situations. D'autres schémas améliorent la qualité des champs prédits, notamment en terme d'effets de Gibbs. De tels effets sont souvent liés à des effets de bords et engendrent des oscillations dans les champs locaux (voir schéma « tourné » [34]). Un autre avantage de ces méthodes est le gain de temps de calcul, comparé aux méthodes par éléments finis. Les résultats de ces deux méthodes sont amplement comparables en termes de propriétés effectives et de distribution de champs locaux (voir par exemple l'étude d'un polycristal en viscoplasticité par ces deux méthodes dans Prakash *et al.* [35]).

On trouve dans la littérature quelques exemples de comparaison entre méthodes à champs complet et méthodes auto-cohérentes. Il a été montré que les méthodes auto-cohérentes peuvent suffire dès lors que l'anisotropie du monocristal constitutif n'est pas trop grande (voir par exemple [36]). Elles prédisent dans ces cas-là des résultats très similaires aux méthodes FFT, aussi bien en termes de champs moyens par phase qu'en termes de moments du second ordre par phase. Leur efficacité se détériore au fur et à mesure que l'anisotropie du monocristal constitutif augmente, notamment en termes de fluctuations des champs de contraintes à l'intérieur de chaque phase.

En pratique, les matériaux sont rarement des polycristaux à interfaces parfaites. Ils subissent divers endommagements (porosité, décohésion, fissuration) qui modifient leurs propriétés. Les méthodes d'homogénéisation permettent aussi de prédire les propriétés

effectives de différents matériaux de ce type. Par exemple, pour ce qui relève de la prise en compte de fissures au sein du matériau, elles sont approchées par des porosités ellipsoïdales dont l'un des axes au moins est très petit devant les deux autres. On étudie alors le comportement d'un matériau comportant de telles fissures dans la limite où la taille de ce petit axe tend vers 0. Une revue des différents modèles est proposée par M. Kachanov en 1992 [37]. Il y reprend des modèles considérant des fissures immergées dans une matrice isotrope [38,39] ou anisotrope [40], avec des distributions d'orientations uniformes [39] ou parallèles [38]. Nous reviendrons sur cette thématique dans la section 7.

Plus récemment, Delannay *et al.* [41] abordent le cas de l'endommagement du graphite polycristallin sous irradiation en utilisant deux méthodes différentes (Auto-cohérent et MEF). Bien que l'étude ne se fasse qu'en dimension 2, l'utilisation de zones cohésives en MEF permet de simuler l'impact de l'endommagement sur les propriétés effectives du polycristal et de reproduire en partie les effets de l'irradiation observés expérimentalement. À nouveau, les résultats effectifs obtenus par MEF sont en accord avec les prédictions auto-cohérentes.

Les méthodes FFT ne sont apparues qu'après la revue [37], mais on trouve aujourd'hui quelques publications traitant du phénomène de fissuration. J. Li [42] propose par exemple une étude à l'aide de méthode FFT sur des laminés, dont la nature aussi bien microscopique que macroscopique est anisotrope. Le modèle proposé n'est que 2D mais réussit à simuler l'initiation et la propagation de fissures à l'intérieur d'un laminé. Ce modèle passe par la représentation de l'interface entre la matrice et les fibres par une interphase aux propriétés plus ou moins rigides.

3.3 Le monocristal de TATB

3.3.1 Structure cristalline

Le TATB, ou 1,3,5-triamino-2,4,6-trinitrobenzène ($C_6H_6O_6N_6$) est une molécule essentiellement plane (voir la figure 3.1), constituée d'un cycle benzénique sur lequel sont greffés alternativement des groupement amino (NH_2) et des groupements nitro (NO_2). Les molécules s'assemblent en plans graphitiques en établissant des liaisons hydrogène entre groupements amino et nitro, et les plans graphitiques s'empilent en établissant des liaisons de van der Waals en une structure cristalline triclinique (groupe $P\bar{1}$). La maille cristalline [43], qui comprend deux molécules, se caractérise par les paramètres suivants : $a = 9,01 \text{ \AA}$, $b = 9,028 \text{ \AA}$, $c = 6,81 \text{ \AA}$, $\alpha = 108,59^\circ$, $\beta = 91,82^\circ$, et $\gamma = 119,97^\circ$.

3.3.2 Tenseur d'élasticité

En ce qui concerne le comportement élastique du monocristal de TATB, les seuls travaux expérimentaux publiés à notre connaissance sont des mesures de l'évolution

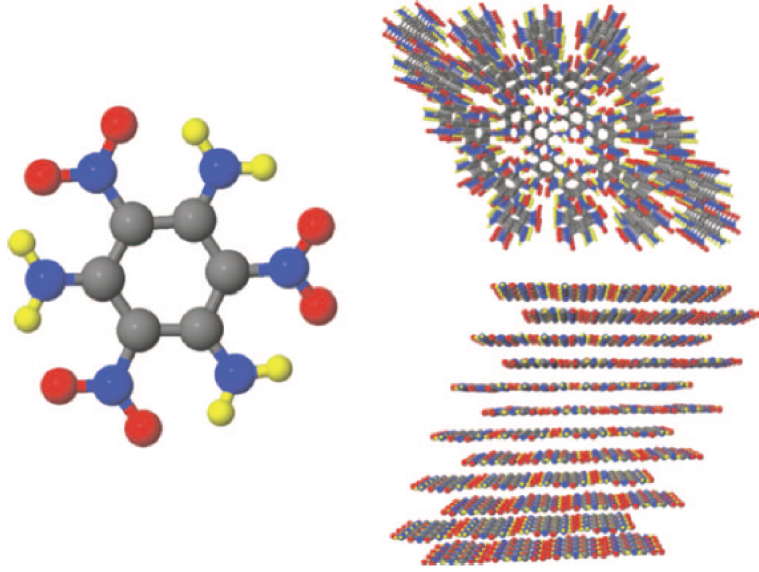


FIGURE 3.1 – Molécule et structure cristalline graphitique triclinique du TATB (reproduite d'après Bedrov et al. [44]).

des paramètres de maille avec la pression par diffraction X, réalisées en enclumes de Bridgman par Olinger et Cady [45] et, plus récemment, en cellule à enclumes de diamant par Stevens et al. [46]. Malheureusement, ces mesures n'offrent pas d'accès direct aux modules élastiques anisotropes du cristal de TATB, mais seulement au module de compressibilité du cristal de TATB.

Au moment où la thèse commence, seul l'article de Bedrov *et al.* [44] donne accès à un ensemble complet des 21 constantes caractérisant le comportement élastique du monocristal de TATB, obtenues par simulations de dynamique moléculaire. Ce tenseur est donné en GPa, par :

$$\mathbb{C}^{TATB} = \begin{pmatrix} 65.7 & 18.5 & 4.0 & -0.2 & -0.1 & 1.0 \\ & 62.0 & 5.0 & 0.6 & -0.5 & 1.0 \\ & & 18.3 & 0.2 & 0.4 & -0.4 \\ & & & 1.4 & 0.1 & 0.3 \\ & sym. & & & 0.68 & 0.4 \\ & & & & & 21.6 \end{pmatrix} \quad (3.1)$$

Il est exprimé ici dans le repère orthornormé direct $(\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2, \mathbf{e}_3)$, où \mathbf{e}_1 coïncide avec l'axe a de la maille cristalline, et où \mathbf{e}_2 est coplanaire aux axes a et b .

Dans toute la suite du manuscrit, nous faisons usage de la notation de Voigt décrite

ci-après. Les paires d'indices sont regroupées en 6 catégories :

ij	\longrightarrow	α
11	\longrightarrow	1
22	\longrightarrow	2
33	\longrightarrow	3
32 , 23	\longrightarrow	4
31 , 13	\longrightarrow	5
12 , 21	\longrightarrow	6

Cette notation est appliquée de la manière suivante aux différents tenseurs utilisés :

- contraintes : $\sigma_\alpha = \sigma_{ij}$
- dilatation thermique : $\alpha_\alpha = \alpha_{ij}$
- élasticité : $C_{\alpha\beta} = C_{(ij)(kl)}$
- déformation : $\epsilon_\alpha = \begin{cases} \epsilon_{ij} & \text{si } \alpha = 1, 2, 3 \\ 2\epsilon_{ij} & \alpha = 4, 5, 6 \end{cases}$

Valenzano *et al.* [47] appliquent une méthode de simulation par dynamique moléculaire permettant de prendre en compte des interactions à longue distance, jusqu'alors négligées dans la littérature. La méthode est appliquée à deux matériaux. Le premier est un pentaerythritol tetranitrate (PETN), largement étudié dans la littérature. Le PETN est utilisé comme validation de la méthode proposée, tandis que le TATB fait figure d'application. La comparaison des coefficients recalculés par cette méthode est donnée dans le tableau 3.1. La plupart des coefficients présentés sont plus élevés que ceux du tenseur précédent, allant jusqu'à 20% d'écart pour le coefficient C_{11} et 37% pour le coefficient C_{66} . Cependant, l'article ne fournit pas un jeu de données complet.

En cours de thèse, deux autres articles ont été publiés par Mathew et Sewell [48] et Rykounov [49]) fournissant tous deux un ensemble de 21 constantes élastiques. Les constantes présentées prennent des valeurs plus basses pour Mathew et Sewell, plus élevées pour Rykounov, de l'ordre de 20% dans les deux cas (voir le tableau 3.1).

3.3.3 Dilatation thermique

Du point de vue du comportement thermique, on trouve deux sources de données permettant d'obtenir un tenseur de dilatation thermique α complet pour le monocristal de TATB.

La première source se trouve dans les travaux de Kolb & Rizzo [50]. Les auteurs étudient par diffraction aux rayons X l'évolution des paramètres de la maille cristalline en fonction de la température. L'expérience est menée sur une plage de températures allant de -59°C à 104°C . Ce procédé expérimental donne accès indirectement aux coefficients du tenseur α (voir l'appendice A de la référence [51] et l'article de Luscher *et al.* [27] pour le détail des calculs), donné en 10^{-6} K^{-1} :

constante	Bed.	Val.	Mat.	Ryk.
C_{11}	65.7 ± 0.5	78.4	52.09 ± 1.02	83.2
C_{22}	62.0 ± 1.0		50.18 ± 0.68	78.3
C_{33}	18.3 ± 0.5	19.7	15.75 ± 0.52	18.9
C_{44}	1.4 ± 0.3	0.9	1.2 ± 0.18	1.7
C_{55}	0.68 ± 0.06		0.73 ± 0.09	1.5
C_{66}	21.6 ± 0.7	29.7	17.58 ± 0.49	30.0
C_{12}	18.5 ± 0.5	16.8	14.24 ± 0.83	21.9
C_{13}	4.0 ± 2.0	0.8	2.05 ± 0.26	-2.4
C_{14}	5.0 ± 1.0		-0.14 ± 0.03	-0.3
C_{15}	-0.2 ± 0.3		-0.61 ± 0.2	-0.8
C_{16}	-1.0 ± 0.1		0.3 ± 0.33	-0.6
C_{23}	1.0 ± 0.1		3.55 ± 0.34	2.9
C_{24}	0.6 ± 0.2		0.53 ± 0.12	0.1
C_{25}	-0.5 ± 0.2		-0.15 ± 0.07	-0.4
C_{26}	1.0 ± 1.0		0.91 ± 0.21	2.5
C_{34}	0.2 ± 0.3		0.05 ± 0.3	-0.6
C_{35}	-0.4 ± 0.1		-0.28 ± 0.04	-0.5
C_{36}	-0.4 ± 0.7		-0.14 ± 0.55	0.1
C_{45}	0.1 ± 0.2		0.07 ± 0.07	0.0
C_{46}	0.3 ± 0.2		-0.16 ± 0.09	-0.3
C_{56}	0.4 ± 0.1		0.2 ± 0.06	0.6

TABLE 3.1 – Tenseur d'élasticité, en GPa et en notations de Voigt, donné par divers auteurs pour le monocristal de TATB. Bed. : Bedrov *et al.* [44]; Val. : Valenzano *et al.* [47]; Mat. : Mathew et Sewell [48]; Ryk. : Rykounov *et al.* [49].

$$\boldsymbol{\alpha}^{\text{TATB}} = \begin{pmatrix} 8, 27 & 3, 34 & -0, 41 \\ & 29, 04 & -26, 14 \\ \text{sym.} & & 264, 67 \end{pmatrix} \quad (3.2)$$

La deuxième source est également issue d'une expérience de diffraction X en température, menée par Sun *et al.* [52]. La plage de température s'étale cette fois de 30°C à 240°C. Les nouveaux paramètres de maille obtenus à l'issue donnent accès à un tenseur $\boldsymbol{\alpha}$ très sensiblement différent :

$$\boldsymbol{\alpha}^{\text{TATB}} = \begin{pmatrix} 11, 29 & -0, 95 & 19, 41 \\ & 9, 02 & -37, 40 \\ \text{sym.} & & 166, 18 \end{pmatrix} \quad (3.3)$$

On note d'importantes différences entre les deux jeux de valeurs. Néanmoins, dans les deux cas, le coefficient α_{33} est de loin le plus élevé, ce qui indique une très forte

anisotropie de dilatation thermique, quasiment uniaxiale. Ceci s'explique facilement par le fait que le coefficient α_{33} mesure la dilatation dans la direction normale aux plans graphitiques qui, rappelons-le, ne sont liés entre eux que par des forces de van der Waals.

Quelques autres données partielles sont disponibles. Elles sont pour la plupart issues de simulations par dynamique moléculaire [53, 54] ou par méthodes de Monte-Carlo [55, 56]. Le tableau 3.2 propose un récapitulatif des coefficients α_{11}, α_{22} et α_{33} . Notons les valeurs obtenues très récemment par diffraction de neutrons par Yeager *et al.* [57], qui indiquent essentiellement les mêmes résultats que Sun *et al.* [52].

Référence	α_{11}	α_{22}	α_{33}	Notes
Kolb <i>et al.</i> [50]	8.26	20.9	248	diffraction X (monocristaux)
Sun <i>et al.</i> [52]	11.3	10.4	167	diffraction X
Yeager <i>et al.</i> [57]	9.1	8.9	164	diffraction de neutron (poudre)
Sewell <i>et al.</i> [55]	11	11	170	Monte-Carlo
Gee <i>et al.</i> [53]	24.6	24.9	134	dynamique moléculaire
Rai <i>et al.</i> [56]	20	30	90	Monte-Carlo
Taylor [54]	15.8	16.8	57.6	dynamique moléculaire

TABLE 3.2 – Coefficients de dilatation thermique α_{11} , α_{22} et α_{33} obtenus par différentes méthodes, exprimés en 10^{-6} K^{-1} .

Les données du tableau 3.2 apparaissent très dispersées. On distingue cependant un accord entre les données récentes de Sun *et al.* [52], de Yeager *et al.* [57] et de Sewell [55], qui semblent donc les plus réalistes, et sont retenues dans la présente thèse.

3.3.4 Bilan sur le comportement du monocristal de TATB

En ce qui concerne le tenseur d'élasticité, Bedrov *et al.* [44] étudient l'évolution des constantes élastiques en fonction de la pression, comparent leurs résultats avec ceux de Stevens *et al.* [46] obtenus en cellules à enclumes de diamant, et trouvent un excellent accord. Les valeurs issues des travaux de Mathew et Sewell [48] et de Rykounov [49] n'ont en conséquence pas été utilisées dans la présente thèse.

On remarque que le tenseur d'élasticité donné par 3.1 est proche de celui d'un cristal hexagonal. L'examen des relations 3.2 et 3.3 montre que c'est également vrai pour le tenseur de dilatation thermique, bien que les coefficients α_{23} et α_{13} tempèrent ce constat. Cette question sera commentée en détails plus loin.

Pour ce qui est du tenseur de dilatation thermique, les données du tableau 3.2 apparaissent très dispersées. On distingue cependant un accord entre les données récentes de Sun *et al.* [52], de Yeager *et al.* [57] et de Sewell [55], qui semblent donc les plus réalistes, et sont donc retenues dans la présente thèse. A titre de comparaison, toutefois, quelques simulations sont réalisées à l'aide des données de Kolb *et al.* [50] au chapitre 5.

Il faut enfin noter que les autres aspects du comportement du cristal de TATB sont presque entièrement inconnus. Sa plasticité a fait l'objet de travaux très récents [48, 58, 59] qui devraient s'amplifier dans un proche avenir, mais sa rupture n'a à notre connaissance fait l'objet d'aucune étude à ce jour.

3.4 Comportement du liant

Le liant est un polymère thermoplastique dont la température de transition vitreuse est voisine de 100°C. Il a été caractérisé au CEA Le Ripault dans son régime vitreux, et on donne ici ses caractéristiques thermoélastiques et de plasticité. Cette caractérisation a également permis de vérifier l'isotropie de ce matériau. Ses régimes viscoélastique et d'écoulement sont actuellement en cours d'investigation.

3.4.1 Comportement thermoélastique

Des essais de traction simple, de compression simple, de cisaillement simple et de propagation d'ondes ultrasonores ont été réalisés, et ont permis de déterminer les modules de compressibilité et de cisaillement et le coefficient de dilatation thermique volumique du liant en fonction de la température dans la gamme [0 ; 60°C]. Ceux-ci sont donnés par :

$$\begin{aligned} K(T) &= K_0 + K'(T - T_0) \\ G(T) &= G_0 + G'(T - T_0) \\ \alpha(T) &= \alpha_0 + \alpha'(T - T_0) \end{aligned} \tag{3.4}$$

avec $K_0 = 5,06$ GPa, $K' = -2,22 \times 10^{-2}$ GPa.K⁻¹, $G_0 = 0,89$ GPa, $G' = 3,05 \times 10^{-3}$ GPa.K⁻¹, $\alpha_0 = 1,94 \times 10^{-4}$ K⁻¹, $\alpha' = 7,98 \times 10^{-7}$ K⁻², et $T_0 = 20^\circ\text{C}$.

3.4.2 Comportement thermo-viscoplastique

Le comportement thermo-viscoplastique du liant a fait l'objet d'une caractérisation aussi complète que possible en vitesse de sollicitation et en température, et les données obtenues ont été utilisées pour identifier le modèle d'Arruda et Boyce [60]. On se contente ici de donner un aperçu du comportement à température ambiante.

La figure 3.2 illustre la réponse du liant en compression simple à température ambiante, et à deux vitesses de déformation. L'allure des courbes contrainte-déformation longitudinale est classique pour un polymère amorphe, de même type que celle d'un polycarbonate ou d'un plexiglass par exemple. Elle se caractérise par un début de chargement linéaire, suivi d'un pic de contrainte, d'un adoucissement et d'un fort écrouissage.

L'une des particularités de ce comportement est sa sensibilité à la triaxialité des contraintes, qui se traduit par une différence entre compression, traction et cisaillement

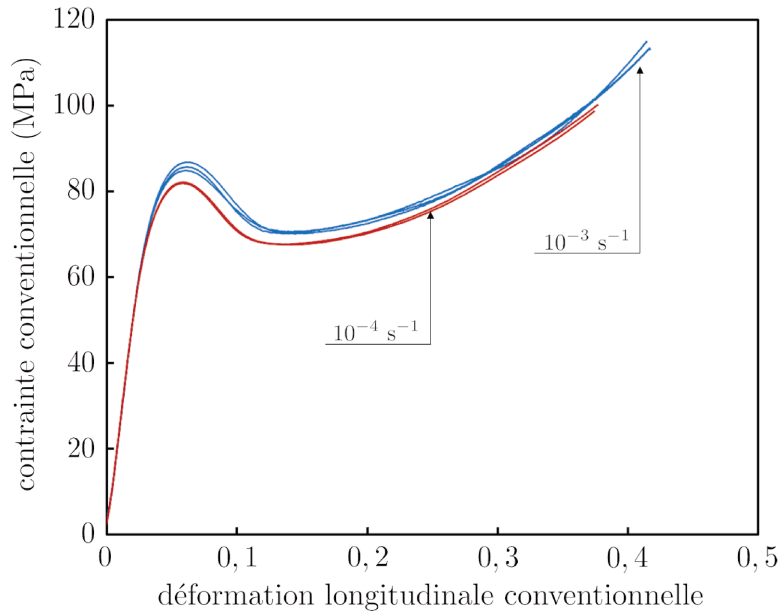


FIGURE 3.2 – Réponse du liant en compression simple à température ambiante.

simples, comme l'illustre la figure 3.3. On peut constater que cette sensibilité est linéaire, au moins dans la gamme explorée, et se met sous la forme :

$$\sigma_{eq.} = \sigma_0 + \beta\sigma_m \quad (3.5)$$

où $\sigma_{eq.}$ est la norme de von Mises du tenseur des contraintes, σ_m la composante hydrostatique du tenseur des contraintes, et où $\sigma_0 = 37,2$ MPa à 10^{-4} s $^{-1}$ (39,9 MPa à 10^{-3} s $^{-1}$) et $\beta = -0,48$.

3.5 Méthodologie d'étude

On a vu au chapitre précédent que le matériau étudié est un polycristal au moins partiellement jointoyé par le liant, et contenant de nombreux défauts. On a également vu plus haut que la microstructure n'est que partiellement connue, tout comme le sont les comportements du monocristal de TATB et du liant, ainsi que la cohésion entre grains et entre grains et liant.

Le comportement de l'explosif fait vraisemblablement appel à de nombreux mécanismes, parmi lesquels la viscoélasticité et l'écoulement du liant, la microfissuration des grains de TATB, la décohésion entre grains et entre grains et liant, ainsi éventuellement que le déchirement ou la cavitation du liant.

En conséquence, la méthodologie suivante est retenue. En premier lieu, les simulations sont réalisées par la méthode de Fourier (FFT), qui présente l'avantage d'être peu

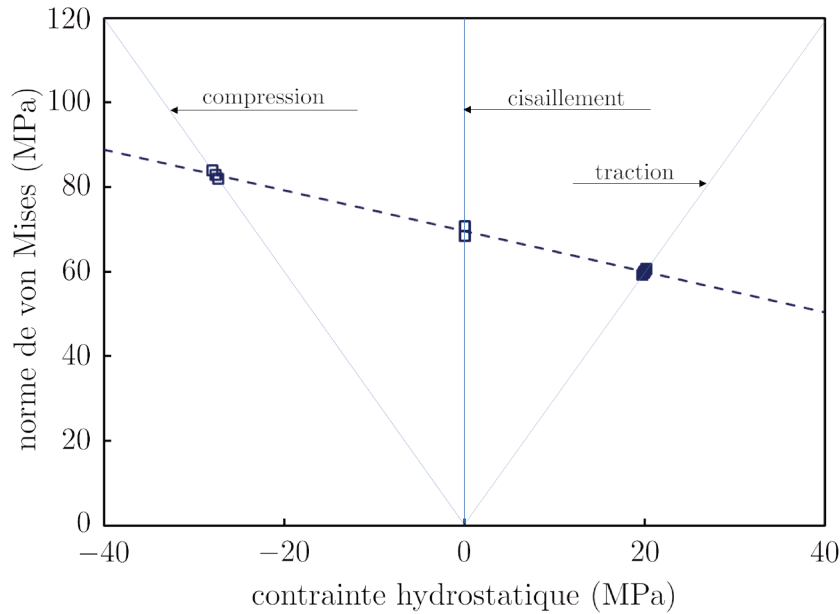


FIGURE 3.3 – Contrainte de von Mises mesurée au pic de contrainte en fonction de la composante hydrostatique.

exigeante en termes de ressources informatiques, et qui ne nécessite pas de maillage. En l'absence de données microstructurales tridimensionnelles, les simulations sont réalisées sur microstructures virtuelles, obtenues à l'aide de modèles de pavage de l'espace reproduisant au mieux les données morphologiques accessibles à partir d'images obtenues sur coupes planes.

En second lieu, une approche heuristique progressive est adoptée. Elle consiste à construire un premier outil de simulation considérant le matériau comme un polycristal parfait de TATB, sans liant ni défauts, constitué de grains homogènes et d'interfaces infiniment solides, les grains étant considérés comme des monocristaux thermoélastiques linéaires anisotropes. Ce premier outil est d'abord validé sur la base de modèles exacts, approchés et de bornes existant pour les polycristaux. Il est ensuite confronté aux propriétés macroscopiques mesurées expérimentalement.

Constatant un écart important entre propriétés effectives (prédites) et propriétés macroscopiques (mesurées), les hypothèses sont relaxées progressivement. Compte tenu de l'ampleur du problème, on se limite dans cette thèse d'une part au domaine vitreux, les aspects de viscoélasticité et d'écoulement du liant étant renvoyés à des travaux ultérieurs, d'autre part aux faibles triaxialités des contraintes, la plasticité du TATB n'étant pas suffisamment connue à ce jour.

Dans ce cadre restreint, on étudie d'abord le rôle du liant. Sa morphologie exacte au sein de l'explosif n'étant pas ou peu connue, on le suppose intergranulaire, ce qui

permet de le considérer comme transmetteur de contraintes. Cette étude montre que le liant n'a qu'un impact relativement limité sur les propriétés thermoélastiques macroscopiques de l'explosif. Elle montre également que le liant est susceptible de se plastifier, même pour des sollicitations macroscopiques très modestes, mais que les conséquences macroscopiques restent faibles. On vérifie ensuite que le rôle de la porosité est lui aussi limité.

En première approche, le point-clé est donc la présence ou non de liant aux interfaces. Compte tenu du faible impact des propriétés du liant, ceci revient à envisager le rôle de microfissures intergranulaires, que l'on étudie conjointement à celui de microfissures transgranulaires dans un souci d'efficacité et d'exhaustivité.

On construit des microstructures contenant des populations bien définies de microfissures inter- ou transgranulaires de densités croissantes, et on évalue leur impact sur les propriétés thermoélastiques macroscopiques de l'explosif. Ceci permet d'un part d'évaluer le type et la densité de microfissures présentes dans le matériau initial, d'autre part de déterminer les mécanismes à l'œuvre dans les phénomènes irréversibles constatés en dilatation thermique, que ce soit à chaud ou à froid. Ce travail devait initialement être complété par l'implantation d'un modèle d'apparition et de propagation de microfissures qui n'a pu être mené à bien faute de temps.

Chapitre 4

Caractérisation et modélisation morphologique de la microstructure

Nous abordons maintenant la question de la modélisation de la microstructure du matériau présenté dans le chapitre 2. Cette question est la première étape du travail proposé ici. Elle est primordiale car sans microstructure digitale, aucun calcul numérique par méthode FFT n'est envisageable. Pour autant, obtenir une microstructure 3D n'est pas aisé, car on ne dispose que d'informations partielles sur la microstructure du matériau (voir le paragraphe 2.1).

Il va donc nous falloir extraire de ces images des caractéristiques discriminantes permettant de saisir et de formaliser la microstructure du comprimé. Pour cela, nous nous tournons vers la morphologie mathématique. La section 4.1 propose une présentation succincte de la morphologie mathématique ainsi que des opérateurs qui sont utilisés dans cette thèse.

Une fois ces caractéristiques extraites, elles seront utilisées pour optimiser différents modèles de microstructures existant parmi ceux utilisés pour les polycristaux et converger ainsi vers un modèle final qui sera utilisé pour la suite des travaux.

4.1 Morphologie mathématique

La morphologie mathématique est une branche des mathématiques offrant bon nombre d'outils nonlinéaires pour traiter les images et en extraire des données. Si cette théorie peut être décrite mathématiquement de façon parfois très abstraite, ses applications les plus directes sont assez intuitives. En l'occurrence, dès lors qu'il s'agit de caractériser la forme des éléments constitutifs de notre matériau, elle apparaît comme un moyen naturel de chiffrer toutes les observations qualitatives que l'on peut faire à l'oeil nu : élongation, taille de grain, surface et volume sont autant d'éléments qui peuvent être appréhendés par la morphologie mathématique. Cette section propose de décrire les différents outils utilisés à ces fins.

4.1.1 Notion d'image

Mathématiquement, on peut définir une image de dimension d à valeur dans un espace de dimension n de comme une fonction de l'espace fonctionnel $\mathbb{R}^n \times \mathbb{R}^d$. De façon pratique, les images sur lesquelles nous sommes habitués à travailler sont de dimension $d = 2$, voire $d = 3$. De plus, leur support est borné, discrétisé et compact. La discrétisation du support est faite le plus souvent sur une grille régulière dont les éléments sont appelés pixels (en 2D) ou voxels (en 3D). La représentation de telles images, appelées images numériques, se fait alors dans des tableaux, ou des matrices.

La nature de l'ensemble d'arrivée dans lequel les pixels prennent leur valeur permet de définir plusieurs types d'images. Un tableau récapitulatif est proposé ci-après afin de rassembler toutes les définitions classique d'images. Dans notre cas, nous travaillons sur des images en niveau de gris et des images binaires. Bien que de nombreuses techniques d'imagerie aient fait leur apparition ces dernières années, comme par exemple l'imagerie multi-spectrale, aucune de ces méthodes n'a encore pu être appliquée au matériau étudié ici. Les microstructures qui seront générées, elles, seront des images labélisées dans lesquelles chaque label sera associé par la suite à un grain et donc à une orientation cristallographique.

Espace des valeurs de pixels	Nature de l'image
$\{0, 1\}$	image binaire
\mathbb{N}	image labélisée
\mathbb{R}	image en niveaux de gris
\mathbb{R}^3	image couleur
$\mathbb{R}^n, (n \geq 4)$	image multi-spectrale
$\mathbb{R}^n, (n \geq 100)$	image hyper-spectrale
$\mathbb{R}^n, (n \geq 1000)$	image ultra-spectrale

TABLE 4.1 – Dénomination des images en fonction de la nature de leurs pixels.

De façon générale dans la suite de cette thèse, nous appelons image numérique I de dimension d l'application de support discrétisé X qui associe à un voxel l'intensité $I(x)$:

$$f : \left\{ \begin{array}{l} X \subset \mathbb{Z}^d \longrightarrow Y \subset \mathbb{R}^n \\ x \longmapsto I(x) \end{array} \right.$$

4.1.2 Opérateurs de base de la morphologie mathématique

Initialement développés sur des cas simples d'images binaires, la majorité des opérateurs de morphologie mathématique ont été étendus au cas des images à niveau de gris. Nous présentons ici une formulation ensembliste de ces opérateurs qui correspond au cas des images binaires, ainsi que quelques images servant d'illustrations plus concrètes pour

en saisir les effets. Si les illustrations sont majoritairement montrées sur des cas d'images binaires, leur extension au cas des images en niveaux de gris existe. Nous renvoyons aux références [61–64] pour plus de détails.

4.1.2.1 Élément structurant, translaté et symétrique

La notion d'élément structurant est fondamentale dès que l'on souhaite utiliser des outils de morphologie mathématique. Un élément structurant est un sous-ensemble du support de l'image étudiée. On le note classiquement B . On définit alors B_x le translaté de B au point x de la façon suivante :

$$B_x = \{b + x, b \in B\}$$

De façon analogue, on définit aussi le symétrique de B , noté \check{B} comme l'ensemble suivant :

$$\check{B} = \{-b, b \in B\}$$

Le plus souvent, un élément structurant prend la forme de l'objet que l'on souhaite détecter, segmenter, supprimer ou plus généralement, de l'objet que l'on souhaite analyser. Pour détecter des sphères, il convient d'utiliser un élément structurant dont le motif est une sphère. Pour détecter des lignes, on se tourne alors vers des éléments structurants linéaires.

4.1.2.2 Addition et soustraction de Minkowski

L'addition et la soustraction de Minkowski de deux ensembles A et B sont des opérations ensemblistes importantes pour la morphologie mathématique. L'addition se définit comme suit :

$$A \oplus B = \bigcup_{a \in A, b \in B} \{a + b\}$$

On définit alors la soustraction comme une opération duale au sens de la complémentarité :

$$A \ominus B = \{A^c \oplus B\}^c$$

Ces définitions coïncident exactement avec le cas des images binaires, où un ensemble est représenté par des pixels (ou des voxels) de valeur 1, et son complémentaire est constitué des pixels de valeur 0 (ce qui constitue un choix arbitraire). On visualise alors très bien les conséquences de ces transformations (voir figure 4.1) et on comprend pourquoi l'addition de Minkowski est appelée dilatation morphologique de A par B , tandis que la soustraction de Minkowski est renommée érosion morphologique de A par B .

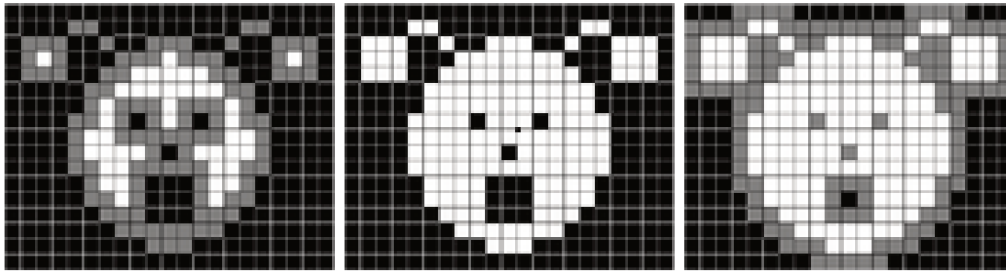


FIGURE 4.1 – Visualisation de l’effet des opérateurs de base sur une image binaire. L’élément structurant est un carré de 3×3 pixels. Au centre, l’image d’origine. A gauche, le résultat de l’érosion : en blanc, l’ensemble érodé, en noir, le complémentaire de l’objet initial, et en gris, les pixels supprimés par érosion de l’objet initial. A droite, le résultat de la dilatation : l’ensemble dilaté est constitué des pixels blanc et gris, le complémentaire du nouvel objet est en noir.

De manière plus étendue, on appelle dilatation morphologique toute opération ensembliste δ croissante et extensive, c’est-à-dire vérifiant pour tout couple d’ensemble (X, Y) les propriétés suivantes :

$$\begin{aligned} X \subset Y &\implies \delta(X) \subset \delta(Y) \\ X &\subset \delta(X) \end{aligned}$$

De manière analogue, on appelle érosion morphologique toute opération ensembliste ε croissante et anti-extensive, c’est-à-dire vérifiant pour tout couple d’ensemble (X, Y) les propriétés suivantes :

$$\begin{aligned} X \subset Y &\implies \varepsilon(X) \subset \varepsilon(Y) \\ \varepsilon(X) &\subset X \end{aligned}$$

4.1.2.3 Filtres morphologiques

En traitement du signal, la notion de filtre recouvre n’importe quelle opération sur le signal. Dans le cadre du traitement d’image et de la morphologie mathématique, toute opération ensembliste Φ est appelée filtre morphologique si elle respecte deux propriétés fondamentales : il doit s’agir d’une opération croissante et idempotente. En d’autres termes, il s’agit d’une opération ensembliste vérifiant pour tout couple d’ensemble (X, Y) les propriétés suivantes :

$$\begin{aligned} X \subset Y &\implies \Phi(X) \subset \Phi(Y) \\ \Phi(X) &= \Phi(\Phi(X)) \end{aligned}$$

Cette définition est donnée ici sur des ensembles mais qu’elle s’étend aux images en niveaux de gris sans difficulté.

De telles propriétés sont vérifiées par deux opérateurs facilement constructibles à l'aide de l'érosion et de la dilatation par un même élément structurant B . Le premier de ces opérateurs est appelé ouverture et se note traditionnellement γ . Il consiste en l'application successive d'une érosion puis d'une dilatation :

$$\gamma(X) = \delta(\varepsilon(X))$$

Le deuxième opérateur est nommé fermeture et se note traditionnellement ψ . Il consiste en l'enchaînement d'une dilatation et d'une érosion :

$$\psi(X) = \varepsilon(\delta(X))$$

A nouveau, les effets et les dénominations sont facilement compréhensibles sur le cas des images binaires (voir figure 4.2). L'ouverture sert à « ouvrir » l'ensemble étudié et donc reconnecter les trous noirs qui sont séparés par une cloison moins épaisse que l'élément structurant, alors que la fermeture permet de reboucher les trous en les intégrant à l'ensemble de départ, pourvu que ces trous soient de taille inférieure à l'élément structurant.

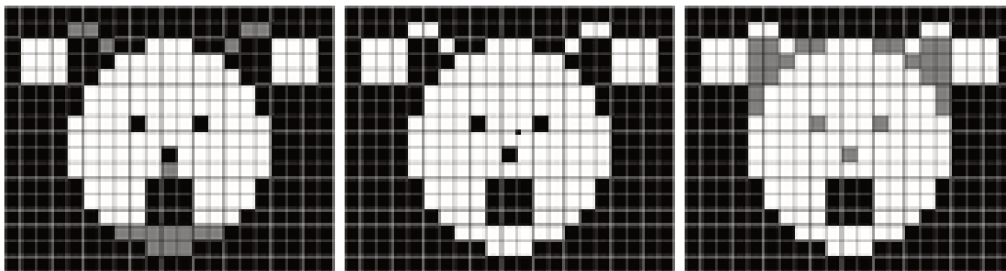


FIGURE 4.2 – Visualisation de l'effet des filtres de base sur une image binaire. L'élément structurant est un carré de 3×3 pixels. Au centre, l'image d'origine. A gauche, le résultat de l'ouverture : en blanc, l'ensemble ouvert, en noir, le complémentaire de l'objet initial, et en gris, les pixels supprimés par ouverture de l'objet initial. A droite, le résultat de la fermeture : l'ensemble fermé est constitué des pixels blanc et gris, le complémentaire du nouvel objet est en noir.

Par la suite, dans les diverses constructions et post-traitements de nos microstructures digitales, nous utiliserons deux notions qui découlent des définitions précédentes de ces quatre premiers opérateurs morphologiques. Il s'agit du gradient morphologique et du filtre alterné séquentiel.

Le gradient morphologique, aussi appelé gradient de Beucher du nom de son inventeur, se définit comme la différence entre le dilaté et l'érodé d'une image. Son application première est la détection de contour en lui donnant une épaisseur de la taille de l'élément structurant B utilisé.

$$grad_B(X) = \delta_B(X) - \varepsilon_B(X)$$

Les filtres alternés séquentiels consistent en une succession d'ouvertures et de fermetures par un élément structurant de taille croissante. Ils constituent un outil puissant permettant de traiter des images en y filtrant le bruit, mais en offrant une meilleure préservation des contours. On définit le filtre alterné séquentiel de rang n comme suit :

$$F_n = \phi_1 \gamma_1 \phi_2 \gamma_2 \dots \phi_n \gamma_n$$

Plus généralement, un filtre alterné séquentiel se construit en alternant des filtres extensifs et des filtres anti-extensifs de plus en plus forts.

4.1.3 Mesures morphologiques

L'ensemble des opérateurs décrits précédemment nous suffisent à définir un certain nombre de mesures morphologiques qui nous permettront de caractériser notre microstructure polycristalline.

4.1.3.1 Granulométrie par ouverture

Pour un ensemble A de parties de \mathbb{R}^d , une granulométrie se définit comme une famille d'opérateurs (ϕ_λ) avec $\lambda > 0$ vérifiant quatre propriétés :

1. $\forall X \in A, \forall \lambda > 0, \phi_\lambda(X) \subset X$ (anti-extensivité)
2. $\forall (X, Y) \in A^2, \forall \lambda > 0, X \subset Y \Rightarrow \phi_\lambda(X) \subset \phi_\lambda(Y)$ (croissance)
3. $\forall X \in A, \forall \lambda > 0, \forall \mu > 0, \lambda \geq \mu \Rightarrow \phi_\lambda(X) \subset \phi_\mu(X)$ (décroissance sur le paramètre)
4. $\forall \lambda > 0, \forall \mu > 0, \phi_\lambda \circ \phi_\mu = \phi_\mu \circ \phi_\lambda = \phi_{max(\lambda, \mu)}$

Dans la pratique, une famille d'ouverture par des éléments structurants convexes de taille croissante est la façon la plus simple de satisfaire à cette définition. Nous choisissons ici une famille d'ouvertures par des éléments circulaires de rayon $\lambda \in \mathbb{N}$. La mesure granulométrique par ouverture $G(\lambda)$ de l'image I peut alors se définir comme la courbe qui associe à chaque entier λ la proportion de pixels effacées dans l'image par l'ouverture ϕ_λ . En définissant $\#$ comme une mesure du volume de l'objet présent dans une image, on peut alors écrire :

$$G_I(\lambda) = 1 - \frac{\#(\phi_\lambda(I))}{\#(\phi_0(I))}$$

4.1.3.2 Moments d'inertie et histogramme d'excentricité

La dernière mesure est constituée des moments d'inertie d'une image. Ils se calculent à partir des moments centrés μ_{ij} d'une image en faisant usage des formules suivantes :

$$M_{ij} = \sum_x \sum_y x^i y^j I(x, y)$$

$$\bar{x} = \frac{M_{10}}{M_{00}}, \quad \bar{y} = \frac{M_{01}}{M_{00}}$$

$$\mu_{ij} = \sum_x \sum_y (x - \bar{x})^i (y - \bar{y})^j I(x, y)$$

En pratique, le calcul se fait via l'utilisation de la bibliothèque Smil Python, développée par M. Faessel¹. Ces moments d'inertie, reliés à la matrice de covariance d'une image, permettent de construire une ellipse équivalente l'image d'un objet donné. Les caractéristiques de cette ellipse sont ensuite extraites et associées à l'objet initial. On définit ainsi la notion d'excentricité d'un grain de TATB, et son orientation à partir de leur ellipse équivalente.

La figure 4.3 montre un exemple d'application de cette méthodologie en 2D pour un grain. En reproduisant cette mesure pour chacun des grains d'un polycristal, on obtient alors différents histogrammes de caractéristiques morphologiques qui pourront être utilisés lors de l'identification des modèles de partition aléatoires. L'extension en dimension 3 se fait sans difficulté et est utilisée par la suite lors de l'analyse des fissures placées dans la microstructure (voir section 7.4.4).

4.2 Modélisation de la microstructure du matériau étudié

La mise en place d'une microstructure digitale en trois dimensions est la première étape pour la mise en place d'un outil numérique permettant l'étude du rôle des constituants de la microstructure d'un matériau. Nous proposons dans cette section deux parties : la première offre une revue de quelques exemples de modélisation de microstructure en utilisant les partitions aléatoires ainsi qu'une analyse de travaux préliminaires concernant le cas du matériau étudié ici. La deuxième partie détaille la mise en place et l'identification d'un modèle de partition qui améliore la représentation du matériau.

1. Librairie disponible à l'adresse :
http://smil.cmm.mines-paristech.fr/doc/download_page.html

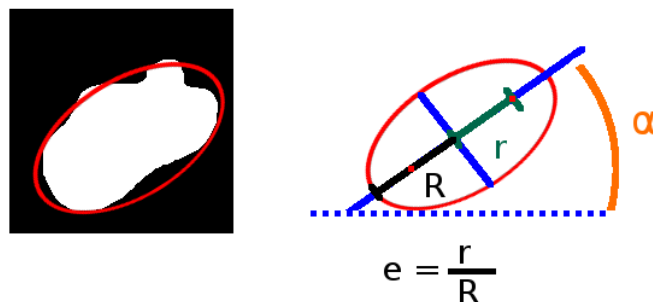


FIGURE 4.3 – À gauche, superposition d’un grain (en blanc) et de son ellipse équivalente (en rouge). À droite, extraction du paramètre d’excentricité e de l’ellipse et de son angle d’orientation α par rapport à l’axe horizontal.

4.2.1 Modélisation d’une microstructure par une partition aléatoire

4.2.1.1 Cas des aciers et autres matériaux granulaires

Le moyen le plus intuitif pour obtenir une microstructure réaliste est de travailler sur une image acquise en trois dimensions dans laquelle des opérations de post-traitement permettent de détecter les différentes phases (segmentation). Pourvu que l’on se dote d’une bonne méthode d’analyse d’image, on peut alors assurer la construction d’un matériau digital propice à l’utilisation de différents outils de simulation numérique. C’est en procédant de la sorte que J. Escoda [65], par exemple, utilise des images issues de reconstruction par microtomographie aux rayons X afin d’obtenir une microstructure représentative d’un béton à trois phases. La méthode proposée repose sur une succession de filtrages, de seuillages et d’opérateurs morphologiques appliquée aux images de microtomographie et elle fournit un excellent exemple de la puissance de la morphologie mathématique.

Dans la pratique, l’accès à de telles images 3D n’est pas toujours garanti. En revanche, les techniques d’imagerie plus conventionnelles, telles que la microscopie optique ou la microscopie électronique à balayage, assurent l’accès à des images de sections planes du matériau. Pourvu que ces images soient assez grandes et que le matériau ne soit pas trop anisotrope, on peut espérer s’en servir pour comprendre à quoi ressemble le matériau en trois dimensions. On parle alors de représentativité morphologique. C’est sur ce concept que repose la possibilité de construire un modèle tridimensionnel de microstructure aléatoire qui soit assez proche de la réalité du matériau, sans pour autant avoir besoin d’une image 3D de ce dernier. Il suffit que le modèle arrive à produire des

microstructures dont les tranches soient assez proches des images planes disponibles. Pour paraphraser, si un modèle aléatoire 3D possède des sections 2D assez similaires aux observations expérimentales, on peut estimer avoir obtenu une bonne représentation de la microstructure du matériau étudié. Tout repose alors sur la notion de similarité entre les images expérimentales et celle d'un modèle aléatoire.

Parmi les modèles aléatoires de microstructure existants, les modèles de partitions à germination-croissance sont ceux qui sont souvent le plus utilisés dans la littérature en ce qui concerne les matériaux polycristallins. La construction et la formalisation de ces modèles s'inspirent des phénomènes physiques de cristallisation de molécules qui s'agrègent aléatoirement dans l'espace pour former des monocristaux et qui croissent jusqu'à remplir l'espace pour former un tout compact. Le résultat est une partition de l'espace dont les amas peuvent avoir des distributions de formes et de tailles différentes - distributions qui varient selon les paramètres choisis pour le modèle. De telles microstructures peuvent être utilisées pour modéliser des matériaux dont la structure est celle d'un amas de grains, sans pour autant que cette structure soit issue d'un procédé de cristallisation. À nouveau, tout ce qui compte, c'est de réussir à identifier les paramètres du modèle afin que celui-ci puisse générer des microstructures assez proches du matériau étudié.

Un exemple de cette méthodologie se trouve dans les travaux de Liebscher *et al.* [66] qui propose une méthode générale d'identification de partitions de Laguerre à l'aide d'une chaîne de Markov et de l'algorithme de Metropolis-Hastings. Une démonstration applicative est réalisée sur des images MEB d'alumine frittée.

De façon analogue, Altendorf *et al.* [67] se penchent sur la reconstruction d'une image 2D via différents modèles de partitions aléatoires [68,69]. Ils proposent une comparaison des différents modèles les plus connus de partition aléatoire dans le cadre de la reconstruction d'images d'aciers martensitiques, ainsi que l'utilisation de modèles plus avancés dont le raffinement permet une amélioration significative des performances. Ici, on ne cherche pas à reproduire une image en 3 dimensions à partir d'une section plane. Le but est simplement de comparer les capacités de différents modèles à reproduire une section plane polycristalline. La comparaison porte sur les modèles de Poisson-Voronoi, de Laguerre, et de Johnson-Mehl (dont des définitions plus formelles sont données par la suite) ainsi que sur des modèles de Laguerre utilisant une métrique anisotrope.

Parmi les trois modèles classiques, c'est le modèle de Johnson-Mehl qui renvoie les meilleures performances. Altendorf *et al.* [67] observent une première amélioration lorsqu'ils utilisent un modèle de Laguerre dont la métrique est anisotrope, dont le rapport d'anisotropie est le même pour tous les germes. Le choix du rapport d'anisotropie se fait à partir de l'image originale sur laquelle une anisotropie moyenne est mesurée. L'article conclut avec l'utilisation d'un modèle de Laguerre utilisant une métrique anisotrope mais dont le facteur d'anisotropie varie pour chaque grain. Chaque germe ne se voit plus attribuer un rapport d'anisotropie commun, mais un rapport d'anisotropie particulier identifié à partir de l'image d'origine. Une telle modélisation parvient à améliorer et

surpasser tous les modèles étudiés auparavant.

4.2.1.2 Cas du matériau étudié

Le matériau que nous étudions dans cette thèse rentre dans le cadre des matériaux décrits précédemment. Premièrement, il s'agit d'un matériau polycristallin, c'est-à-dire que sa microstructure est majoritairement constituée de grains de TATB qui pavent l'espace. Deuxièmement, on ne dispose pour ce matériau que d'une série d'images 2D. Il est donc naturel de se tourner vers les modèles de partition aléatoire de l'espace pour représenter ce matériau en 3D.

Pour ce qui est des données images de la microstructure, la thèse repose sur l'utilisation d'une image MEB segmentée manuellement et donnée en section 2.1, à la figure 2.3. La première question à se poser est celle de la représentativité morphologique de cette image vis à vis de la microstructure du matériau. Les premiers travaux sur ces images proposent de restreindre le travail de modélisation sur une partie de cette image. Ambos *et al.* [51] constatent en effet la présence de zones d'artefact qui représentent les frontières des granulés vestigiaux. Ces zones sont caractérisées par de très fort alignements des grains de TATB qui restent présents après l'opération de pressage. La thèse prend le parti de s'inscrire dans la continuité de ces travaux en excluant ces artefacts de la modélisation du matériau. Nous nous concentrons ainsi sur les zones intra-granulés vestigiaux dans laquelle la représentativité morphologique est jugée suffisante. L'extrait sélectionné est présenté en figure 4.4. Une discussion est proposée en fin de chapitre quant aux différents moyens de prendre en compte ces artefacts, et nous verrons à la fin de ce manuscrit qu'il s'agit là d'une piste intéressante pour la création de modèles avancés de microstructures d'explosifs comprimés.

Les travaux précédemment évoqués, ainsi que ceux qui en ont découlé (voir [70]), se sont donc attachés à décrire cette zone-intragranulé comme un polycristal à l'aide de modèles de partitions aléatoires. Ambos *et al.* [51] proposent d'étudier dans un premier temps les modèles classiques de Voronoï, Laguerre et Johnson-Mehl. Si les deux premiers ont la propriétés de générer des cellules convexes, le modèle de Johnson-Mehl, au contraire, tend à générer des cellules non convexes. Cela justifie et explique à la fois l'obtention de meilleurs résultats par ce dernier modèle, puisque l'on peut observer la non convexité des grains de TATB sur la figure 4.4. L'identification de ces modèles se fait sur la base de la mesure de granulométrie par ouverture, opération décrite en section 4.1.3.

Cette mesure est classiquement utilisée dans le cadre de caractérisation de matériaux granulaires, et elle tire son nom du fait qu'elle s'interprète comme une mesure de la proportion de grains de taille λ au sein d'une image. Elle permet de visualiser la répartition des tailles de grain au sein de la microstructure étudiée et s'impose comme une mesure naturelle pour le type d'image dont nous devons traiter.

Dans le cas de notre matériau, la granulométrie met en avant une double-échelle

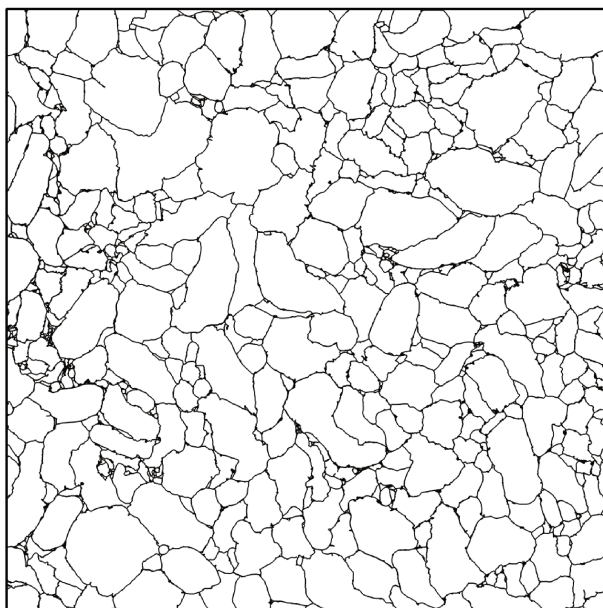


FIGURE 4.4 – Segmentation manuelle d'une mosaïque d'images MEB

dans la taille des grains, ainsi qu'un étalement granulométrique non négligeable que les modèles de partition classiques peinent à imiter. Afin d'améliorer les performances de ces modèles, Ambos *et al.* [51] proposent un modèle de Johnson-Mehl modifié dont le taux de germination croît linéairement avec le temps. Ils montrent qu'un tel modèle permet effectivement de reproduire une meilleure distribution granulométrique de la microstructure (voir section 4.2.2.3 pour la présentation du détail des résultats).

Les travaux qui ont suivi les traces de cette première modélisation ont permis d'améliorer les résultats présentés en utilisant un modèle de Johnson-Mehl modifié dont la description est donnée ci-après. Ces travaux ont été réalisés lors d'un stage de master et ont fait l'objet d'une validation et consolidation lors des premiers mois de la thèse.

4.2.2 Modèle de Johnson-Mehl à croissance anisotrope

Nous décrivons dans ce qui suit les modèles de partition à germination-croissance avant de décrire le modèle utilisé pour représenter le matériau étudié ainsi que l'algorithme et les mesures utilisées pour en identifier les paramètres.

4.2.2.1 Définition des modèles classiques de germination-croissance

Un modèle à germination-croissance se compose de deux étapes afin de diviser l'espace en plusieurs cellules formant une partition de celui-ci. La première étape est un processus de germination qui a pour but de placer des points dans l'espace, appelés

« germes », qui serviront de point de départ pour la deuxième étape du procédé : la croissance des régions attribuées à ces germes, aussi appelées zones d'influence.

Plus formellement, si l'on se donne une famille de germes $(g_i)_{i \in \llbracket 1, n \rrbracket}$, on définit leur zone d'influence G_i dans un ensemble Ω comme suit :

$$G_i = \{x \in \Omega, \forall j \neq i, d_i(x) < d_j(x)\}$$

où $d_i(x)$ représente la distance entre le point de coordonnées x et le germe g_i .

Si l'énoncé de ce procédé paraît simple, elle n'en offre pas moins de possibilités pour personnaliser et créer des modèles adaptés aux différentes situations rencontrées par ses utilisateurs. On peut notamment jouer sur la génération des germes g_i , ainsi que sur la définition des fonctions d_i associées (pour plus de détails, voir [68, 69, 71–73]).

Le modèle le plus simple est le modèle de Poisson-Voronoi. Dans ce cas, la première étape de germination place des germes dans l'espace en suivant un processus de points de Poisson (PPP). A partir de là, un label est attribué à chaque point de l'espace en fonction du germe qui lui est le plus proche au sens de la distance euclidienne. Il en découle des cellules évidemment convexes, délimitées par des hyperplans de l'espace ainsi partitionné.

Le modèle de Laguerre propose d'utiliser une loi de puissance pour le calcul de la distance à chaque germe. Cela consiste à ajouter à chaque germe g_i un poids r_i qui viendra alléger la fonction distance pour augmenter la zone d'influence du germe. On définit alors la définition suivante pour chaque fonction distance :

$$d_i(x) = \|x - g_i\|^2 - r_i^2$$

Un tel modèle de partition résulte en un ensemble de cellules qui restent à nouveau convexes. Il a d'ailleurs été montré qu'à toute partition normale convexe de l'espace peut être associée une partition de Laguerre [74]. Par exemple, en fixant l'ensemble des poids r_i à 0, on retrouve la définition exacte du modèle de Poisson-Voronoi.

Le modèle de Johnson-Mehl échappe à cette classification du fait de la nature des cellules qu'il engendre. En effet, celles-ci peuvent s'avérer non-convexes, puisque les frontières d'une telle partition ne sont plus des hyperplans, mais des quadriques. La définition de telles partitions passe par la temporalisation de la croissance des germes. La définition de la fonction distance fait appel à un paramètre de vitesse v_0 de croissance, identique pour tous les germes, et à l'association pour chaque germe g_i d'un temps de naissance t_i à partir duquel sa croissance est autorisée. On obtient alors la définition suivante de la fonction distance :

$$d_i(x) = \|x - g_i\|^2 + v_0 t_i$$

La distribution des germes pour un tel modèle se fait uniformément dans l'espace, et uniformément dans le temps. Dans notre cas, nous travaillons sur une microstructure cubique de taille L^3 . Et selon la densité temporelle imposée (qui constitue un des paramètres du modèle), on peut facilement déterminer une borne T_{max} à partir de laquelle tout l'espace sera recouvert. Les couples (g_i, t_i) sont donc distribués uniformément dans $[0, L]^3 \times [0, T_{max}]$.

Comme nous le verrons au paragraphe 4.2.2.3 lors de l'identification des paramètres de nos modèles, les grains possèdent plusieurs caractéristiques morphologiques susceptibles d'avoir un impact sur les propriétés du matériau. Parmi ces caractéristiques, la granulométrie est une mesure naturelle permettant de contrôler la morphologie du polycristal généré. Les travaux d'Ambos *et al.* [51] montrent que le modèle de Johnson-Mehl de base permet d'obtenir de meilleurs résultats que le modèle de Poisson-Voronoi. Ils montrent aussi qu'en modifiant la densité temporelle de germination, le modèle de Johnson-Mehl est alors capable de produire des populations de grains de plus petite taille, regroupés aux joints de grains.

4.2.2.2 Modification du modèle de Johnson-Mehl

C'est en se basant sur les travaux d'Altendorf *et al.* [67–69] que naît l'idée d'une croissance anisotrope des cellules, afin de mieux rendre compte d'une autre caractéristique essentielle de la microstructure : la forme allongée des grains. En effet, le modèle de Johnson-Mehl ne parvient pas à reproduire cette caractéristique de façon satisfaisante. L'une des interprétations du modèle de Johnson-Mehl consiste à imaginer un processus temporel au cours duquel les germes commencent à croître et à remplir l'espace jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de place disponible. Au cours de ce processus, d'autres germes apparaissent et commencent eux aussi leur croissance avec un temps de retard.

Mais si la croissance de ces germes est temporellement déphasée, la croissance spatiale, elle, reste uniforme dans toutes les directions. C'est là une des raisons intuitives pour laquelle un modèle de Johnson-Mehl ne pourra pas reproduire certaines distributions d'élongation au sein d'une population de grains. Pour obtenir une anisotropie morphologique dans les zones d'influence finales, et pour se doter d'un certain contrôle sur cette anisotropie, l'une des solutions consiste à modifier la métrique en y incorporant un nouveau paramètre.

C'est ce qui est proposé dans le nouveau modèle de Johnson-Mehl dit à croissance anisotrope (JMA), dont la fonction distance s'explicite comme suit :

$$d_i(x) = \|\mathbf{R}_i\|^2 + (K - 1)^2 [R_{i,1} \cos(\phi_i) \sin(\psi_i) + R_{i,2} \sin(\phi_i) \sin(\psi_i) + R_{i,3} \cos(\psi_i)]^2$$

où :

— $\|\cdot\|$ désigne la norme euclidienne sur \mathbb{R}^3 ,

- \mathbf{R}_i désigne le vecteur reliant le point de coordonnées x au germe g_i , et $R_{i,1}$, $R_{i,2}$ et $R_{i,3}$ ses coordonnées.
- (ϕ_i, ψ_i) sont les angles d'Euler de la direction de croissance privilégiée du germe g_i
- K est un facteur d'anisotropie commun à tous les germes

Une telle fonction distance s'interprète comme une modification spatiale du taux de croissance des germes. Les germes grandissent alors comme des ellipsoïdes de révolution dont la direction principale, celle du grand axe, est tirée uniformément et aléatoirement dans l'espace. Le modèle est contrôlé par deux paramètres qui sont alors l'intensité de germination θ (exprimée en $\mu\text{m}^{-3} \cdot \text{s}^{-1}$) et le facteur d'anisotropie de croissance K , commun à tous les germes.

Un exemple de séquence de croissance est donné en figure 4.5. Ce premier exemple illustre le phénomène que l'on cherche à reproduire. Il ne reste plus alors qu'à identifier les paramètres de ce nouveau modèle de polycristal pour essayer d'obtenir une microstructure plus réaliste que les précédentes.

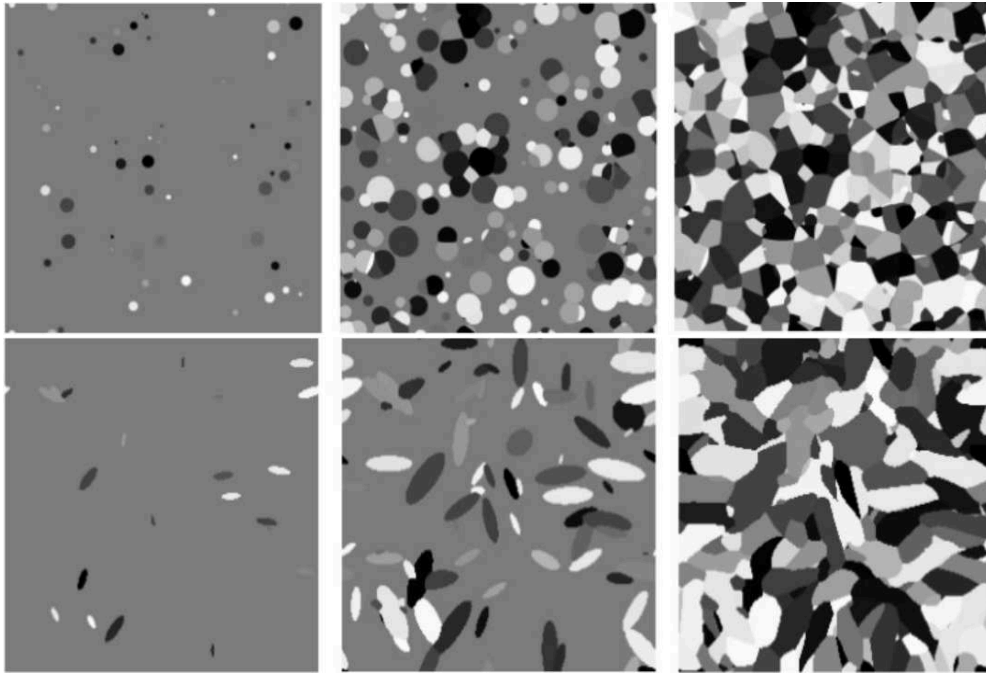


FIGURE 4.5 – Séquence de croissance de modèle de Johnson-Mehl. Sur la rangée du haut, le modèle de Johnson-Mehl classique, à croissance spatialement isotrope. Sur la rangée du bas, la version modifiée à croissance anisotrope ellipsoïdale.

4.2.2.3 Identification des paramètres

Nous devons maintenant identifier le choix de θ et K afin d'obtenir un modèle aussi réaliste que possible. Cette identification passe par les trois étapes suivantes :

- La définition d'une mesure caractérisant une microstructure,
- La définition d'une mesure de similarité entre deux microstructures,
- Un algorithme permettant de trouver des paramètres qui maximisent la similarité.

Les travaux précédents [51] ont utilisé la mesure de granulométrie par ouverture. Cette mesure est effectuée sur une section plane de la microstructure et constitue un vecteur caractéristique de celle-ci. La mesure de similarité entre deux microstructures consiste alors en l'application d'une norme L_2 sur la différence de leurs granulométries. Afin d'identifier les paramètres de leurs modèles, Ambos *et al.* [51] utilisent un algorithme de minimisation sur cette fonction de similarité.

L'idée principale de ces travaux est de rendre compte de l'étalement granulométrique de la microstructure. En particulier, Ambos *et al.* [51] remarquent que la microstructure étudiée contient une grande quantité de grains de faible surface, et que ceux-ci se trouvent agglomérés aux joints des plus gros grains. C'est pour reproduire ce phénomène qu'ils mettent en place un modèle de partition de Johnson-Mehl dont le taux de germination croît avec le temps. Au début de la génération de la microstructure, très peu de germes apparaissent et ils sont donc libres de grandir pour occuper l'espace encore vide autour d'eux sans rencontrer trop de concurrents. Mais plus le temps s'écoule, plus de germes apparaissent. Ces derniers ayant moins d'espace à leur disposition, ils seront naturellement plus petits et se retrouveront placés aux joints de grains. Les résultats de cette approche sont illustrés sur la figure 4.6. On y observe en effet que, une fois les modèles identifiés, c'est bien le modèle de Johnson-Mehl à taux de germination croissant qui reproduit le plus fidèlement l'étalement granulométrique de la microstructure.

La méthodologie précédente est reprise ici, avec quelques modifications. En particulier, l'approche proposée ici ne se concentre plus seulement sur l'étalement granulométrique de l'image MEB. Elle propose de prendre en compte la morphologie des grains au travers de leur allongement. En particulier, la distribution des excentricités des grains au sein du comprimé au TATB révèle un pic de grains à fort allongement que les modèles précédents n'arrivent pas à imiter (voir figure 4.7).

Pour une microstructure m , nous définissons alors le vecteur caractéristique C_m comme étant la concaténation de sa granulométrie par ouverture et de son histogramme d'excentricité des grains (définie en section 4.1.3.2). La granulométrie est constituée de ses 120 premiers points, tandis que l'estimation de l'histogramme d'excentricité se fait à l'aide de 16 classes réparties uniformément entre 0 et 1. On définit la mesure de similarité suivante :

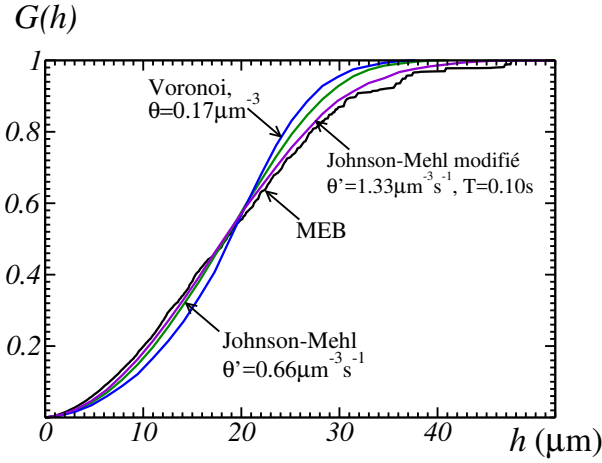


FIGURE 4.6 – Comparaison des granulométries pour les différents modèles expérimentés par Ambos *et al.* [51]. En noir, la granulométrie de l’image MEB segmentée. En bleu, résultat de l’identification du modèle de Voronoï. En vert, l’identification du modèle de Johnson-Mehl classique. En violet, l’identification du modèle de Johnson-Mehl modifié, à taux de germination croissant dans le temps.

$$f_c(K, \theta) = \sum_{n=1}^{136} W_n [C_{(K,\theta),n} - C_{TATB,n}]^2$$

où W est un vecteur poids permettant de régler l’influence des caractéristiques sur la minimisation de l’écart entre les données de l’image expérimentale et les données des images simulées.

Lors de notre identification des paramètres optimaux, nous faisons le choix de ne donner aucune priorité à une information morphologique où à une autre, et nous réglons les poids W_n de sorte à ce que la granulométrie “pèse” autant que l’histogramme d’excentricité.

L’identification des paramètres des modèles est faite en utilisant l’algorithme du simplex, aussi appelé algorithme de Nelder-Mead [75]. Cet algorithme est une méthode heuristique dont le but est la recherche du minimum d’une fonction. Dans notre cas, il sert à minimiser la fonction coût f_c représentant l’écart entre nos modèles et l’image expérimentale. A l’issue du processus, nous avons trouvé les paramètres suivants :

- $\theta = 5 \times 10^{-7} \mu m^{-3} . s^{-1}$
- $K = 5$

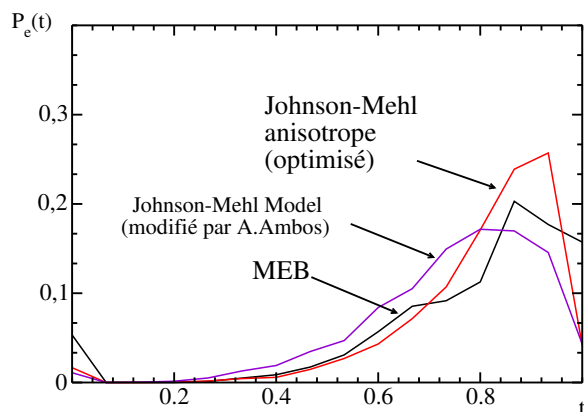


FIGURE 4.7 – Comparaison des distributions d’excentricités des grains entre le modèle de Johnson-Mehl à taux de germination croissant (en violet), le modèle de Johnson-Mehl à croissance anisotrope (en rouge), et l’image MEB segmentée.

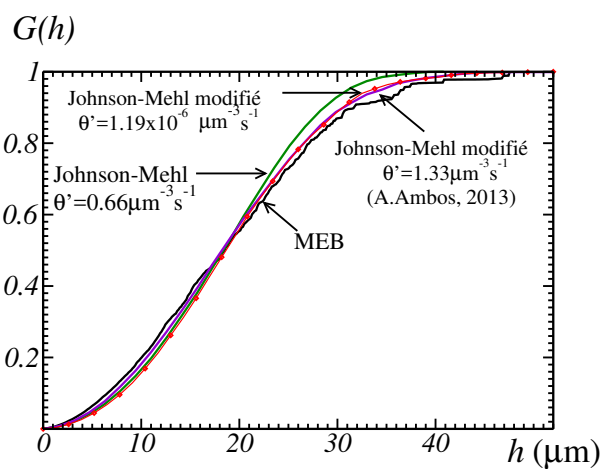


FIGURE 4.8 – Comparaison des courbes de granulométrie par ouvertures : modèle de Johnson-Mehl à taux de germination croissant (en violet), modèle de Johnson-Mehl à croissance anisotrope (en rouge), modèle de Johnson-Mehl de base (en vert) et l’images MEB segmentée (en noir).

À titre indicatif, ce paramètre θ correspond à la génération d’environ 31500 germes dans un cube de 512 voxels de côté, sur une période de croissance de 500 secondes et

résulte en un polycristal contenant environ 3000 grains. Les résultats en termes de granulométrie sont quasiment superposables lorsque l'on compare les deux modèles modifiés de Johnson-Mehl (voir figure 4.8). En terme de distribution d'excentricités, le nouveau modèle obtient cependant des résultats plus satisfaisants (voir figure 4.7). En particulier, le nouveau modèle de Johnson-Mehl à croissance anisotrope parvient à reproduire un pic d'excentricité plus marqué que le modèle de Johnson-Mehl isotrope. Toujours à titre indicatif, une comparaison entre l'image MEB et une tranche sélectionnée au hasard dans le modèle utilisé est montré en figure 4.9.

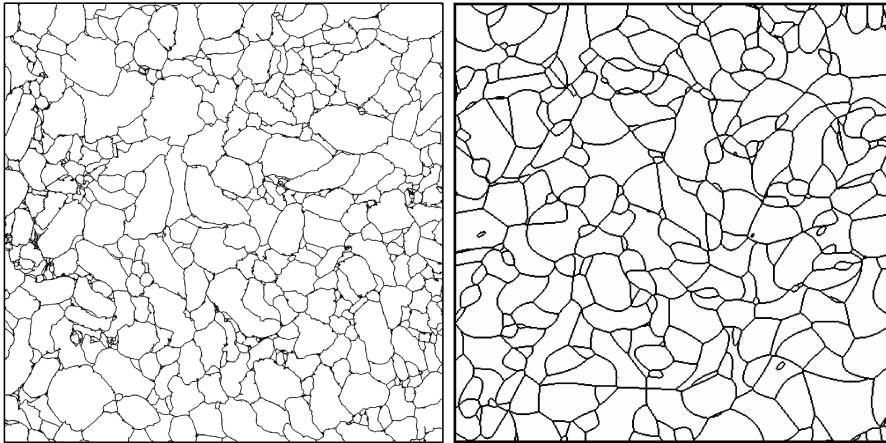


FIGURE 4.9 – Comparaison de l'image segmentée avec une tranche aléatoire d'un modèle optimisé de Johnson-Mehl à croissance anisotrope.

4.2.2.4 Discussion, conclusions et perspectives

Au regard des résultats précédents, il ressort que la génération de grains allongés permet de reproduire un étalement granulométrique relativement satisfaisant, dépassant la faiblesse des modèles de Voronoï et Johnson-Mehl. Cependant, les résultats granulométriques se dégradent légèrement dès lors que l'on regarde les faibles tailles de grain. C'est donc aux dépens de cette section de la courbe que le gain se fait sur la distribution des excentricités. Cela peut s'expliquer par le fait que contrairement au modèle proposé par Ambos *et al.* [51], le modèle de Johnson-Mehl à croissance anisotrope (JMA) ne contient intrinsèquement aucun élément qui puisse permettre de générer une population de petits grains. Deux solutions peuvent être envisagées pour y répondre, dont l'une a été explorée sommairement.

La première solution, non explorée à ce jour, consiste à implémenter un modèle de Johnson-Mehl à croissance anisotrope dont le taux de germination dans le temps serait croissant. Ce modèle hybride est a priori un bon candidat et possède dans ses paramètres de quoi prendre en compte la distribution granulométrique tout en respectant au mieux les distributions d'excentricité. La deuxième solution, explorée sommairement,

consiste à ajouter un pic de germination à un temps T suffisamment “bien choisi”, ce qui correspondrait à une explosion subite de germes. Des images issues d’un tel modèle sont données en figure 4.10 à titre d’illustration.

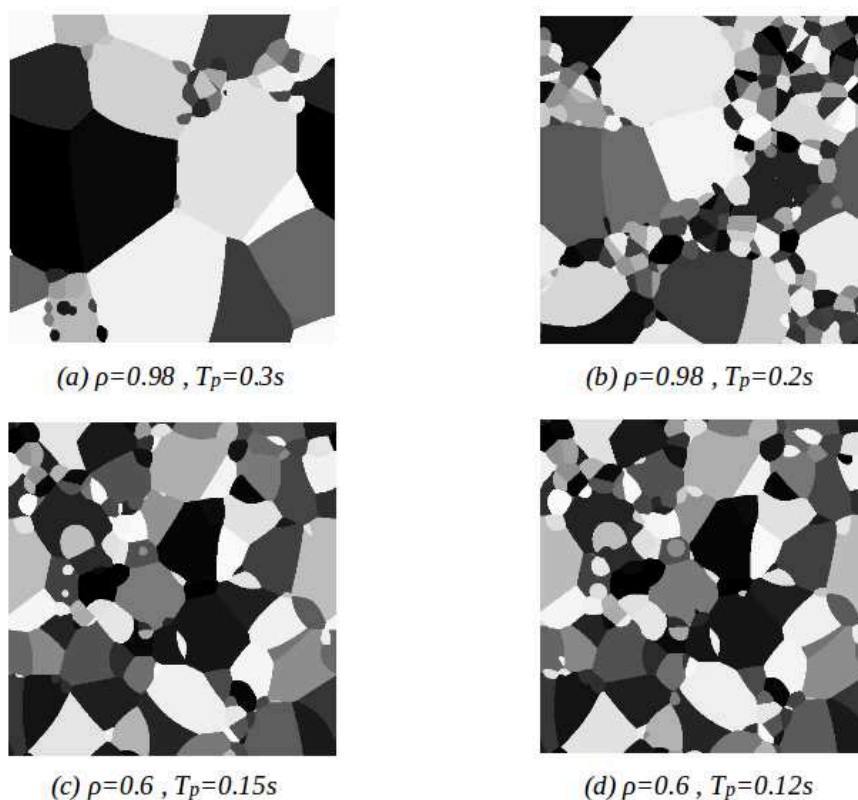


FIGURE 4.10 – Exploration manuelle d’un modèle à deux échelles incluant un pic de germination à T_p de $\rho\%$ des germes placés au total.

Cependant, pour des raisons de gain de temps, et notamment afin d’éviter de se perdre dans la construction d’un modèle trop détaillé, l’identification d’un tel modèle n’a pas été menée. En particulier, l’implémentation concrète d’un tel modèle nécessite d’associer à chaque germe non plus un temps de naissance, mais plutôt un pourcentage τ de remplissage de la microstructure à partir duquel ils sont autorisés à grandir. Tant que ce pourcentage n’est pas atteint, la microstructure continue de se remplir avec un taux de germination temporel constant.

Un autre point de discussion concerne la variabilité des caractéristiques morphologiques des grains en fonction de leur taille. En particulier, nous nous sommes demandés si les distributions des elongations et des orientations des grains suivaient des lois différentes selon les échelles. La réponse est apportée par une étude préliminaire réalisée sur

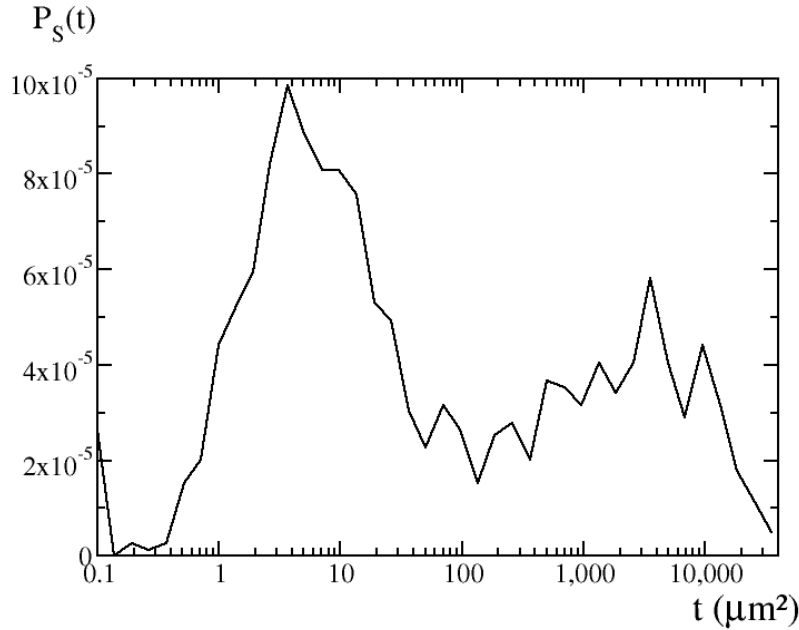


FIGURE 4.11 – Etude des propriétés morphologiques des grains en fonction de leur taille : histogramme des surfaces des grains (t en μm^2). Deux populations se distinguent. Seuil surfacique estimé à $100\mu m^2$.

l'image MEB. Après avoir tracé un histogramme de leurs surfaces, un seuil est choisi afin de diviser en deux la population des grains de TATB. On sépare ainsi les grains selon que leur surface soit inférieure ou supérieure à $100 \mu m^2$ (voir figure 4.11). Que ce soit leur distribution d'excentricités ou d'orientations, elles n'évoluent pas de façon significative en fonction de la taille des grains (voir figure 4.12).

Un autre point pouvant permettre de rendre la microstructure plus réaliste concerne la rugosité des joints de grain. En effet, les frontières engendrées par les modèles de Johnson-Mehl sont des quadriques et elles apparaissent comme extrêmement lisses au regard des observations expérimentales. Deux solutions peuvent être envisagées pour corriger cela. La première solution consiste à ajouter un terme aléatoire lors des calculs de fonction distances. Ce terme peut être vu comme un bruit qui viendrait perturber la croissance des grains. Les premières explorations ont consisté à rajouter un bruit gaussien de variance σ . Cela résulte en des grains déconnectés au niveau des frontières (voir figure 4.13). La reconnexion peut se faire via l'utilisation d'un filtre alterné dont la taille des filtres est de l'ordre de σ . Des résultats préliminaires sont présentés en figure 4.13.

Une deuxième solution consisterait à ajouter une variation déterministe dans la

propagation des joints de grains, au travers d'une fonction sinusoïdale (voir [76]). A nouveau, ces modèles de microstructure n'ont été explorés que de façon préliminaire. Il n'a pas été jugé nécessaire de s'attarder sur le détail de la microstructure qui, pour un comportement linéaire, n'apporterait sans doute pas grand chose aux observations qualitatives qui seront faites dans la suite du manuscrit.

Enfin, le dernier point abordé ici concerne la reproduction des artefacts de joints de granulés vestigiaux. L'une des idées proposée ici serait de représenter ces artefacts par des zones dans lesquelles la distribution des orientations morphologiques de croissance seraient localement parallèles. Un tel modèle peut être vu comme un modèle de Cox dans la distribution des germes et de leurs propriétés.

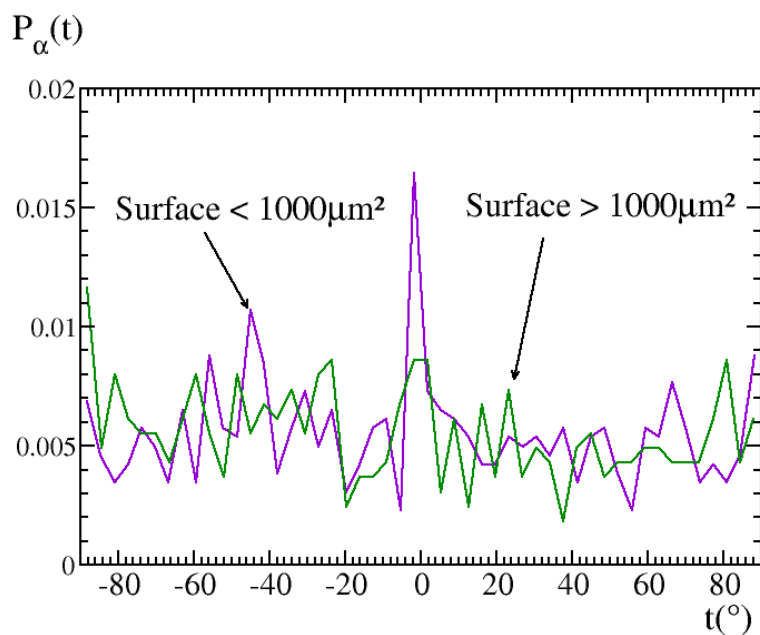
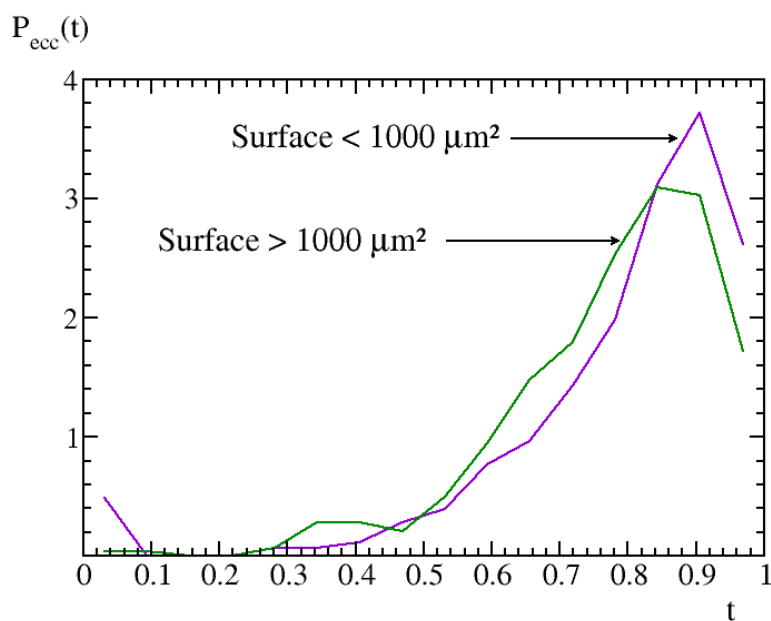


FIGURE 4.12 – Etude des propriétés morphologiques des grains en fonction de leur taille : aucune variabilité significative ne peut être relevée aussi bien dans la distribution d'excentricité (graphique du haut) que dans la distribution des orientations (graphique du bas).



FIGURE 4.13 – Illustration de la déconnexion des grains par l'utilisation d'un bruit gaussien lors du calcul des zones d'influence des germes. En haut, le résultat brut d'une telle partition. En bas, la reconnexion se fait à l'aide d'un filtre alterné. Certains éléments ne sont pas tout à fait reconnectés.



FIGURE 4.14 – Image binarisée après post-traitement d'une partition bruitée. La ressemblance visuelle avec les microstructures expérimentale est améliorée.

Chapitre 5

Etude micromécanique du polycristal parfait

COMME nous l'avons dit au chapitre 3, les travaux numériques commencent avec le polycristal parfait, dans l'hypothèse d'un comportement thermoélastique linéaire, afin de disposer d'une base de comparaison pour les travaux ultérieurs. Le paragraphe 5.1.1 présente d'abord le problème d'homogénéisation en thermoélasticité linéaire anisotrope appliqué au TATB polycristallin. Dans le paragraphe 5.2 nous présentons les résultats en termes de tenseurs effectifs d'élasticité et de dilatation thermique, les comparons avec les bornes connues, et discutons de leur représentativité statistique. Nous présentons succinctement au paragraphe 5.6.1 le cas de l'approximation hexagonale. Le paragraphe 5.6.2 termine le chapitre avec une étude détaillée des champs locaux et leur comparaison avec ceux prédits par le modèle auto-cohérent.

Cette étude préliminaire a été réalisée sur trois microstructures polycristallines de morphologies différentes. Chacune d'entre elles est issue d'un modèle de partition aléatoire dont les paramètres ont été identifiés afin de représenter au mieux le matériau étudié (cf chapitre 4). La première est une microstructure de Poisson-Voronoi (PV), la deuxième de Johnson-Mehl (JM). Ces deux premières microstructures ont été identifiées uniquement en termes de granulométrie. La troisième est une microstructure de Johnson-Mehl anisotrope (JMA) qui a été identifiée au sens de la granulométrie et de la distribution d'élongation de ses grains. Chacune de ces structures est discrétisée sur une grille régulière de 512^3 voxels, ce qui est une des conditions pour utiliser la méthode de calcul par transformée de Fourier.

5.1 Le problème d'homogénéisation

5.1.1 Formulation périodique en thermoélasticité

Le problème d'homogénéisation en champs complets par transformée de Fourier se présente comme un problème de structure en thermoélasticité, pour lequel la microstructure est soumise à la fois à des conditions aux limites périodiques, et à la sollicitation macroscopique thermomécanique.

En formulation cinématique, le champ de déplacement solution $\mathbf{u}(\mathbf{x})$ s'écrit :

$$\mathbf{u}(\mathbf{x}) = \mathbf{u}^*(\mathbf{x}) + \bar{\boldsymbol{\varepsilon}} \cdot \mathbf{x} \quad (5.1)$$

où $\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}$ est la déformation macroscopique imposée et $\mathbf{u}^*(\mathbf{x})$ la fluctuation locale du champ de déplacement, qui satisfait la condition aux limites périodique.

Dans ces conditions, le champ de déformation est tel que :

$$\boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x}) = \bar{\boldsymbol{\varepsilon}} + \boldsymbol{\varepsilon}^*(\mathbf{x}) \quad (5.2)$$

avec :

$$\boldsymbol{\varepsilon}_{ij}^*(\mathbf{x}) = \frac{1}{2}(\partial_i \mathbf{u}_j^*(\mathbf{x}) + \partial_j \mathbf{u}_i^*(\mathbf{x})) \quad (5.3)$$

Puisque le champ $\boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x})$ est intégrable, on peut écrire :

$$\begin{aligned} \langle \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x}) \rangle &= \bar{\boldsymbol{\varepsilon}} \\ \langle \boldsymbol{\varepsilon}^*(\mathbf{x}) \rangle &= \mathbf{0} \end{aligned} \quad (5.4)$$

où $\langle \cdot \rangle = \frac{1}{V} \int_{\Omega} \cdot dV$ désigne l'opération de moyenne volumique sur le domaine Ω , de volume V .

Le tenseur des contraintes $\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x})$ doit satisfaire l'équation d'équilibre :

$$\partial_i \sigma_{ij}(\mathbf{x}) = 0 \quad (5.5)$$

ainsi que la condition aux limites, pour laquelle le vecteur contrainte $\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) \cdot \mathbf{n}$ est anti-périodique, et la loi de comportement locale, supposée ici thermoélastique linéaire anisotrope :

$$\sigma_{ij}(\mathbf{x}) = C_{ijkl}(\mathbf{x}) [\varepsilon_{kl}(\mathbf{x}) - \alpha_{kl}(\mathbf{x}) \Delta T(\mathbf{x})] \quad (5.6)$$

où $\mathbb{C}(\mathbf{x})$ et $\boldsymbol{\alpha}(\mathbf{x})$ sont respectivement les tenseurs locaux d'élasticité et de dilatation thermique. On se limitera dans ce qui suit aux champs de température homogènes :

$$\Delta T(\mathbf{x}) = \overline{\Delta T} \quad (5.7)$$

où $\overline{\Delta T}$ est la sollicitation thermique (macroscopique) imposée.

Dans ces conditions, la réponse macroscopique $\bar{\sigma}$ à la sollicitation imposée $\bar{\varepsilon}$ est donnée par :

$$\bar{\sigma}_{ij} = \langle \sigma(\mathbf{x}) \rangle \quad (5.8)$$

5.1.2 Comportement thermoélastique local

On a supposé plus haut que le polycristal parfait est constitué de grains homogènes de TATB. Les tenseurs $\mathbb{C}(\mathbf{x})$ et $\boldsymbol{\alpha}(\mathbf{x})$ sont donc constants par morceaux. Cependant, la distribution d'orientations cristallographiques n'est pas connue dans le matériau étudié. En conséquence, on la considère aléatoire, et on procède comme suit.

Pour chaque grain, on tire une matrice de rotation aléatoirement en nous appuyant sur l'article de Shao et Badler [77] traitant de l'échantillonnage uniforme d'une sphère. Ce procédé permet de construire une distribution uniforme de matrices dans l'espace des rotations, ce qui permet d'obtenir un ensemble non texturé de propriétés pour le polycristal. Pour chaque monocristal, la matrice de rotation $\mathbf{R}(\mathbf{x})$ permet le passage du repère cristallographique local au repère commun de la simulation. On peut alors calculer les tenseurs d'élasticité et de dilatation thermique de chaque grain dans le repère du laboratoire par les formules :

$$\begin{aligned} C_{ijkl} &= R_{iI} R_{jJ} R_{kK} R_{lL} C_{IJKL}^{\text{TATB}} \\ \alpha_{ij} &= R_{iI} R_{jJ} \alpha_{IJ}^{\text{TATB}} \end{aligned} \quad (5.9)$$

où \mathbb{C}^{TATB} est donné par la relation 3.1, et $\boldsymbol{\alpha}^{\text{TATB}}$ par les relations 3.3 et 3.2 pour les données de Sun *et al.* [52] et de Kolb *et al.* [50] respectivement.

5.2 Tenseurs effectifs

5.2.1 Tenseur d'élasticité effectif

Le comportement effectif (ou homogénéisé) du matériau s'écrit :

$$\langle \sigma_{ij}(x) \rangle = C_{ijkl}^* (\bar{\varepsilon}_{kl} - \alpha_{kl}^* \overline{\Delta T}) \quad (5.10)$$

où \mathbb{C}^* et $\boldsymbol{\alpha}^*$ sont les tenseurs d'élasticité et de dilatation thermique effectifs respectivement.

Le calcul des tenseurs d'élasticité et de dilatation thermique effectifs pour chacune des microstructures peut se faire en appliquant divers chargements indépendants. Par exemple, imposons à la microstructure un chargement en déformation tel que :

$$\bar{\varepsilon} = \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad \Delta T = 0 \quad (5.11)$$

En récrivant l'équation 5.10 pour un tel chargement, en notation de Voigt, il vient :

$$\begin{pmatrix} \bar{\sigma}_1 \\ \bar{\sigma}_2 \\ \bar{\sigma}_3 \\ \bar{\sigma}_4 \\ \bar{\sigma}_5 \\ \bar{\sigma}_6 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11}^* \\ C_{21}^* \\ C_{31}^* \\ C_{41}^* \\ C_{51}^* \\ C_{61}^* \end{pmatrix} \quad (5.12)$$

On reconstruit ainsi le tenseur \mathbb{C}^* à l'aide de 6 chargements similaires (3 en compression uniaxiale, 3 en cisaillement pur). De façon analogue, un chargement en température $\overline{\Delta T} = 1$ à déformation macroscopique nulle nous permet d'obtenir le tenseur de dilatation thermique effectif de chaque microstructure. Les sept calculs sont menés en utilisant le schéma rotationnel, aussi appelé schéma tourné [34].

Les tenseurs effectifs d'élasticité obtenus sont symétriques et proches d'une forme isotrope :

$$\mathbb{C}_{\text{PV}}^* = \begin{pmatrix} 26.13 & 12.32 & 12.58 & -0.03 & 0.13 & -0.18 \\ 12.32 & 25.77 & 12.62 & 0.07 & 0.04 & -0.22 \\ 12.58 & 12.62 & 26.02 & 0.07 & 0.41 & 0.18 \\ -0.03 & 0.07 & 0.07 & 6.99 & 0.16 & 0.11 \\ 0.13 & 0.04 & 0.41 & 0.16 & 6.96 & 0.04 \\ -0.18 & -0.22 & 0.18 & 0.11 & 0.04 & 6.70 \end{pmatrix} \quad (5.13)$$

$$\mathbb{C}_{\text{JM}}^* = \begin{pmatrix} 25.16 & 12.50 & 12.40 & 0.00 & 0.26 & -0.05 \\ 12.50 & 26.66 & 12.53 & 0.06 & 0.00 & 0.15 \\ 12.40 & 12.53 & 26.35 & 0.08 & -0.12 & 0.03 \\ 0.00 & 0.06 & 0.08 & 07.28 & 0.10 & 0.09 \\ 0.26 & 0.00 & -0.12 & 0.10 & 6.62 & -0.08 \\ -0.05 & 0.15 & 0.03 & 0.09 & -0.08 & 6.67 \end{pmatrix} \quad (5.14)$$

$$\mathbb{C}_{\text{JMA}}^* = \begin{pmatrix} 25.65 & 12.72 & 12.43 & 0.06 & 0.12 & 0.02 \\ 12.72 & 25.74 & 12.62 & 0.06 & 0.04 & -0.02 \\ 12.43 & 12.62 & 26.00 & -0.25 & 0.15 & 0.07 \\ 0.06 & 0.06 & -0.25 & 6.88 & 0.05 & 0.03 \\ 0.12 & 0.04 & 0.15 & 0.05 & 6.85 & 0.02 \\ 0.02 & -0.02 & 0.07 & 0.03 & 0.02 & 7.10 \end{pmatrix} \quad (5.15)$$

5.2.2 L'approximation isotrope

Afin de déterminer les modules de compressibilité et de cisaillement effectifs des microstructures étudiées, nous projetons leurs tenseurs d'élasticité sur dans l'espace des tenseurs isotropes de la façon suivante :

$$(K_M^*, G_M^*) = \underset{(K,G) \in \mathbb{R}^2}{\operatorname{argmin}} \left(\sum_{i=1}^6 \sum_{j=1}^6 \|C_{M,ij}^* - C_{iso,ij}(K, G)\|^2 \right) \quad (5.16)$$

où K_M^* et G_M^* sont les modules de compressibilité et de cisaillement effectifs de la microstructure M respectivement, et où $\mathbb{C}_{iso}(K, G)$ représente le tenseur isotrope élastique de modules K et G .

5.2.3 Tenseur et coefficient de dilatation effectifs

Le tenseur de dilatation thermique effectif se déduit ensuite de l'équation 5.6 qui se réécrit pour un chargement thermique pur :

$$\boldsymbol{\alpha}^* = \frac{1}{\overline{\Delta T}} [\bar{\boldsymbol{\varepsilon}} - (\mathbb{C}_{iso}^*)^{-1} : \bar{\boldsymbol{\sigma}}] \quad (5.17)$$

En utilisant le fait que $\bar{\boldsymbol{\varepsilon}} = \mathbf{0}$ et $\overline{\Delta T} = 1$, on obtient le tenseur effectif de dilatation thermique isotrope :

$$\boldsymbol{\alpha}^* = -(\mathbb{C}_{iso}^*)^{-1} : \bar{\boldsymbol{\sigma}} \quad (5.18)$$

Le coefficient de dilatation thermique volumique effectif est finalement donné par :

$$\alpha^* = \boldsymbol{\alpha}_{kk}^* \quad (5.19)$$

5.2.4 Résultats

Les résultats de la démarche précédente sont regroupés dans le tableau 5.1. Ils soulignent le faible impact du détail de la microstructure sur les propriétés thermoélastiques effectives du matériau. Les modules élastiques effectifs ne varient pas de plus de 3,4%. De façon attendue, les propriétés thermiques dépendent fortement des données locales fournies en entrée lors du calcul des champs complets, mais ne varient que très peu d'une microstructure à l'autre pour un même jeu de données d'entrée.

La comparaison avec les résultats expérimentaux permet de conclure que la représentation du matériau étudié par un polycristal parfait de TATB surestime les modules mécaniques macroscopiques du matériau. Pour ce qui est des propriétés thermiques, les données de Sun *et al.* [52] permettent d'obtenir un résultat cohérent avec les observations expérimentales, contrairement aux données de Kolb & Rizzo [50]. À ce stade de la thèse, il est encore impossible de départager les jeux de données thermique. Nous avons

microstructure	K^* (GPa)	G^* (GPa)	α_v^* ($10^{-4}K^{-1}$)	
			Kolb [50]	Sun [52]
PV	17.24	6.72	2.33	1.38
JM	17.03	6.92	2.53	1.42
JMA	17.08	6.69	2.44	1.39
expérimentale	7.1	2.7	1.5	

TABLE 5.1 – Comparaison des modules effectifs d’un polycristal prédit par FFT pour différents modèles de partitions aléatoire.

néanmoins fait le choix de ne plus utiliser que le tenseur proposé par Sun *et al.* [52] dans la suite des travaux. Ce choix, bien qu’arbitraire, fera l’objet d’une discussion plus approfondie dans les conclusions de la thèse.

5.3 Représentativité

Les calculs présentés aux paragraphes précédents sont réalisés sur des microstructures aux dimensions finies (512^3 voxels). Cela amène naturellement à la question de la représentativité des résultats. On dit qu’un volume est représentatif lorsqu’il ne présente plus de fluctuations de ses propriétés effectives en fonction de sa taille. En d’autres termes, la question se pose de savoir si nous avons choisi des microstructures assez grandes pour atteindre l’ergodicité. Dans l’absolu, cette condition ne peut être vérifiée que par des milieux infinis. Cependant, en reprenant les travaux de Kanit *et al.* [78], nous définissons un volume comme étant statistiquement représentatif dès lors que les fluctuations de ses propriétés, c’est-à-dire la variance de ses propriétés effectives, reste en-dessous d’un seuil d’acceptabilité. Il est bon de noter que le Volume Élémentaire Représentatif (VER) d’une telle microstructure n’a aucune raison d’être identique pour chacune de ses propriétés. De même, il ne faut pas non plus confondre le VER des propriétés physiques avec le VER morphologique de la microstructure, qui sont deux concepts différents.

Dans la pratique, nous procédons comme suit. Nous réalisons un seul calcul sur un gros volume, en l’occurrence 512^3 voxels, pour lequel nous obtenons différents champs de contraintes à partir desquels nous dérivons les propriétés effectives. Ce volume est alors divisé en 8 sous-volumes cubiques égaux d’intersections nulles. Pour chacun de ces sous-volumes, on peut alors extraire leurs propriétés effectives respectives et la variance associée à ces 8 résultats. Une fois cette nouvelle variance calculée, on réitère la procédure sur chacun des sous-volumes étudiés. On itère le processus de subdivision ainsi jusqu’à avoir atteint la plus petite unité de calcul possible : le voxel. Dans un tel contexte, notre propriété d’intérêt Z peut être considérée comme une variable aléatoire. Z représente ici aussi bien le module de compressibilité effectif K^* , que le module de cisaillement effectif

G^* ou le coefficient de dilatation thermique volumique α_v^* . On peut démontrer [79, 80] que lorsque $V \gg A_3^Z$ et si A_3^Z est finie, alors la règle suivante s'applique :

$$\frac{D_Z^2(V)}{D_Z^2} = \frac{A_3^Z}{V} \quad (5.20)$$

où $D_Z^2(V)$ est la variance de Z avec la taille du volume considéré, D_Z^2 est la variance ponctuelle et A_3^Z est une constante qui définit la *portée intégrale*. En reprenant [51, 78], on en déduit alors le volume du VER grâce à la relation :

$$V_{VER} = \frac{4D_Z^2 A_3^Z}{\eta^2 Z^2} \quad (5.21)$$

où η représente la précision relative souhaitée sur l'estimation de la propriété Z .

La portée intégrale, la variance ponctuelle, et la précision relative sont calculées à partir de différents champs de contraintes. Selon la propriété que l'on souhaite étudier, il convient de choisir des champs de contraintes répondant à des sollicitations macroscopiques appropriées. Pour le module de compressibilité K^* , nous utilisons le champ de contrainte $\sigma_m(x) = \frac{1}{3}\sigma_{kk}(x)$ résultant d'un chargement en déformation tel que $\bar{\varepsilon}_{11} = 0.5$ et $\bar{\varepsilon}_{ij} = 0$ pour tout $(i, j) \neq (1, 1)$. Le module de cisaillement effectif G^* fait appel à la composante $\sigma_{12}(x)$ de la contrainte, pour un chargement tel que $\bar{\varepsilon}_{12} = \bar{\varepsilon}_{21} = 1$ et $\bar{\varepsilon}_{ij} = 0$ sinon. Enfin, pour le coefficient de dilatation thermique effectif, nous utilisons le champs $\sigma_m(x)$ pour un chargement thermique tel que $\overline{\Delta T} = 1$ et $\bar{\varepsilon}_{ij} = 0$ pour tout (i, j) .

Les calculs de portées intégrales et de précisions sont réalisés sur la microstructure de Johnson-Mehl anisotrope définie plus haut, contenant environ 3000 grains. Les variances $D_{K,G,\alpha}^2(V)$ sont représentées sur la figure 5.1 pour des sous-volumes V de taille croissante. Pour ce qui est des propriétés thermiques, le calcul de la portée intégrale n'a été fait que pour les données de Kolb *et al.* [50]. On obtient :

	Voxels μm^3	
A_3^K	37^3	48^3
A_3^G	34^3	44^3
A_3^α	34^3	45^3

Pour un volume de 512^3 voxels, cela correspond à des précisions relatives de 1,1%, 1,8% et 1,4%, pour l'estimation des modules de compressibilité, de cisaillement, et du coefficient de dilatation thermique effectifs respectivement. De manière inverse, on en déduit qu'il faudrait un volume contenant approximativement 360.000 grains pour atteindre une précision statistique de 0.1%, ce qui constitue un effort colossal pour un gain minime.

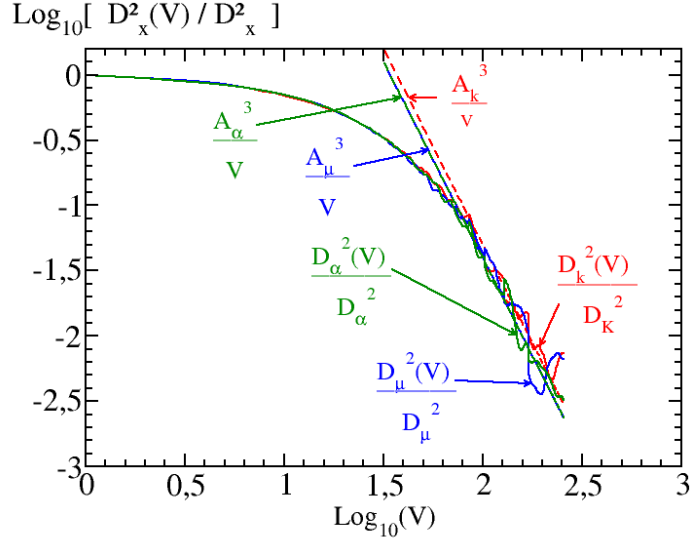


FIGURE 5.1 – Tracé des variances en fonction du volume du sous-domaine étudié. Détermination de la portée intégrale pour chaque propriété effective étudiée.

5.4 Comparaison avec les bornes existantes

Le présent paragraphe est destiné à confronter les résultats d'homogénéisation décrits plus haut à des modèles théoriques existants. Pour les polycristaux à symétrie triclinique, nous choisissons de nous comparer avec les modules élastiques prédits par les bornes de Voigt et de Reuss [81] :

$$\begin{aligned} K_R &\leq K^* \leq K_V \\ G_R &\leq G^* \leq G_V \end{aligned} \quad (5.22)$$

avec :

$$\begin{aligned} \frac{1}{K_R} &= (S_{11} + S_{22} + S_{33}) + 2(S_{12} + S_{23} + S_{31}) \\ \frac{15}{G_R} &= 4(S_{11} + S_{22} + S_{33}) - 4(S_{12} + S_{23} + S_{31}) + 3(S_{44} + S_{55} + S_{66}) \\ 9K_V &= (C_{11} + C_{22} + C_{33}) + 2(C_{12} + C_{23} + C_{31}) \\ 15G_V &= (C_{11} + C_{22} + C_{33}) - (C_{12} + C_{23} + C_{31}) + 3(C_{44} + C_{55} + C_{66}) \end{aligned} \quad (5.23)$$

où les C_{ij} sont les composantes du tenseur d'élasticité \mathbb{C}^{TATB} du monocristal en notations de Voigt, et les S_{ij} sont les composantes du tenseur de souplesse correspondant $\mathbb{S} = \mathbb{C}^{-1}$.

En ce qui concerne le coefficient de dilatation thermique volumique α_v^* , les seules bornes disponibles à notre connaissance sont données par Gibianski et Torquato [82], en fonction du module de compressibilité effectif K^* , qui doit de ce fait être connu. Les résultats du tableau 5.1 sont comparés aux bornes associées dans la figure 5.2 et ne les violent pas. Sur cette figure, les traits verticaux représentent les bornes de Reuss et de Voigt.

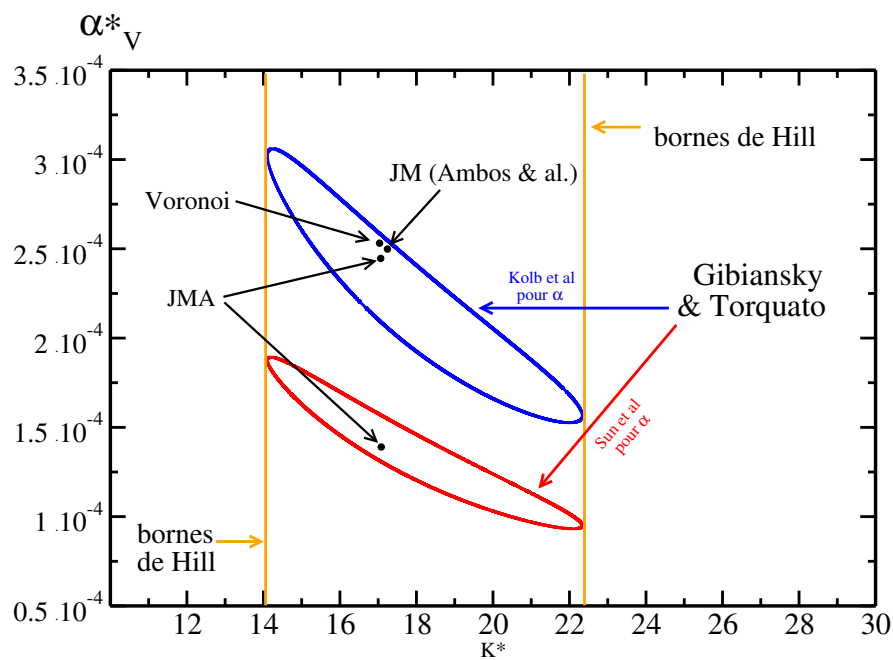


FIGURE 5.2 – Bornes de Gibianski et Torquato pour un polycristal. En bleu, les bornes prédites pour un polycristal ayant les propriétés thermiques de Kolb *et al.* [50]. En rouge, les bornes prédites pour un polycristal ayant les propriétés thermiques de Sun *et al.* [52].

Les résultats des prédictions FFT sont donc cohérents avec les bornes analytiques. Par ailleurs, on peut déjà noter ici la tendance du coefficient de dilatation thermique à diminuer lorsque le module de compressibilité augmente. Ce point est discuté plus avant au paragraphe suivant.

5.5 Etude des champs locaux

5.5.1 Histogrammes et cartes de champs

La résolution du problème thermoélastique au sein d'un polycristal nous permet d'aller plus loin que de simplement déduire les propriétés effectives macroscopiques. Elle permet d'obtenir les champs complets des contraintes et déformations locales au sein du matériau. Nous présentons ci-après des sections planes des champs obtenus lors des précédentes simulations. Les figures 5.3, 5.4, 5.5 et 5.6 correspondent respectivement aux chargements en compression uniaxiale dans la direction x , en cisaillement dans le plan xy , et en sollicitation thermique. Les coupes sont représentées dans le plan (x,y) des microstructures. Pour des raisons de symétrie vis à vis des chargements, nous ne montrons que certaines composantes des champs de déformation et de contrainte locaux. Les tons de rouge correspondent à des fortes valeurs, tandis que les tons de bleu correspondent aux valeurs les plus faibles dans le matériau. Afin d'obtenir des chartes de couleurs discriminantes, notons que sur ces extraits, les valeurs extrêmes ont été écrêtées (les 0.3% les plus bas ainsi que les 0.3% les plus hauts). Au bas de chaque figure, on indique :

- la composante considérée,
- les valeurs minimales et maximales observées dans la coupe,
- les valeurs minimales et maximales de la charte de couleur utilisée.

Ces cartes mettent en avant la forte hétérogénéité des champs locaux. Ce point deviendra crucial lorsqu'il s'agira d'activer des phénomènes non linéaires, notamment à seuil. En particulier, on remarque que la plupart des contraintes se concentrent le long des joints de grains, les cœurs des grains restant plus homogènes.

Afin de mieux appréhender l'hétérogénéité de ces champs, nous en traçons les histogrammes sur les figures 5.7, 5.8 et 5.9. Ces histogrammes normalisés représentant la probabilité de rencontrer un voxel dont la composante de déformation (resp. de contrainte) vaut ε_{ij} (resp. σ_{ij}) au sein de la microstructure. Les distributions de certaines composantes dont les rôles sont symétriques se recouvrent quasiment parfaitement. Par exemple, pour un chargement uniaxial en compression selon l'axe \mathbf{x} , il est normal d'observer une distribution des contraintes σ_{11} différente de la distribution des contraintes σ_{22} , tandis que cette dernière est identique à la distribution des contraintes σ_{33} .

Une autre observation concerne la différence des distributions pour les différentes microstructures. Les distributions pour les modèles de Poisson-Voronoi et Johnson-Mehl standard sont tracées en pointillé sur les figures ci-après et on observe qu'elles se superposent toutes, d'un modèle à l'autre. Cela démontre à nouveau une très faible sensibilité au détail de la microstructure, et en particulier au détail des interfaces. Des conclusions similaires ont déjà été observées en élasticité dans les travaux de Sauzay [83]. Dans le cas présent, ce résultat est attribué au contraste modéré entre les modules d'Young dans le plan et hors-plan du monocristal de TATB, qui valent respectivement 64 et 18 GPa.

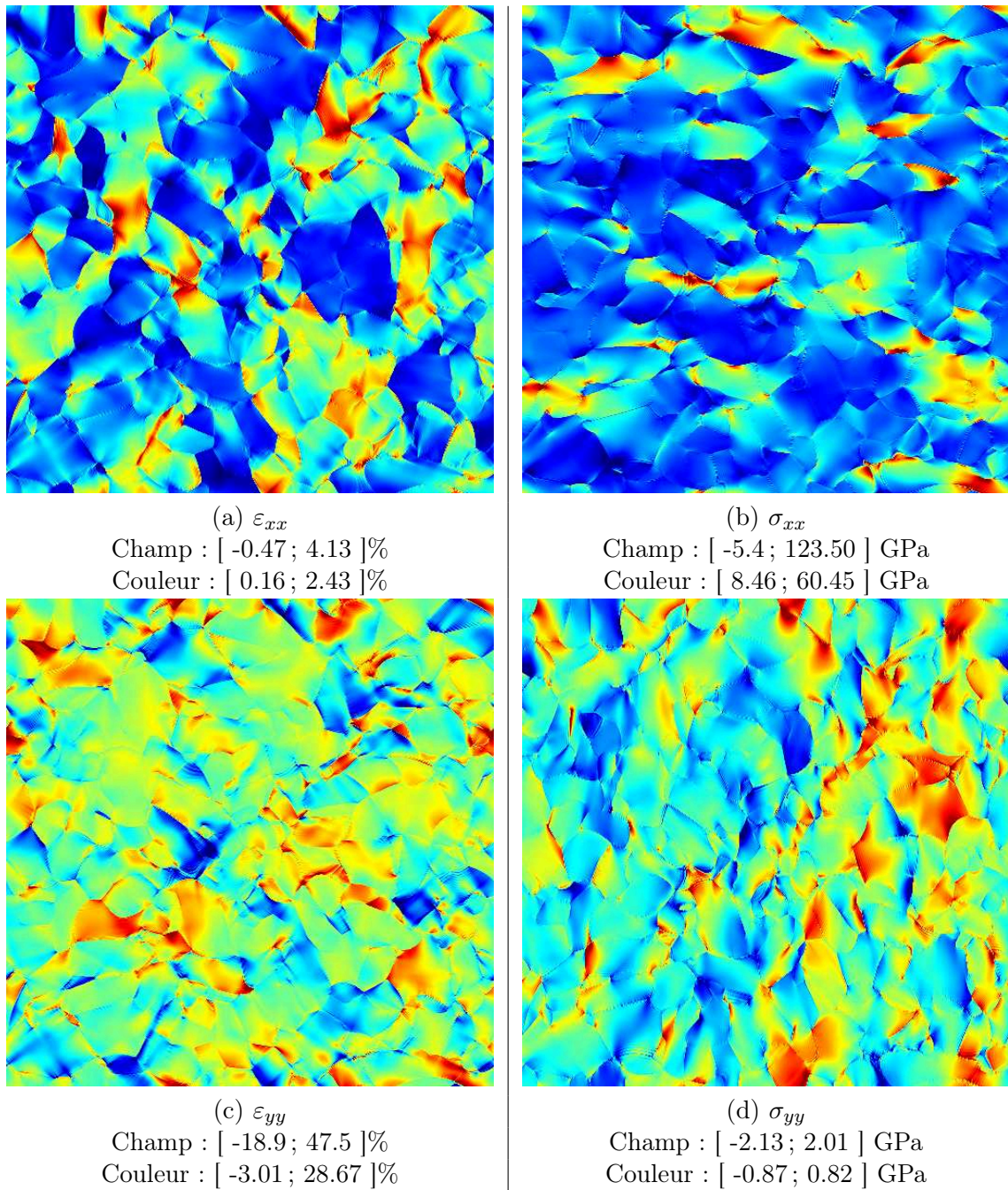


FIGURE 5.3 – Sections dans le plan (x,y) de cartes de champs pour une compression uniaxiale selon la direction x dans une structure de type Johnson-Mehl. Les images (a), (b), (c) et (d) représentent des composantes de déformation et de contrainte dans le sens de la compression et hors axe de compression.

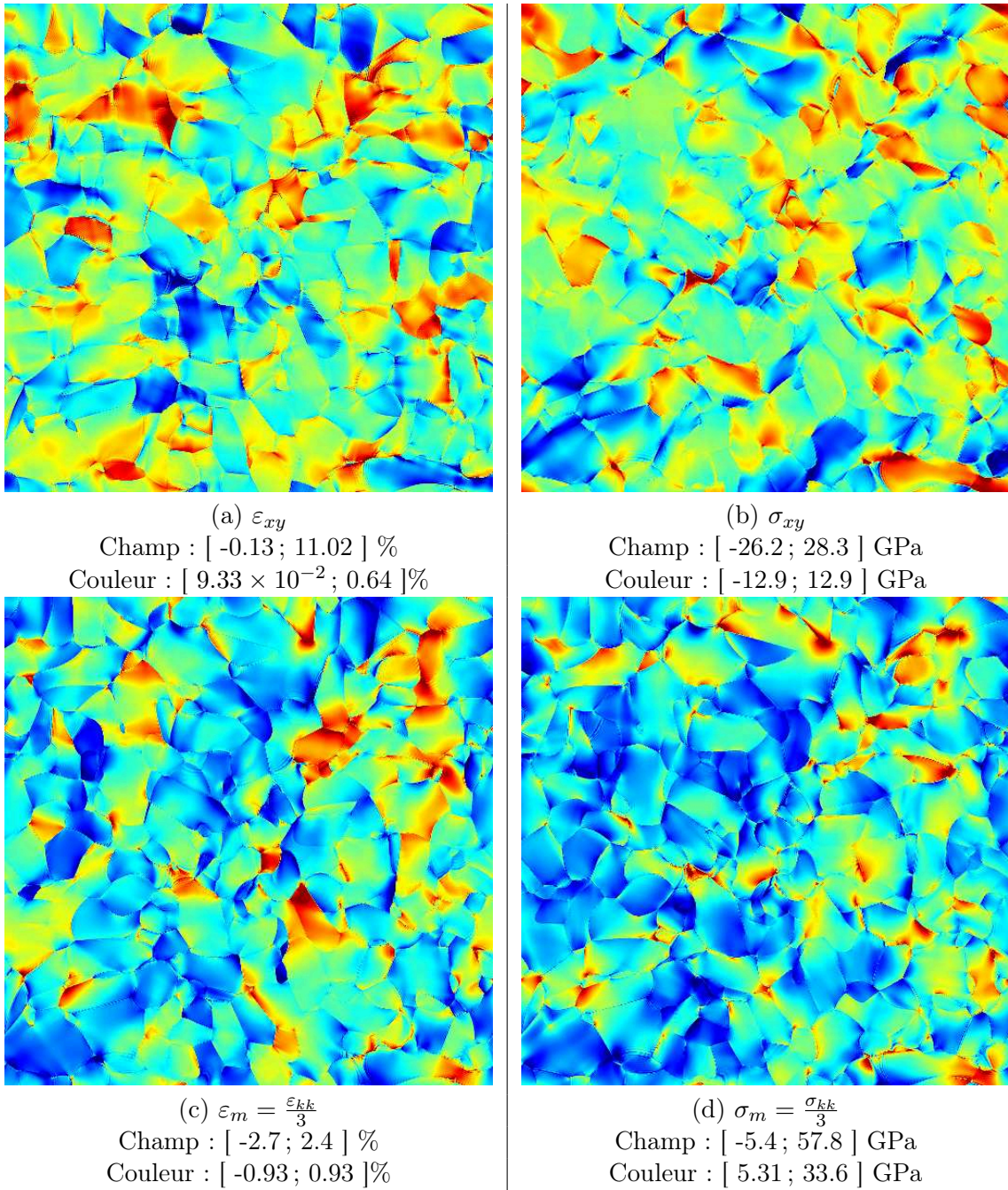


FIGURE 5.4 – Sections dans le plan (x,y) de cartes de champs pour une compression uniaxiale selon la direction x dans une structure de type Johnson-Mehl. Les images (a) et (b) représentent les composantes de déformation et de contrainte de cisaillement en xy. Les images (c) et (d) représentent la déformation moyenne et la contrainte moyenne.

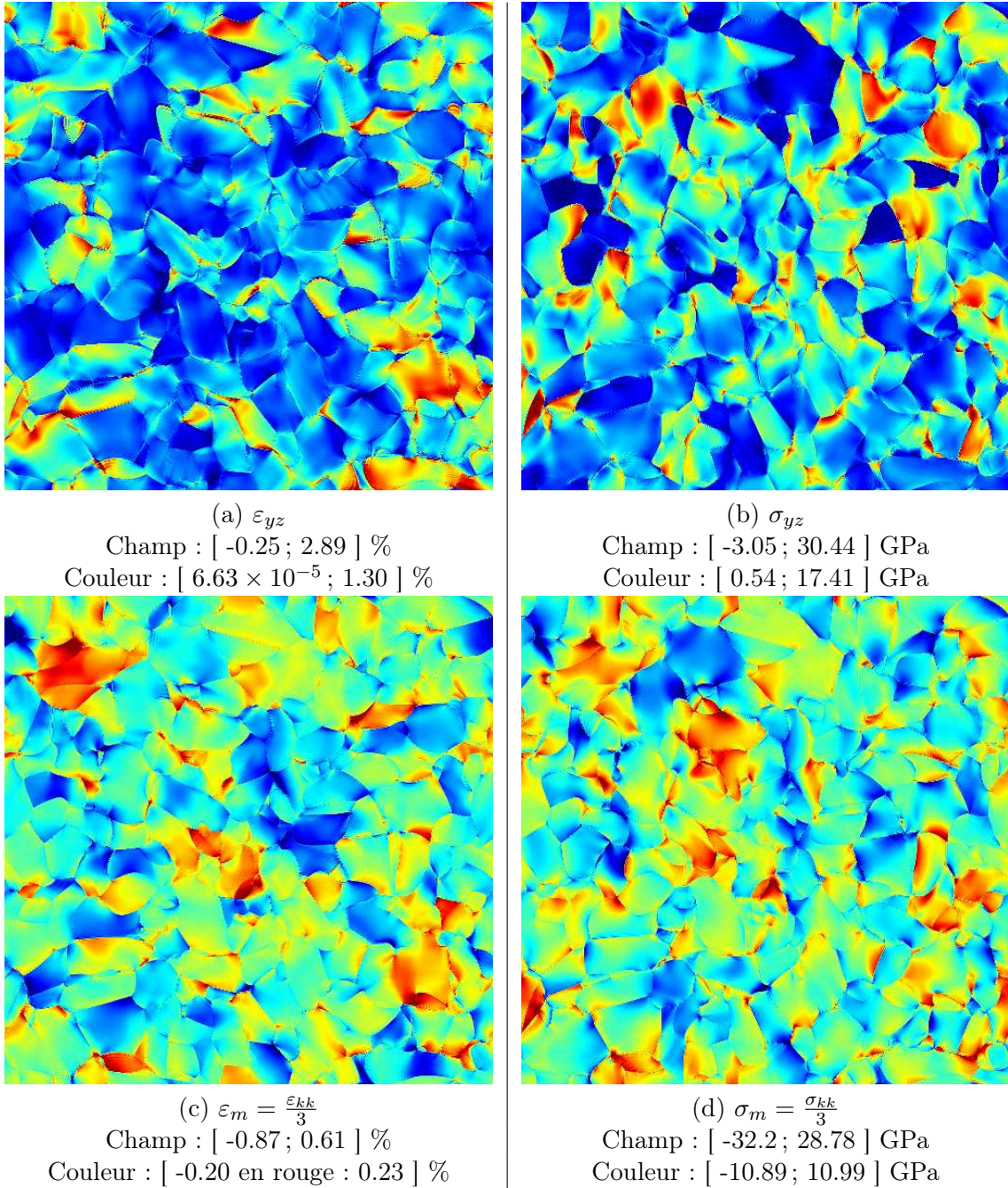


FIGURE 5.5 – Sections dans le plan (x,y) de cartes de champs pour une déformation en cisaillement pur (cisaillement d'axes yz) dans une structure de type Johnson-Mehl. Les images (a) et (b) représentent la composante de déformation et de contrainte associée au cisaillement imposé. Les images (c) et (d) représentent la déformation moyenne et la contrainte moyennes.

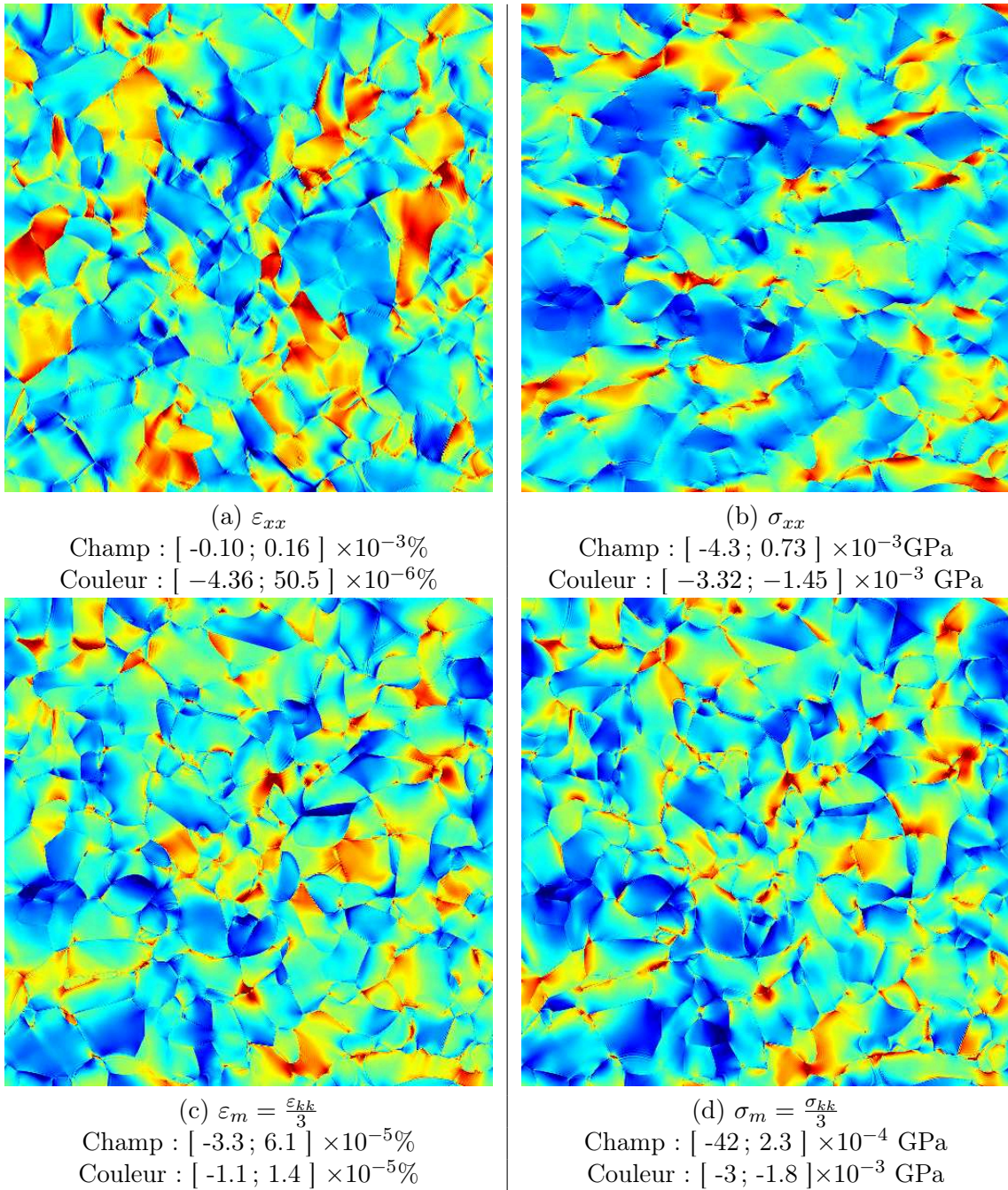


FIGURE 5.6 – Sections dans le plan (x,y) de cartes de champs pour une sollicitation thermique dans une structure de type Johnson-Mehl. Les images (a) et (b) représentent une composante de déformation et de contrainte respectivement. Les images (c) et (d) représentent la déformation moyenne et la contrainte moyennes.

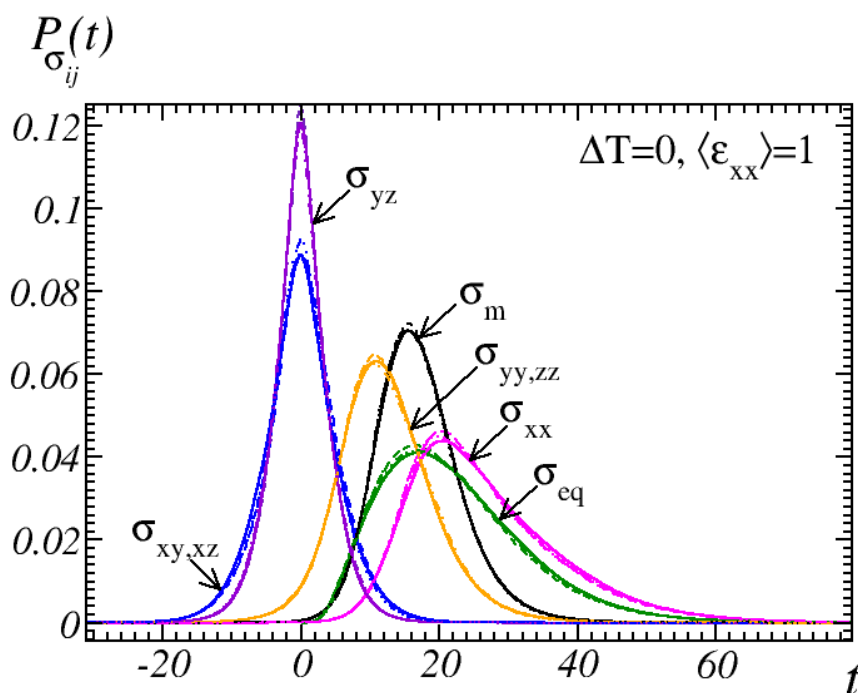
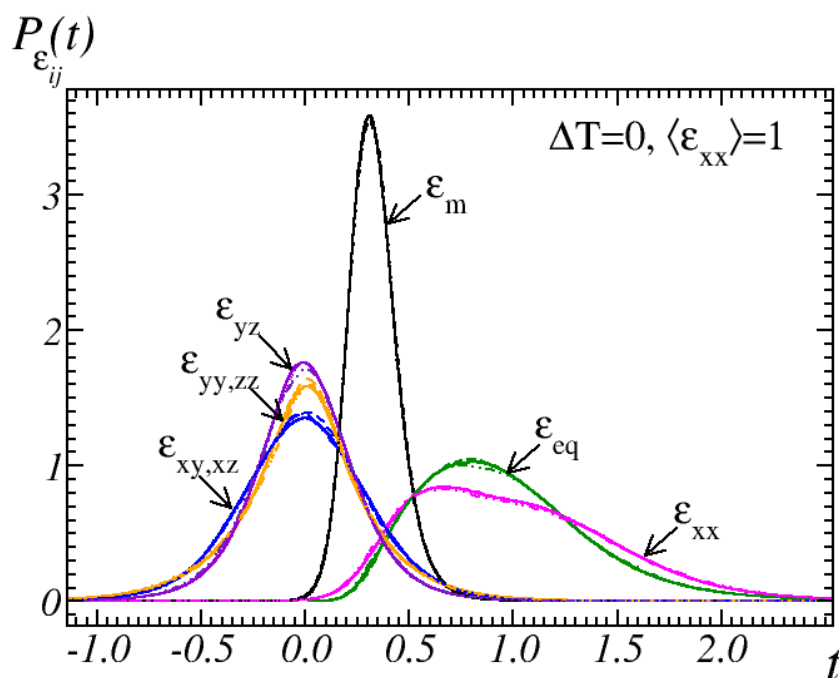


FIGURE 5.7 – Histogrammes normalisés des champs de déformations et de contraintes pour une compression uniaxiale selon l'axe x . En trait plein épais, les distributions pour la microstructure de Johnson-Mehl anisotrope. En traits pointillés, les distributions pour la microstructure de type Poisson-Voronoi. En trait fin, les distributions pour une microstructure de Johnson-Mehl isotrope. Les distributions se superposent quasiment parfaitement.

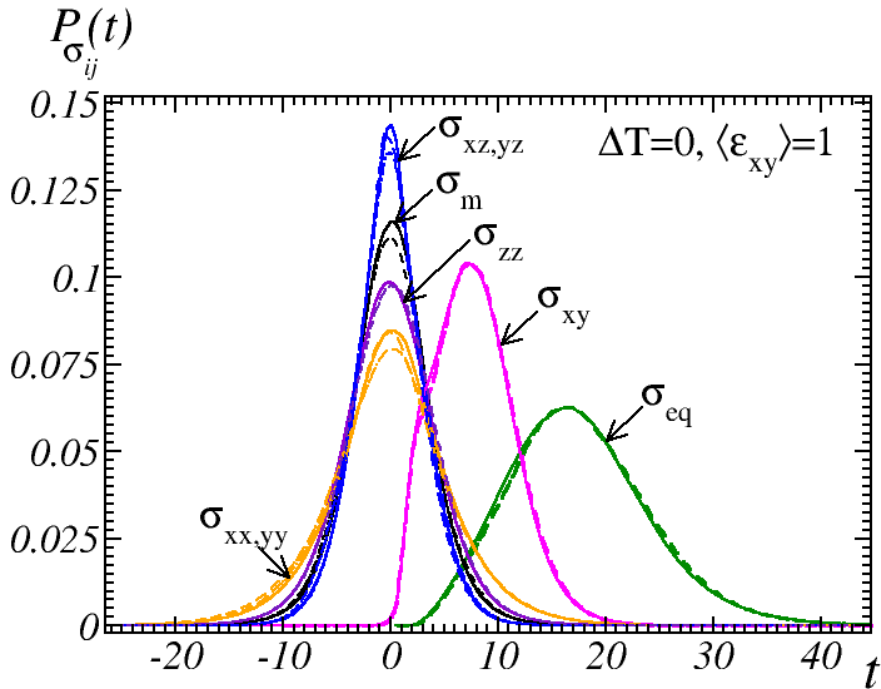
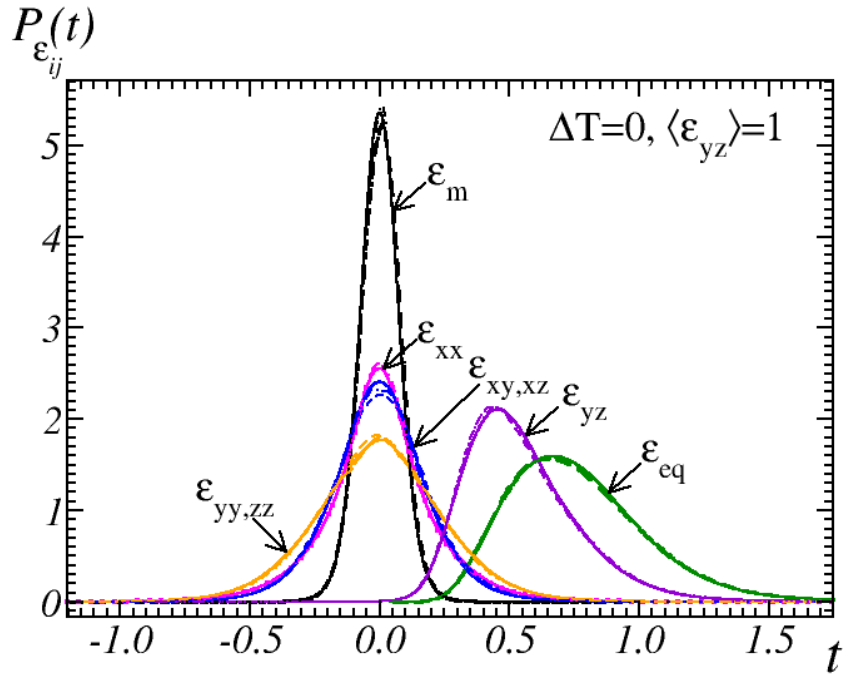


FIGURE 5.8 – Histogrammes des champs de déformations pour une déformation en cisaillement dans le plan xy. En trait plein épais, les distributions pour la microstructure de Johnson-Mehl anisotrope. En traits pointillés, les distributions pour la microstructure de type Poisson-Voronoi. En trait fin, les distributions pour une microstructure de Johnson-Mehl isotrope. Les distributions se superposent quasiment parfaitement.

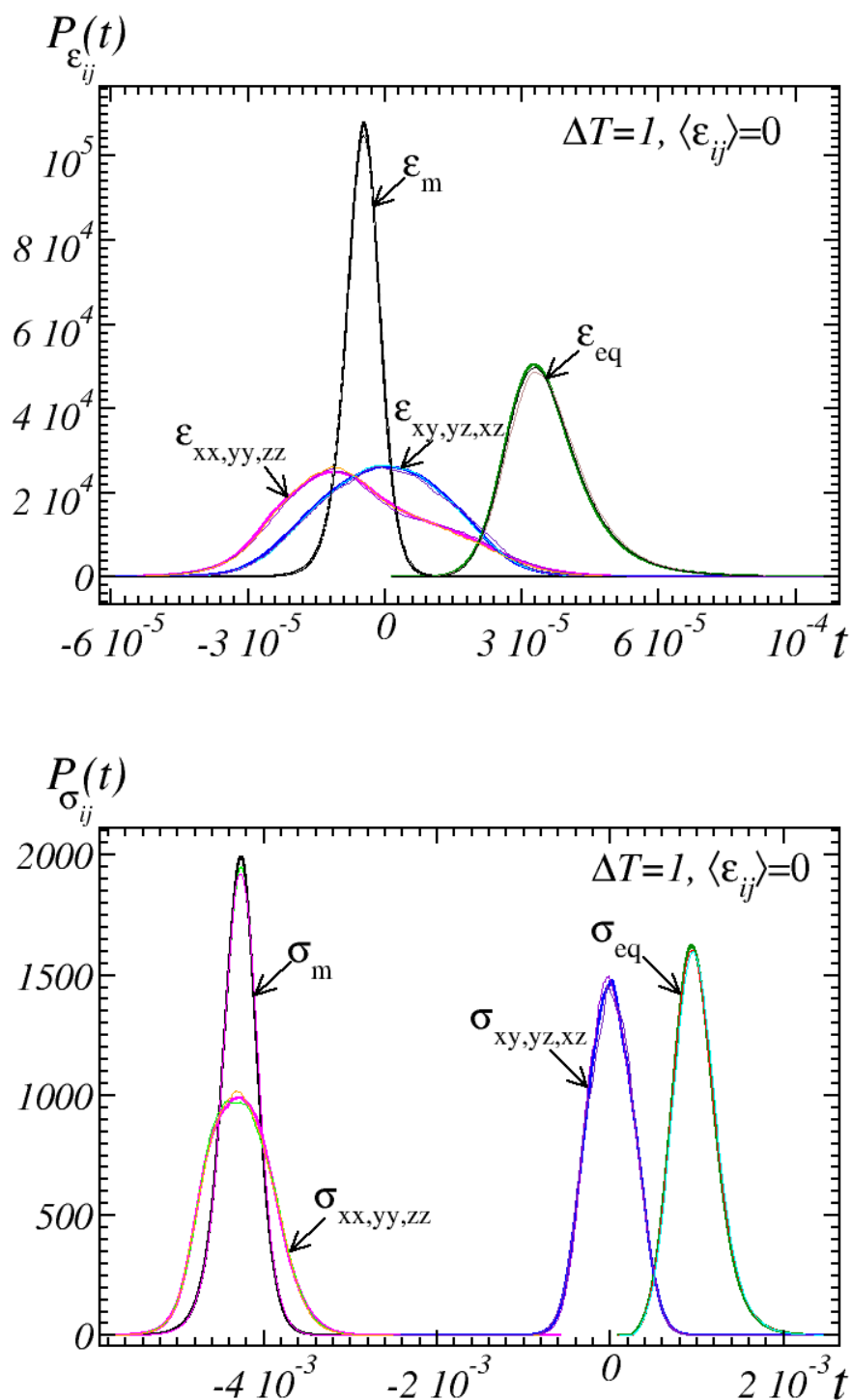


FIGURE 5.9 – Histogrammes des champs de déformations pour une sollicitation thermique à déformation nulle. En trait plein épais, les distributions pour la microstructure de Johnson-Mehl anisotrope. En traits pointillés, les distributions pour la microstructure de type Poisson-Voronoi. En trait fin, les distributions pour une microstructure de Johnson-Mehl isotrope. Les distributions se superposent quasiment parfaitement.

5.6 Comparaison avec le modèle auto-cohérent standard

Nous proposons une ultime validation partielle au travers de deux approches de type auto-cohérente.

La première méthode est basée sur la méthode auto-cohérente de Berryman [28], qui donnent accès aux modules élastiques isotropes effectifs d'un polycristal à symétrie tétragonale, trigonale, ou hexagonale. Pour le coefficient de dilatation thermique volumique, nous utilisons alors la formule de Hashin [84], qui s'applique dans le cas d'un polycristal à symétrie hexagonale.

La seconde approche, qui s'applique aux polycristaux à symétrie quelconque, est basée sur le modèle auto-cohérent standard utilisant l'approche de Hill-Eshelby [85, 86] (voir également [87]). Bien qu'elle permette aussi l'évaluation des propriétés thermoélastiques effectives, son intérêt est surtout de prédire les moyennes et seconds moments des champs par phase [88, 89], que l'on peut alors comparer directement aux résultats des simulations par transformée de Fourier.

5.6.1 Modules effectifs dans l'approximation hexagonale

La première approche comprend d'abord les expressions auto-cohérentes implicites dérivées du principe variationnel de Hashin et Shtrikman [90] pour les modules de compressibilité et de cisaillement effectifs [28]. Ces expressions sont valables pour les symétries tétragonale, trigonale et hexagonale. Mentionnons d'ailleurs que Berryman [28] donne également des bornes pour ces mêmes symétries. Ces bornes ne sont pas utilisées ici. Le module de compressibilité effectif est ensuite injecté dans la formule de Hashin [84], valable seulement dans le cas hexagonal, pour obtenir le coefficient de dilatation thermique volumique effectif.

Pour rendre possibles ces estimations, il est nécessaire de mettre les tenseurs d'élasticité et de dilatation thermique sous une forme à symétrie hexagonale. Pour cela, il aurait été possible d'utiliser la procédure rigoureuse proposée par Tu [91], mais dans le présent cadre exploratoire, nous avons choisi la simplicité :

- les coefficients C_{11} et C_{22} sont remplacés par $\frac{C_{11}+C_{22}}{2}$
- les coefficients C_{13} et C_{23} sont remplacés par $\frac{C_{13}+C_{23}}{2}$
- les coefficients C_{44} et C_{55} sont remplacés par $\frac{C_{44}+C_{55}}{2}$
- le coefficient C_{66} prend la valeur $\frac{C_{11}-C_{12}}{2}$
- tous les autres coefficients sont mis à zéro.

Ces différentes modifications renvoient le tenseur suivant, en notations de Voigt :

$$\mathbb{C}_{\text{hex.}}^{\text{TATB}} = \begin{pmatrix} 63.8 & 18.5 & 4.5 & 0 & 0 & 0 \\ & 63.8 & 4.5 & 0 & 0 & 0 \\ & & 18.3 & 0 & 0 & 0 \\ & & & 1.0 & 0 & 0 \\ \text{sym} & & & & 1.0 & 0 \\ & & & & & 22.6 \end{pmatrix} \quad (5.24)$$

Les modules élastiques obtenus par la méthode de Berryman [28] sont regroupés dans le tableau 5.2. Sans surprise, ils s'avèrent très proches des prédictions obtenues par FFT.

Pour déterminer le coefficient de dilatation thermique volumique du polycristal précédent, nous utilisons la formule de Hashin [84] :

$$tr(\boldsymbol{\alpha}^*) = tr(\boldsymbol{\alpha}^{\text{TATB}}) + (\alpha_{33}^{\text{TATB}} - \alpha_{11}^{\text{TATB}}) \frac{S_{iikk}^* - S_{iikk}^{\text{TATB}}}{S_{ii33}^{\text{TATB}} - S_{ii11}^{\text{TATB}}} \quad (5.25)$$

Nous procédons donc cette fois à une simplification du tenseur de dilatation thermique du monocristal de TATB. Les modifications sont les suivantes :

- les coefficients α_{11} et α_{22} sont remplacés par $\frac{\alpha_{11} + \alpha_{22}}{2}$,
- le coefficient α_{33} est laissé intact,
- tous les autres coefficients sont mis à zéro.

Le tenseur résultant de ces modifications est le suivant (en utilisant les données de Sun *et al.* [52]) :

$$\boldsymbol{\alpha}_{\text{hex.}}^{\text{TATB}} = \begin{pmatrix} 10.65 & 0 & 0 \\ & 10.65 & 0 \\ \text{sym} & & 166.2 \end{pmatrix} \quad (5.26)$$

Le coefficient de dilatation thermique obtenu par la formule de Hashin [84] est intégré au tableau 5.2. Les résultats obtenus par cette première méthode sont très proches des prédictions FFT et restent en accord avec les bornes de Gibianski et Torquato [82].

5.6.2 Étude des champs locaux dans le cas triclinique

La théorie auto-cohérente de Hill-Eshelby [85, 86], a été utilisée avec succès par le passé par Brenner *et al.* [87], qui ont développé un code Fortran donnant accès aux propriétés thermoélastiques effectives, ainsi que celle des moyennes et seconds moments des champs de contraintes et de déformations par phase au sein du polycristal. En collaboration avec R. Brenner, de l'Institut Jean Le Rond d'Alembert (Université Pierre et Marie Curie), ce code a été mis en œuvre pour comparer les prédictions par FFT à celles du modèle auto-cohérent.

	K^* (GPa)	G^* (GPa)	α_v^* ($10^{-4} K^{-1}$)
Prédictions FFT	17.02	6.91	1.48
auto-cohérent	$\underbrace{16.98 \quad 6.85}_{Berryman(2005)}$		$\underbrace{1.49}_{Hashin(1984)}$

TABLE 5.2 – Comparaison des prédictions FFT avec le modèle auto-cohérent de Berryman et la formule de Hashin.

Pour ce modèle auto-cohérent, la description de la microstructure se limite à la fraction volumique de chaque phase et à son orientation cristallographique. En toute rigueur, dans cette approche, une « phase » représente l'ensemble des grains de même orientation cristallographique. En pratique, rien ne s'oppose à considérer que l'orientation cristallographique d'un grain est unique, puisque tirée aléatoirement. Nous avons donc confondu les notions de grain et de phase pour ces simulations.

Afin d'opérer une comparaison rigoureuse, nous avons retenu la microstructure de Johnson-Mehl anisotrope décrite plus haut, dont nous avons extrait les fraction volumique et orientation cristallographique de chaque grain, que nous avons injectées dans le code auto-cohérent. De plus, pour ces simulations, tous les grains sont assimilés à des inclusions sphériques, afin de conserver le caractère isotrope des propriétés effectives prédites.

Le tenseur d'élasticité effectif obtenu est le suivant (en GPa) :

$$\mathbb{C}_{AC}^* = \begin{pmatrix} 25.98 & 12.28 & 12.50 & -0.06 & 0.11 & -0.12 \\ 12.28 & 25.84 & 12.31 & -0.19 & 0.04 & -0.02 \\ 12.50 & 12.31 & 26.26 & -0.07 & 0.18 & 0.02 \\ -0.06 & -0.19 & -0.07 & 6.60 & 0.02 & 0.12 \\ 0.11 & 0.04 & 0.18 & 0.02 & 6.84 & -0.15 \\ -0.12 & -0.02 & 0.02 & 0.12 & -0.15 & 6.49 \end{pmatrix} \quad (5.27)$$

et le tenseur de dilatation thermique effectif est donné par (en $10^{-6} K^{-1}$) :

$$\alpha_{AC}^* = \begin{pmatrix} 49,57 & 0,31 & -1,79 \\ 0,31 & 51,29 & 1,86 \\ -1,79 & 1,86 & 47,94 \end{pmatrix} \quad (5.28)$$

Les modules isotropes associés sont donnés dans le tableau 5.3. À nouveau, les résultats obtenus sont très proches de ceux obtenus par FFT, ainsi que de ceux obtenus par les modèles de Berryman [28] et de Hashin [84].

	K^* (GPa)	G^* (GPa)	α_v^* (10^{-4} K $^{-1}$)
FFT	17.02	6.91	1.48
AC	16.87	6.83	1.49

TABLE 5.3 – Comparaison des propriétés thermoélastiques effectives obtenues par transformée de Fourier (FFT) et par méthode auto-cohérente (AC).

On s'attache maintenant à comparer les champs prédits par les deux méthodes. La méthode auto-cohérente ne prédit pas les champs complets, mais seulement les premiers et les seconds moments des champs par phase (ici par grain) définis par :

$$\begin{aligned}\langle a_{ij} \rangle_p &= \frac{1}{V_p} \int_{\Omega_p} a_{ij} dV \\ \langle a_{ij} \cdot a_{kl} \rangle_p &= \frac{1}{V_p} \int_{\Omega_p} a_{ij} \cdot a_{kl} dV\end{aligned}\tag{5.29}$$

pour le champ \mathbf{a} relatif au grain Ω_p de volume V_p .

On extrait ces grandeurs des simulations en champs complets par FFT, et on les compare aux résultats auto-cohérents pour un chargement uniaxial (dans la direction x) sur la figure 5.11, un chargement de cisaillement (dans le plan xy) sur la figure 5.12, et un chargement thermique (à déformation nulle) sur la figure 5.10. Nous ne donnons ici les résultats que pour certaines composantes des champs locaux.

Les coefficients de corrélation de Pearson calculés pour chacune de ces figures oscillent entre 0,4 et 0,7, tandis que les coefficients de corrélation de Spearman prennent des valeurs allant de 0,5 à 0,8, ce qui confirme une certaine cohérence entre les deux prédictions. Notons que les moyennes macroscopiques pour chaque composante ne varient pas de plus de 4% entre les prédictions FFT et les prédictions auto-cohérentes. Le plus souvent, elles sont de l'ordre de 1% ou moins. En d'autres termes, les tenseurs effectifs ont des différences terme à terme très petites. Cette analyse quantifie l'observation suivante : les méthodes FFTs renvoient des moyennes par grain dont la moyenne *globale* est quasiment identique à celle prédite par les méthodes autocohérentes, mais elles sont plus étalées et comportent un certain nombre de valeurs extrêmes qu'on ne retrouve pas dans les prédictions auto-cohérentes.

Afin de vérifier cette hypothèse, nous regroupons les grains par classes d'orientation, et déterminons les moyennes et seconds moments par classe pour les simulations FFT et auto-cohérentes, et traçons à nouveau les nuages de corrélations associés. La figure 5.13 montre les résultats pour la composante ε_{11} du champ de déformation en compression uniaxiale. Les classes d'orientation sont définies sur l'angle θ formé par la normale au plan (a, b) de la maille cristalline et l'axe x du repère de la microstructure, qui est l'axe de chargement pour la compression uniaxiale. Cet angle peut toujours être ramené entre 0 et $\frac{\pi}{2}$ et nous regroupons les grains en 20 classes angulaires d'amplitude $\frac{\pi}{40}$.

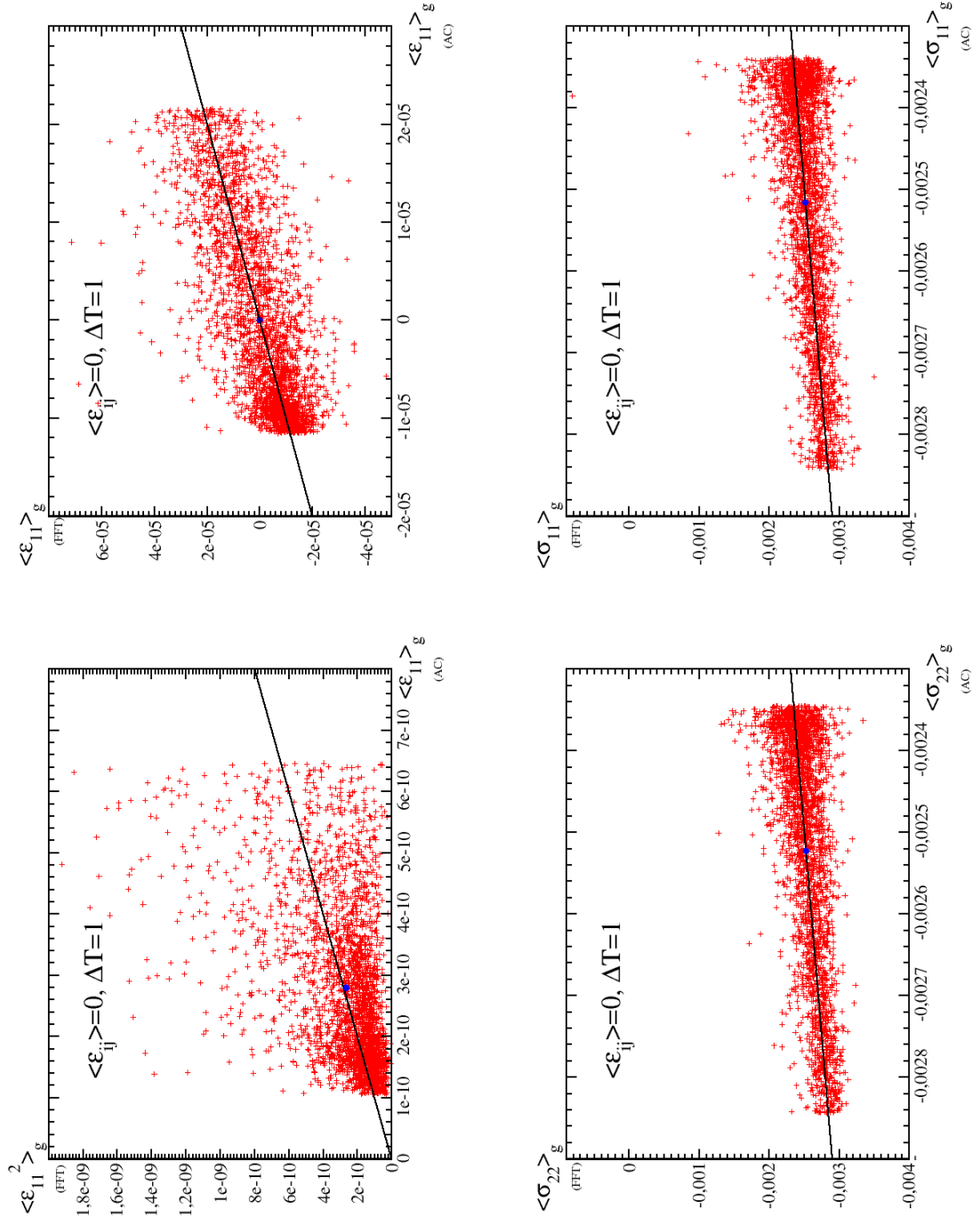


FIGURE 5.10 – Comparaison des moyennes par phase pour un polycristal de TATB sous sollicitation thermique. En abscisses, les moyennes prédites par la méthode auto-cohérente. En ordonnées, les moyennes calculées à partir des calculs FFTs. En noir, la droite d'équation $y = x$, et en bleu, la comparaison de la moyenne globale du champs.

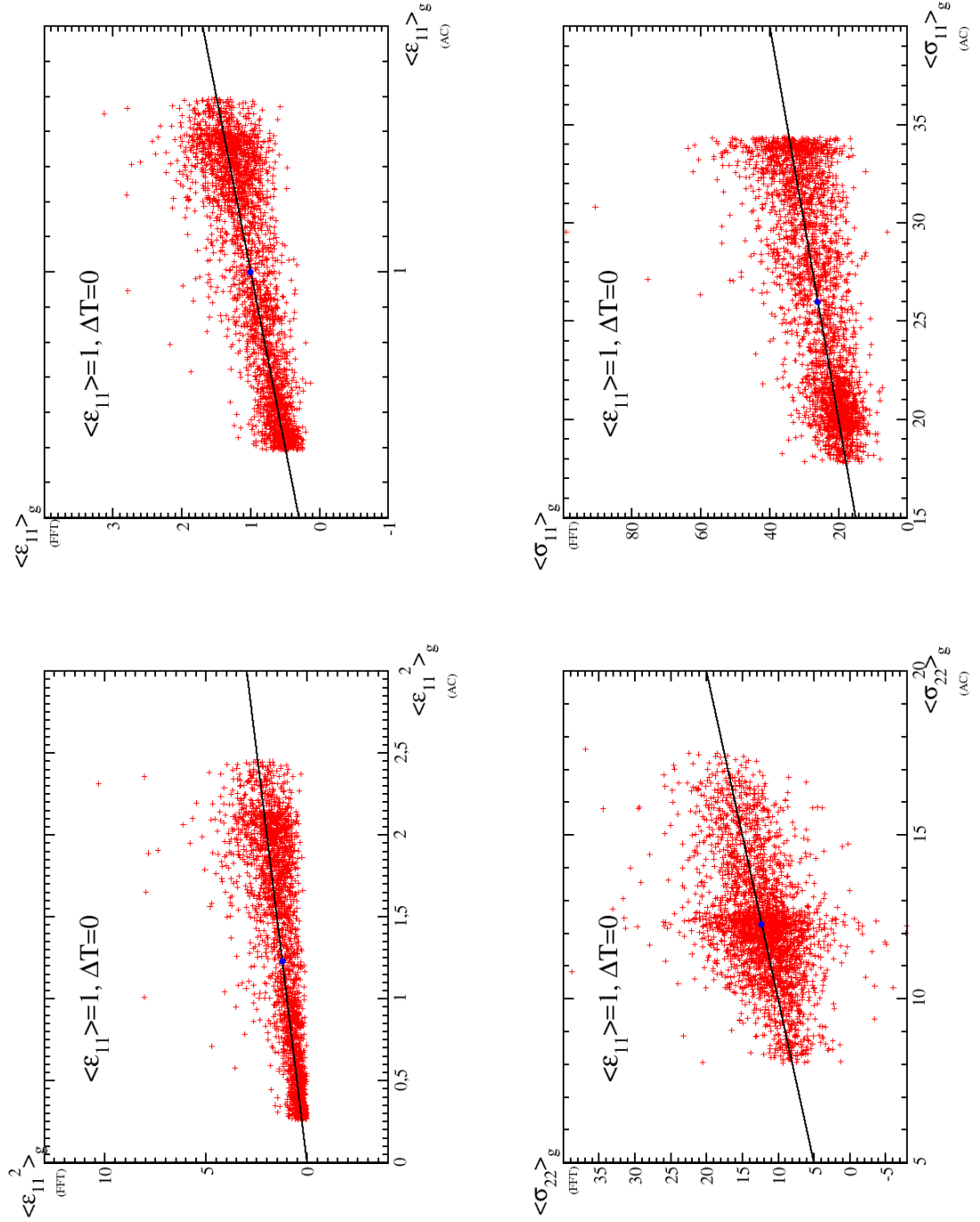


FIGURE 5.11 – Comparaison des moyennes par phase pour un polycristal de TATB sous compression uniaxiale. En abscisses, les moyennes prédites par la méthode auto-cohérente. En ordonnées, les moyennes calculées à partir des calculs FFTs. En noir, la droite d'équation $y = x$, et en bleu, la comparaison de la moyenne globale du champs.

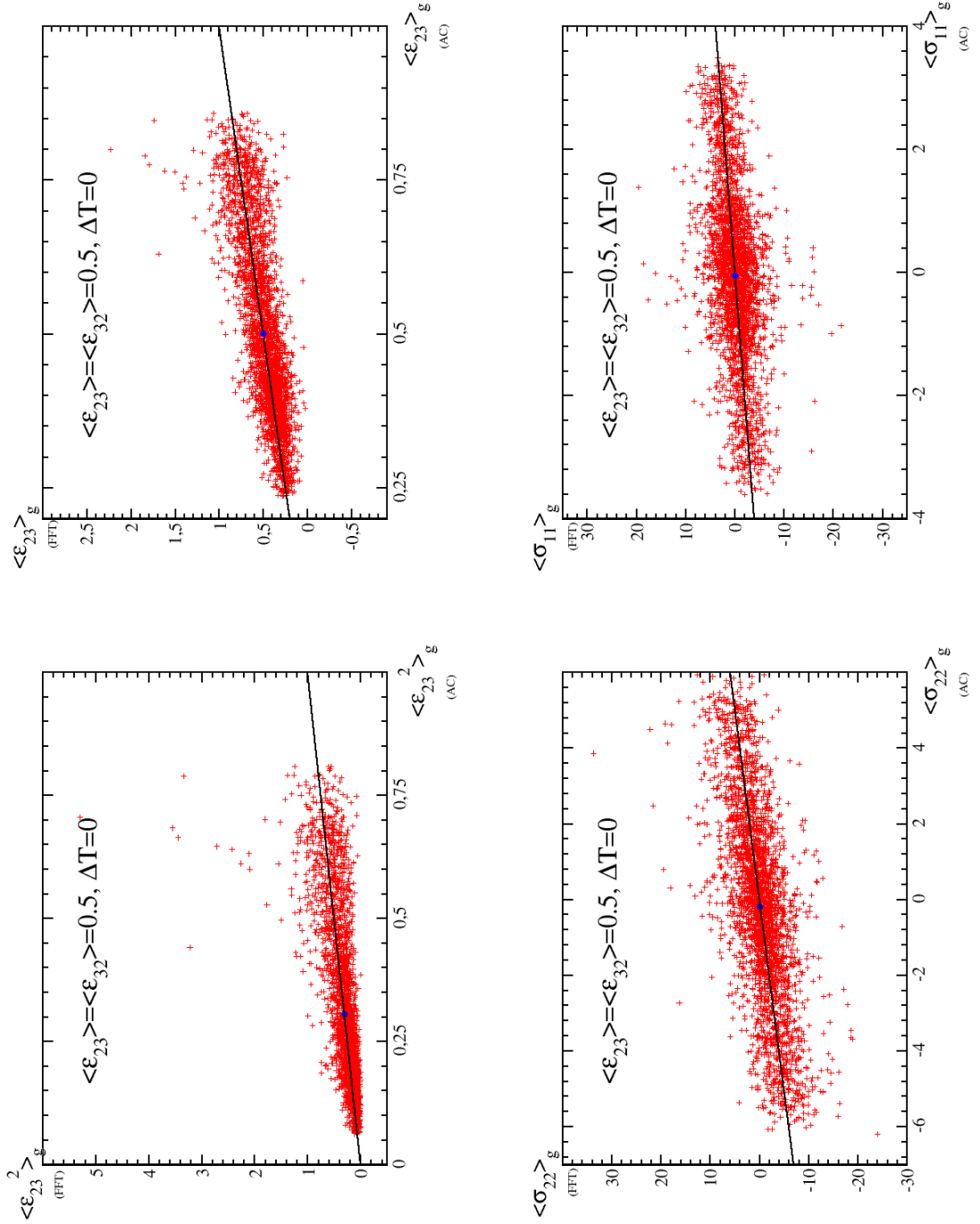


FIGURE 5.12 – Comparaison des moyennes par phase pour un polycristal de TATB sous sollicitation en cisaillement pur. En abscisses, les moyennes prédites par la méthode auto-cohérente. En ordonnées, les moyennes calculées à partir des calculs FFTs. En noir, la droite d'équation $y = x$, et en bleu, la comparaison de la moyenne globale du champs.

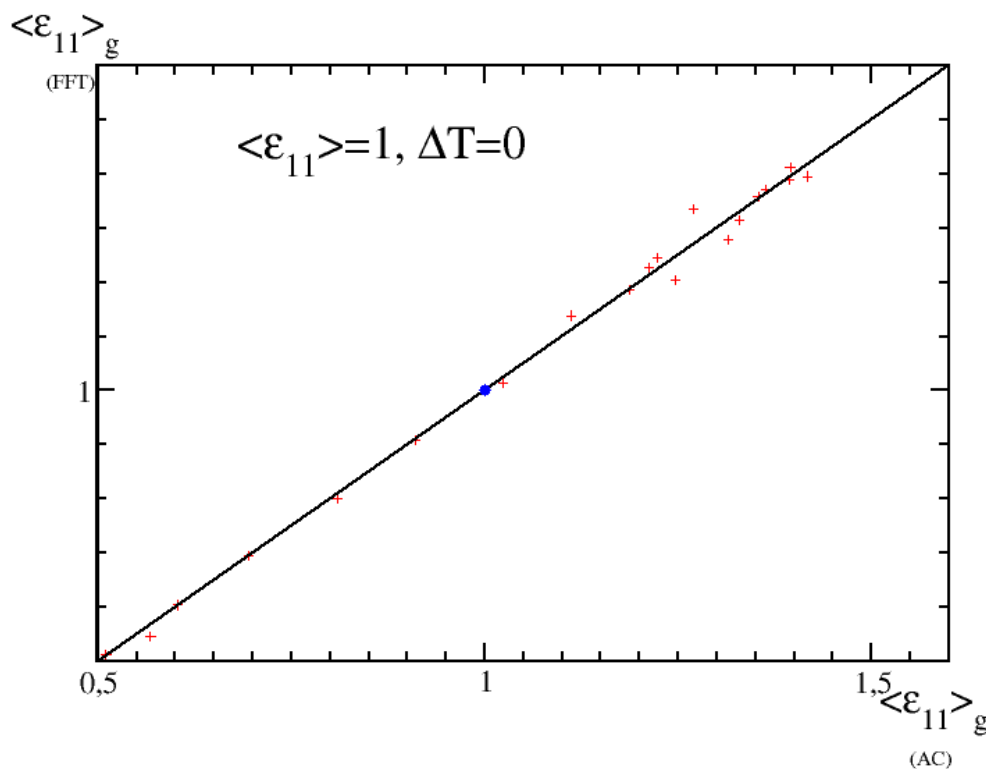


FIGURE 5.13 – Comparaison des moyennes des champs de déformation par classe d’orientations de grains relativement à l’axe de chargement uniaxial. Une fois les grains regroupés en classes, la corrélation s’améliore entre les prédictions FFT et les prédictions auto-cohérentes.

Les résultats montrent l’excellence du modèle auto-cohérent quant aux moyennes par phase. Il est cependant aveugle au détail de la microstructure. En particulier, il est incapable de capturer des effets dus au voisinage d’un grain dont les configurations peuvent entraîner localement des valeurs extrêmes dans les champs de déformation et de contrainte. En revanche, ils parviennent tout à fait à prédire le comportement moyen d’une phase dont on connaît l’orientation et dont les voisins, en moyenne, suivent des distributions isotropes d’orientations.

Un tel effet de la microstructure a déjà été évoqué dans la littérature lors d’une comparaison entre éléments finis et auto-cohérent pour des métaux paramétrés par l’amplitude de leur anisotropie [92]. L’auteur compare deux effets distincts liés à l’arrangement local des cristaux. Le premier est celui de l’orientation du cristal par rapport à l’axe du chargement. Le deuxième est celui du voisinage. Pour chacun de ces effets, différentes configurations sont testées par éléments finis, et la variance des moments au sein

du grain est analysée. La conclusion apportée est la suivante : le voisinage du grain contrôle son comportement de manière plus forte que son orientation intrinsèque, bien que cette dernière ait aussi un impact. De façon analogue, Cule & Torquato [93] démontrent l'importance des configurations locales dans les champs de propriétés locales pour un matériau en conductivité électrique.

Les différents moments par grain prédits par la méthode auto-cohérente peuvent être utilisés pour reconstruire des distributions de champs de déformation au sein de la microstructure. Pour ce faire, on suppose que les distributions de chaque composante du champ de déformation suivent une loi normale \mathcal{N} dont les moments, à l'intérieur de chaque phase, sont ceux prédits par la méthode auto-cohérente. La distribution reconstruite du champ $P^{\text{AC}}(\varepsilon_{ij})$ est construite comme une somme pondérée de lois normales pour chaque phase g du matériau :

$$P^{\text{AC}}(\varepsilon_{ij}) = \sum_g f_g \times \mathcal{N}(\mu_g^{\text{AC}}, \sigma_g^{\text{AC}}) \quad (5.30)$$

où $\mu_g^{\text{AC}} = \langle \varepsilon_{ij} \rangle_g^{\text{AC}}$ et $\sigma_g^{\text{AC}} = \langle \varepsilon_{ij}^2 \rangle_g^{\text{AC}} - (\mu_g^{\text{AC}})^2$.

Les résultats sont tracés sur les figures 5.14, 5.15 et 5.16. Dans chacun des trois cas, cette approche souligne à nouveau le fait que les méthodes auto-cohérentes sont incapables de prédire des valeurs extrêmes pour les champs de déformation. Ce défaut est inhérent aux méthodes auto-cohérentes dont les prédictions s'arrêtent aux moments d'ordre 2.

Pour ce qui est de la sollicitation thermique (figure 5.14), nous traçons un histogramme reconstruit uniquement à partir des moyennes par phase. En effet, les variances prédites étant trop petites (de l'ordre de 10^{-10}), la méthode précédente reconstruit des distributions trop bruitées.

Dans le cas de la sollicitation uniaxiale, en revanche, ces distributions reconstruites permettent de capturer et de mettre en évidence deux modes présents dans le champ de déformation. Ces deux modes peuvent être observés directement sur les distributions prédites par FFT sous forme d'une distribution à « deux bosses », mais ils deviennent bien plus flagrants avec la reconstruction proposée précédemment. Afin de vérifier leur caractère significatif, nous appliquons la même procédure de reconstruction de distribution de champs de déformation à partir des moments extraits des champs FFT eux-même, ce qui donne :

$$P^{\text{FFT}}(\varepsilon_{ij}) = \sum_g f_g \times \mathcal{N}(\mu_g^{\text{FFT}}, \sigma_g^{\text{FFT}}) \quad (5.31)$$

où $\mu_g^{\text{FFT}} = \langle \varepsilon_{ij} \rangle_g^{\text{FFT}}$ et $\sigma_g^{\text{FFT}} = \langle \varepsilon_{ij}^2 \rangle_g^{\text{FFT}} - (\mu_g^{\text{FFT}})^2$

Les résultats sont superposés aux résultats précédents sur les figures 5.14, 5.15 et 5.16. Ils apparaissent proches de ceux obtenus avec les distributions basées sur les moments du premier et second ordre prédits par modèle auto-cohérent. L'allure générale

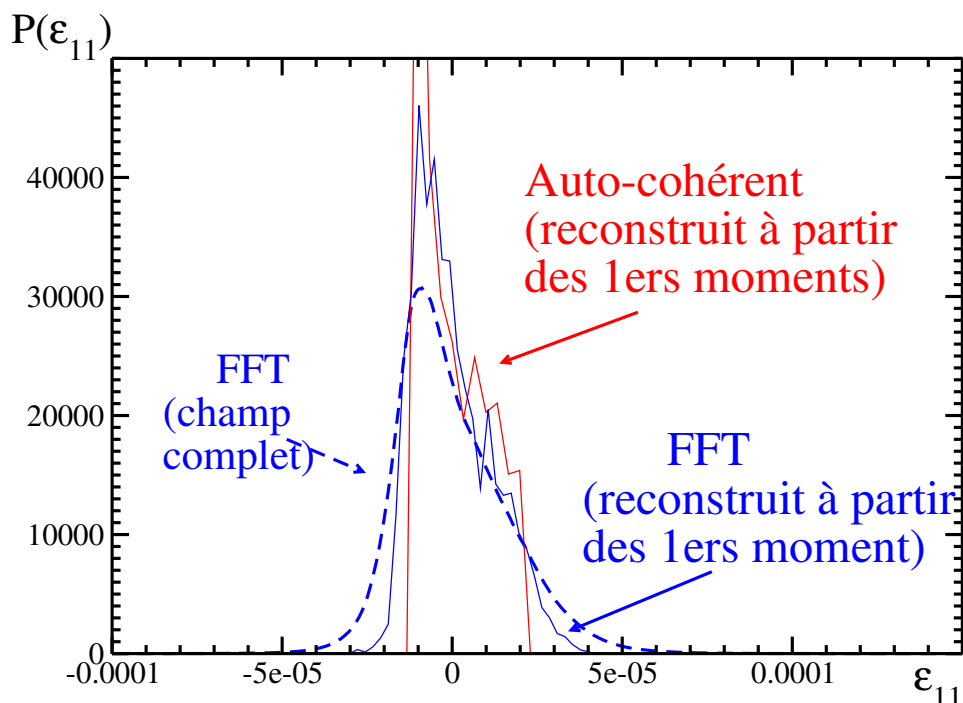


FIGURE 5.14 – Reconstruction d’une distribution de champs de déformation à l’aide des moments prédits par la méthode auto-cohérente (en rouge). Comparaison avec le champ calculé par FFT (en trait pointillé bleu) ainsi que par la distribution de champ reconstruite de manière analogue (en bleu).

est souvent respectée, et ce sont toujours les pieds de courbes qui font défaut. En particulier, dans le cas du chargement uniaxial, on retrouve bien les deux modes observés précédemment, mais les pieds de courbes sont moins étalés que ne le prédisent les calculs FFT.

Dans le cas de la sollicitation uniaxiale (fig. 5.15), la présence des deux pics centrés sur les valeurs de déformations de 0.5 et 1.5 laissent à penser qu’ils sont relatifs à des classes d’orientation de grains dont les réponses sont très différentes face à un chargement directionnel. Un phénomène similaire a été observé en conductivité dans les travaux de de Barthélémy *et al.* [94]. Le travail met en avant une distribution à double pic et démontre que ces pics de distribution résultent de configurations locales particulières qui impliquent non seulement les composants locaux (c’est-à-dire leur orientation intrinsèque), mais aussi l’arrangement spatial de leurs plus proches voisins.

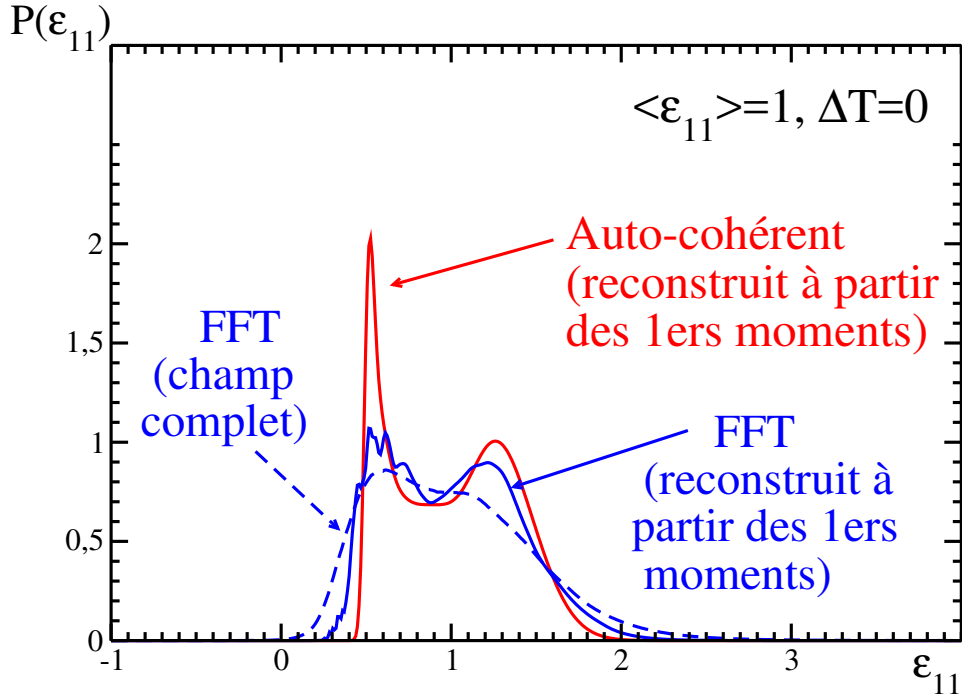


FIGURE 5.15 – Reconstruction d’une distribution de champs de déformation à l’aide des moments prédits par la méthode auto-cohérente (en rouge). Comparaison avec le champ calculé par FFT (en trait pointillé bleu) ainsi que par la distribution de champ reconstruite de manière analogue (en bleu).

Nous faisons l’hypothèse que la réponse d’un grain dépend de son orientation par rapport à l’axe de compression. Pour tester cette hypothèse, nous traçons les distributions des moyennes du champs de déformation ϵ_{11} en fonction de l’angle θ défini précédemment. Les moyennes par phases sont regroupées à nouveau en classes d’orientation. La figure 5.17 compare les moyennes par classe de la composante ϵ_{11} obtenues par les méthodes auto-cohérente et par FFT.

Les résultats suggèrent en effet un fort lien de corrélation entre l’orientation du grain et sa réponse en déformation. Cette observation est valable aussi bien pour les données FFT que pour les données auto-cohérentes, dont les courbes se superposent. La différence réside essentiellement dans les variances intra-classes. On observe en outre que la FFT prédit une plus grande variance intra-classe, là où le modèle auto-cohérent prédit des valeurs sensiblement identiques pour une même orientation donnée. A nouveau, nous interprétons cela comme le fait que le voisinage du grain influe fortement sur sa réponse

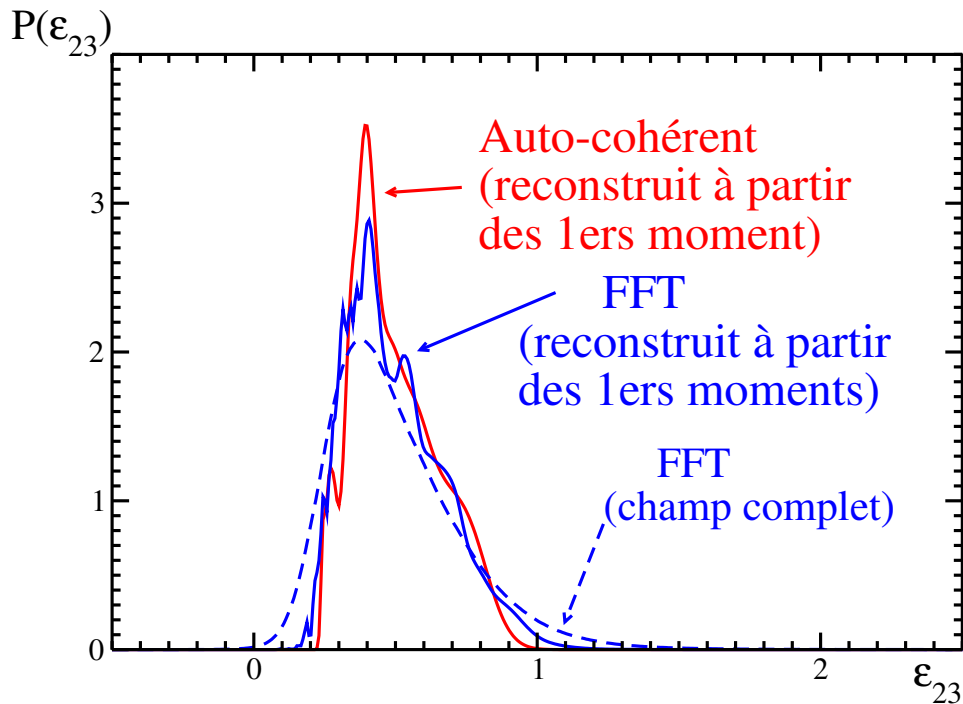


FIGURE 5.16 – Reconstruction d’une distribution de champs de déformation à l’aide des moments prédits par la méthode auto-cohérente (en rouge). Comparaison avec le champ calculé par FFT (en trait pointillé bleu) ainsi que par la distribution de champ reconstruite de manière analogue (en bleu).

locale.

La présence d’un maximum sur la courbe de la figure 5.17 pour un angle θ de l’ordre de $\pi/6$ indique que la classe de grains d’orientation correspondante se déforme davantage que le reste de la population. Ceci suggère que cette valeur angulaire correspond à la direction de module d’Young minimal.

5.7 Conclusions

À l’issue de cette première phase des travaux, nous disposons d’une « brique élémentaire » dont tous les éléments sont bien maîtrisés. Elle permet d’obtenir des résultats d’homogénéisation qui dépendent peu de la microstructure polycristalline considérée, en termes de propriétés thermoélastiques effectives, ce qui n’apporte rien de significatif par

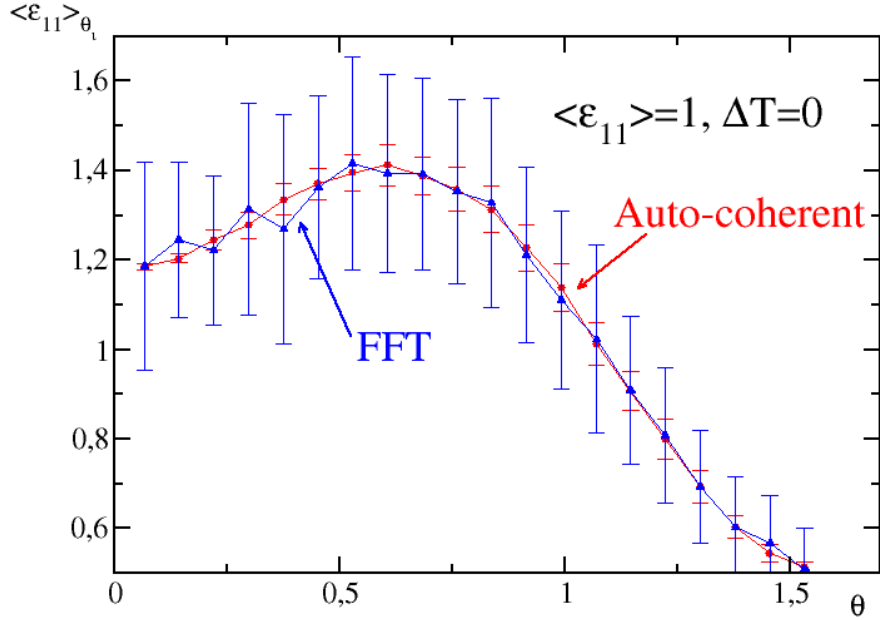


FIGURE 5.17 – Comparaison des moyennes des champs de déformation pour différentes orientations de grains relativement à l’axe de chargement uniaxial.

rappor aux deux méthodes auto-cohérentes testées. L’analyse des champs, en revanche, montre bien l’apport de l’approche en champs complets en termes de queues de distributions des champs, qui seront décisives pour l’activation de phénomènes irréversibles à seuil.

Les propriétés élastiques effectives prédites surestiment nettement les propriétés macroscopiques mesurées. L’hypothèse de polycristal parfait doit manifestement être relaxée. Les chapitres suivants étudieront successivement les rôles du liant, de la porosité, et de la microfissuration, toujours dans le même cadre, mais sur microstructures enrichies à partir du modèle de base de Johnson-Mehl anisotrope. On discerne l’intérêt d’une utilisation heuristique de la méthode pour progresser dans la connaissance et la compréhension du matériau.

Le coefficient de dilatation thermique volumique prédit à l’aide des données de Sun *et al.* [52] est étonnamment proche de la valeur mesurée. Les raisons de cet accord seront expliquées dans ce qui suit. Il apparaît donc que ce coefficient est inférieur d’environ 20% à celui du monocristal, ce qui valide l’hypothèse de Rizzo *et al.* [4].

Chapitre 6

Microstructure et comportement élastique effectif

Nous venons de voir que la description du matériau d'étude comme un polycristal de TATB est insuffisante pour rendre compte de son comportement thermoélastique linéaire effectif. Avant de pouvoir aborder des comportements non-linéaires, il convient donc de déterminer l'origine de l'écart constaté entre prédictions numériques et propriétés mesurées. Pour ce faire, nous procédons dans ce chapitre par étapes successives, en rajoutant à la microstructure différents éléments observés expérimentalement ou dont la présence est suspectée. Pour commencer, chaque élément est traité indépendamment des autres, le but étant de comprendre ce qu'ils apportent individuellement à la structure polycristalline. Eventuellement, certaines combinaisons d'éléments pourront être considérées ponctuellement, mais cela ne constituera que des détours mineurs de ce chapitre.

Nous choisissons d'aborder le problème par ordre de difficulté croissant. Tout d'abord, nous incorporons des porosités sphériques au polycristal, pour lesquelles très peu de modifications sont attendues sur le comportement effectif. L'étape suivante concerne l'incorporation du liant à la microstructure, puisque l'on sait expérimentalement qu'il joue un rôle non négligeable sur les propriétés macroscopiques du matériau. Enfin, nous verrons en quoi la prise en compte d'une population de microfissures ouvertes peut apporter une réponse satisfaisante à la problématique initiale de ce chapitre.

6.1 Rôle de la porosité

6.1.1 Morphologie

La porosité, élément important dont dépendent directement certaines propriétés détoniques, est encore mal connue au plan morphologique. Elle a été mesurée dans des explosifs comprimés au TATB par diverses voies, telles que la diffusion de rayons X et de neutrons aux très petits angles et la microtomographie à haute résolution (voir en particulier [22]). Elle se compose d'une population bimodale de pores, les premiers

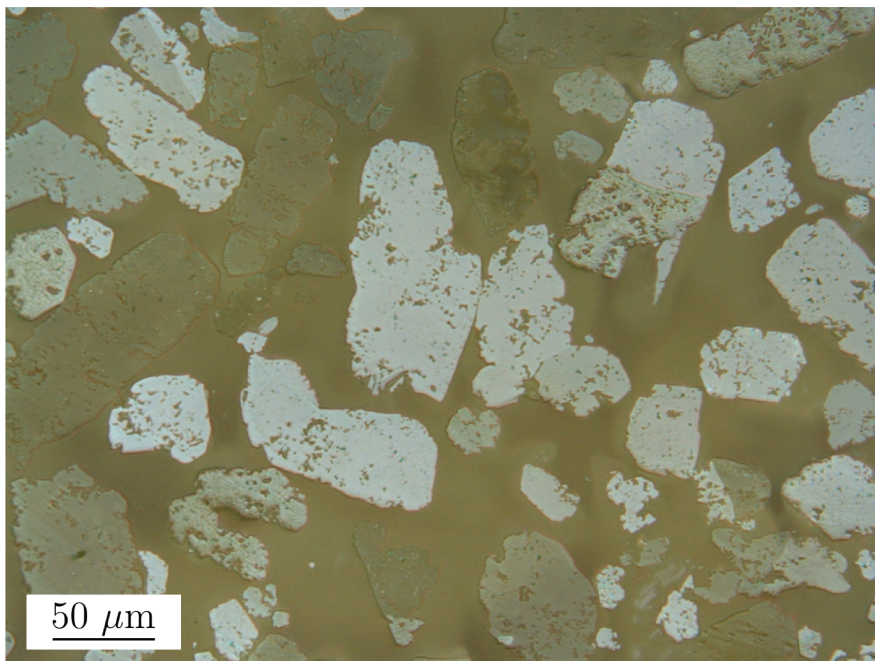


FIGURE 6.1 – Monocristaux de TATB à l'état pur. Des porosités communicantes peuvent déjà être observées avant le mélange au liant et le pressage.

centrés autour de 10 nm étant supposés intragranulaires, les seconds, centrés autour de 100 nm et pouvant atteindre plusieurs microns, restant de morphologie inconnue.

Pour le matériau étudié ici, on observe une importante porosité dans la poudre de TATB de départ. L'échantillon relatif à la figure 6.1 a été imprégné de résine sous vide avant d'être coupé et poli. Les pores étant pleins de résine, on en déduit que la fraction de la porosité visible à cette échelle est communicante. La morphologie des grains, et donc leur porosité, semble étroitement liée à leur mode de synthèse (voir [4, 95]). Après pressage (voir la figure 2.1), la porosité résiduelle est au moins partiellement emplie de liant.

De ce fait, la nature et la taille des pores présents dans le matériau restent inconnues au moment où les travaux de ce chapitre ont été réalisés. Des travaux sont actuellement en cours, et ont déjà montré que les pores apparents de la figure 2.1 ne sont pas tous emplis de liant, mais doivent être poursuivis.

6.1.2 Méthodologie

En l'absence de données plus précises, nous avons superposé une population de pores sphériques de 3 voxels de rayon (soit un diamètre d'environ 10 µm), pour une porosité

totale de 2,5%, à la microstructure polycristalline de Johnson-Mehl anisotrope décrite plus haut. Les centres des pores sont tirés aléatoirement à l'intérieur des grains, de sorte qu'un pore n'appartienne qu'à un seul grain.

La microstructure résultante, illustrée par la figure 6.2 contient des pores intra-granulaires dont le rayon ne dépasse pas 10 % de la taille caractéristique moyenne des grains.

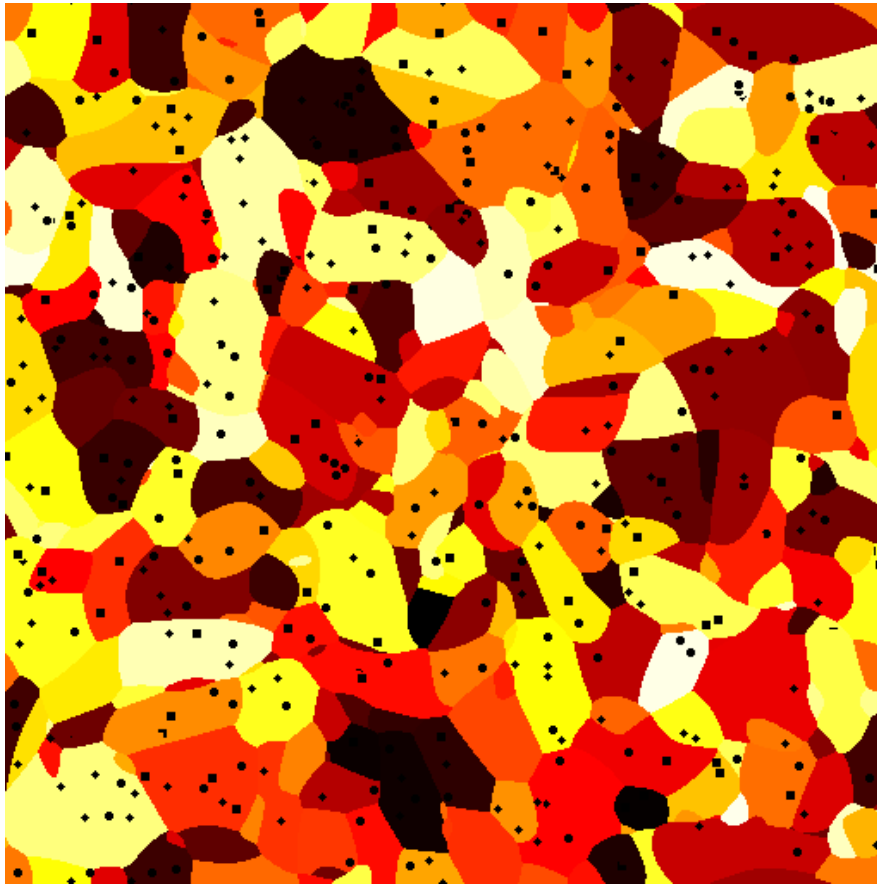


FIGURE 6.2 – Microstructure de Johnson-Mehl contenant des porosités sphériques de rayon 3 voxels. Les porosités sont intra-granulaires et ont une fraction volumique de 2,5%.

L'effet de cette porosité sur les propriétés élastiques effectives est évalué par trois voies. En premier lieu, l'homogénéisation est réalisée en champs complets par FFT. Pour ces simulations, les propriétés élastiques de la porosité sont supposées nulles. En second lieu, on utilise le modèle auto-cohérent décrit au paragraphe 5.6, en assimilant la porosité à une phase supplémentaire de propriétés élastiques très faibles, mais non

nulles, pour des raisons algorithmiques.

En vue de disposer d’une formulation analytique, on utilise également un modèle en deux étapes, en combinant les travaux de Sevostianov *et al.* [96] et ceux de Berryman [28], comme l’illustre la figure 6.3.

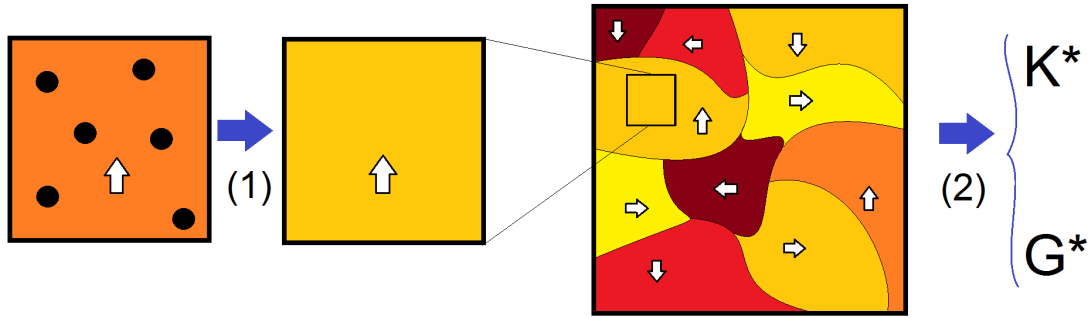


FIGURE 6.3 – Homogénéisation multi-échelles d’un polycristal poreux dont le monocristal constitutif est à symétrie isotrope transverse. (1) Homogénéisation du monocristal poreux par la méthode de Sevostianov *et al.* [96]. (2) Homogénéisation du polycristal associé par la méthode de Berryman [28].

La première étape consiste à déterminer les propriétés élastiques du monocristal poreux (cette approche sera reprise au paragraphe 7). Sevostianov *et al.* [96] utilisent la solution d’Eshelby [85] pour prendre en compte l’influence d’une inclusion ellipsoïdale dans une matrice isotrope transverse de taille infinie, sous la condition que la matrice et l’inclusion partagent leur plan de symétrie. Dans ce cas, Sevostianov *et al.* [96] montrent que la matrice poreuse conserve des propriétés isotropes transverse, et déterminent analytiquement ses modules homogénéisés en fonction de la forme et des propriétés de l’inclusion.

Sevostianov *et al.* [96] étendent ensuite ce résultat à une famille d’inclusions, toutes identiques en forme et en propriétés. La solution est donnée pour le cas d’inclusions dans la limite diluée, c’est-à-dire assez éloignées les unes des autres pour ne pas interagir. Cette approximation correspond à nouveau très bien à notre matériau, dont la porosité est faible.

Afin de pouvoir utiliser un tel modèle, nous utilisons les mêmes simplifications des tenseurs de comportement thermo-élastique du TATB que celles proposées dans le chapitre précédent. Nous appliquons donc les résultats précédents pour déterminer le comportement homogénéisé d’un monocristal de TATB « hexagonalisé » (voir le paragraphe 5.6.1).

Pour la deuxième étape, les propriétés du cristal de TATB poreux déterminées de cette façon sont ensuite introduites dans le modèle de Berryman [28] pour en déduire les propriétés élastiques effectives du polycristal poreux.

6.1.3 Résultats et conclusions

Les résultats de la démarche sont présentés dans le tableau 6.1. À nouveau, les modules élastiques effectifs K^* et G^* prédits par la méthode FFT et les calculs auto-cohérents sont très proches. On observe effectivement un adoucissement léger des modules relativement au cas du polycristal parfait, mais on reste encore bien loin des modules expérimentaux recherchés.

	K^* (GPa)	G^* (GPa)
polycristal (FFT)	17.0	6.9
poreux (FFT)	15.5	6.1
poreux (AC direct)	15.6	6.3
poreux (AC deux étapes)	15.8	6.5
expérimental	7.2	2.7

TABLE 6.1 – Comparaison des modules élastiques prédits pour un polycristal contenant 2,5% de porosités sphériques. Les méthodes FFT et auto-cohérentes prédisent des modules effectifs similaires, plus faibles que ceux du polycristal parfait, mais plus élevés que les modules mesurés.

Des porosités sphériques ne suffisent donc pas à expliquer l'écart entre les prédictions numériques et théoriques par rapport aux observations expérimentales. Cette conclusion n'est pas surprenante si l'on tient compte du faible taux de porosité présent dans le matériau. La question de l'effet de la forme des porosités sera abordée au paragraphe 7.

6.2 Rôle du liant

Puisque la porosité ne suffit pas à expliquer les propriétés élastiques mesurées, nous devons nous tourner vers une nouvelle hypothèse. Parmi les éléments négligés jusqu'à présent se trouve le liant incorporé au matériau. S'il est évident que ce composant joue un rôle dans la tenue mécanique du matériau, on ignorait cependant tout de sa morphologie au moment où la thèse s'est déroulée. La seule donnée alors accessible est sa fraction volumique, soit environ 4,5%, et ses modules élastiques, donnés ci-dessous :

$$K_{\ell}^{\text{exp.}} = 4,25 \text{ GPa} \quad G_{\ell}^{\text{exp.}} = 0,91 \text{ GPa}$$

Nous négligeons ici le liant occlus dans les porosités, et supposons qu'il se répartit uniformément aux joints de grains, pour former une matrice continue de faible épaisseur.

6.2.1 Modèle d'interface imparfaite

Une telle répartition du liant pour une si faible fraction volumique signifie que le liant est présent en couche d'une épaisseur inférieure au demi-micron autour des grains. Pour être représentées correctement, ces couches impliqueraient une résolution inférieure ou égale à 200 nm, à comparer à la résolution standard de 1,4 μm par voxel utilisée jusqu'à présent. Ceci correspondrait à une multiplication par 300 de la taille des calculs. Ceci a été jugé rédhibitoire dans le présent contexte et a conduit à envisager l'alternative suivante.

La présente situation est comparable à diverses problématiques, liées à l'établissement des propriétés de conductivité électrique ou thermique de composites contenant des particules très conductrices enrobées d'une fine pellicule d'un matériau isolant ou peu conducteur, ou à l'établissement des propriétés mécaniques de composites après décollement partiel d'inclusions, par exemple.

Différents auteurs se sont intéressés à ces diverses problématiques (voir par exemple [97–102]), et ont montré que l'existence d'une interphase dont l'épaisseur tend vers zéro est équivalente à celle d'une interface (d'épaisseur nulle) dont les propriétés peuvent être reliées à celles de l'interphase et à l'épaisseur de cette dernière. Divers types de situations peuvent être rencontrés :

- lorsque l'interphase possède les mêmes propriétés que l'un des deux constituants qu'elle sépare, elle n'a aucun effet,
- lorsque l'interphase possède des propriétés nulles, elle est équivalente à une microfissure ; dans ce cas, le tenseur des contraintes est continu et nul au travers de l'interface, qui ne transmet donc aucun effort, et le vecteur déplacement est discontinu,
- lorsque l'interphase est « molle », le tenseur des contraintes est continu au travers de l'interface imparfaite équivalente, qui reste capable de transmettre des efforts, et le vecteur déplacement est discontinu ; cette situation est typique de la présente problématique,
- lorsque l'interphase est « dure », le tenseur des contraintes est discontinu au travers de l'interface imparfaite équivalente, tout en transmettant des efforts, mais le vecteur déplacement est continu ; cette situation est typique des nanomatériaux, qui possèdent une énergie interfaciale importante.

De cette importante littérature, il ressort que la contribution de l'interphase molle intervient dans les propriétés macroscopiques du composite sous la forme d'un rapport entre l'épaisseur et les propriétés élastiques de l'interphase. Au final, il est possible de représenter le comportement effectif du composite à l'aide d'une interphase épaisse, à condition que les propriétés de l'interphase soient proportionnelles à son épaisseur.

C'est ce principe que nous retenons ici. En théorie, il suffit de connaître les propriétés élastiques $\mathbf{C}_0^{(I)}$ de l'interphase et son épaisseur w_0 , de choisir une épaisseur w autorisant une résolution confortable, et d'ajuster les propriétés de l'interface à l'aide de la formule :

$$\mathbf{C}^{(I)} = \mathbf{C}_0^{(I)} \frac{w}{w_0} \quad (6.1)$$

6.2.2 Microstructures associées

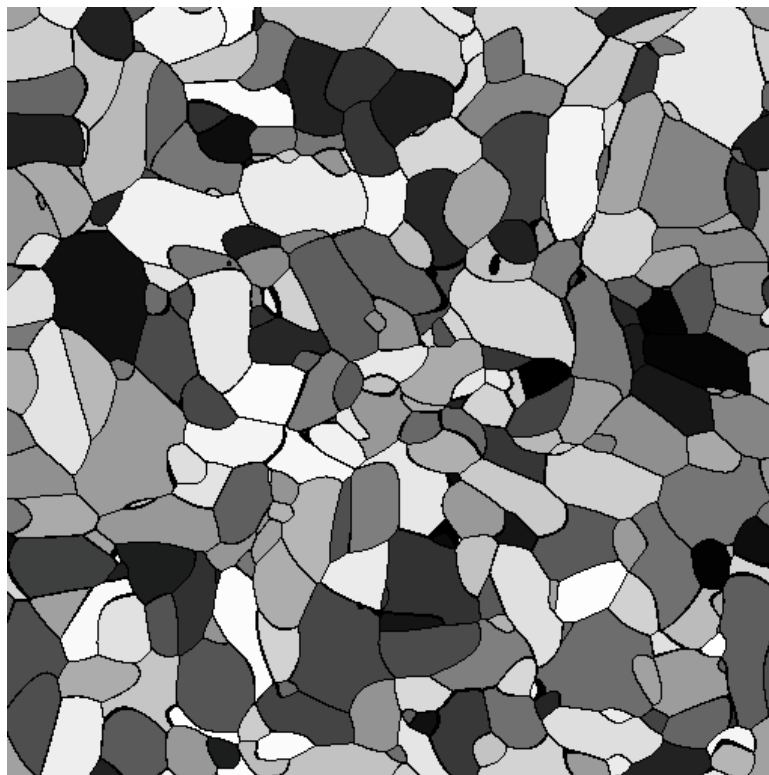


FIGURE 6.4 – Microstructure après ajout d’une phase de liant à l’aide d’une érosion morphologique. L’épaisseur est de $w = 1$ voxels, ce qui correspondrait à un liant d’épaisseur $1.3 \mu\text{m}$.

Pour obtenir les différentes microstructures nécessaires à l’application du modèle décrit précédemment, nous utilisons des opérations d’érosion morphologique à l’aide de sphères de rayon $r = \frac{w}{2}$, où w désigne l’épaisseur de l’interphase que l’on souhaite ajouter à la microstructure. Ces opérations permettent en effet de « rogner » les grains de façon isotrope. L’espace ainsi libéré est relabélisé et constitue notre nouvelle phase assimilée au liant. On applique ce procédé pour des sphères de rayon $r \in \llbracket 1, 4 \rrbracket$ voxels, ce qui correspond à des épaisseurs respectives de $w \in 2, 4, 6, 8$ voxels.

Une dernière microstructure est réalisée à l’aide d’un élément structurant correspondant à une demi-sphère discrétisée (le centre, et un voisin selon chaque direction). Cette microstructure correspond à une interphase d’épaisseur $w = 1$ voxel, ce qui est

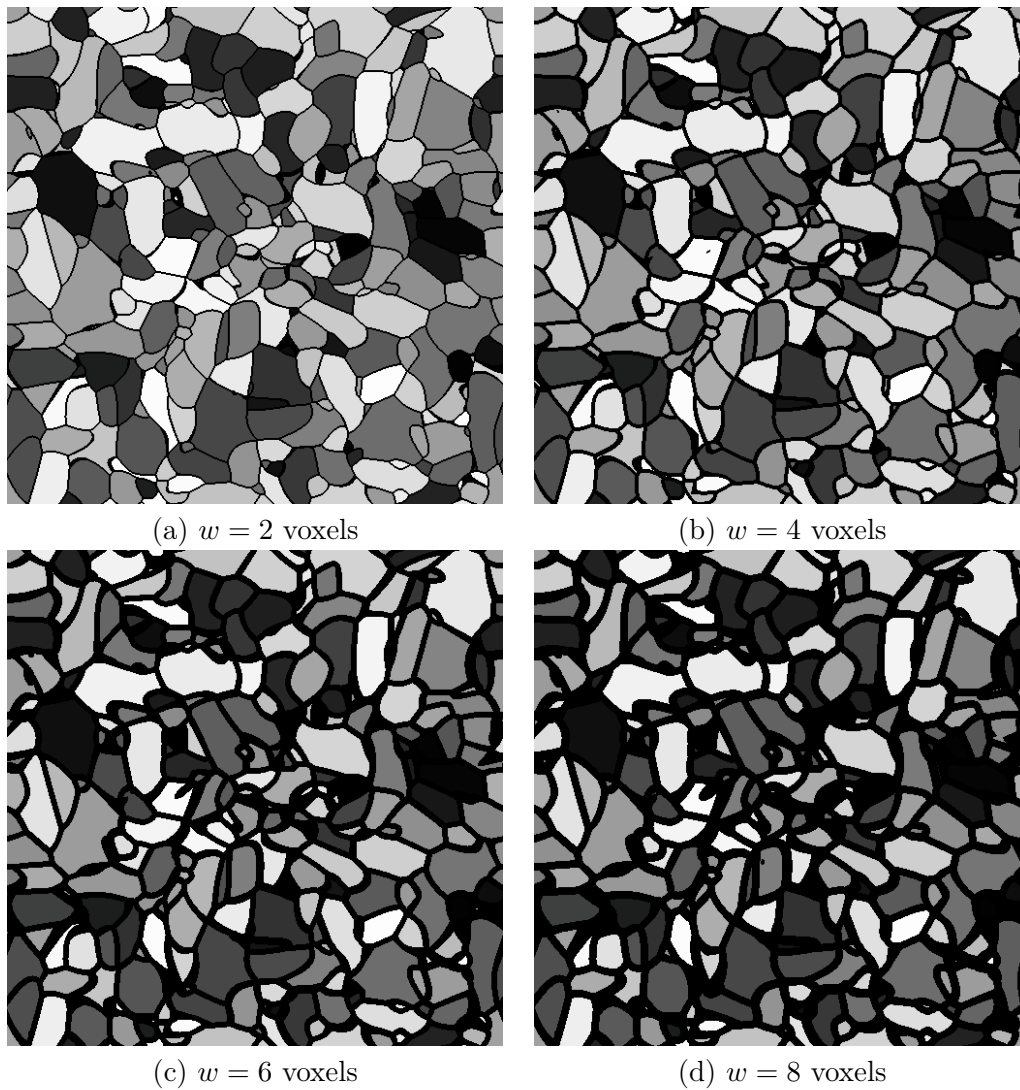


FIGURE 6.5 – Microstructures après ajout d’une phase de liant à l’aide d’une érosion morphologique.

la plus fine résolution que nous pouvons espérer atteindre. Notons d’ailleurs que cette résolution correspond à un liant dont l’épaisseur serait de $1,3 \mu\text{m}$, ce qui sur-estime déjà l’épaisseur réelle du liant. Des sections planes de toutes les microstructures utilisées sont présentées sur les figures 6.4 et 6.5.

6.2.3 Modules effectifs

Pour utiliser la méthode décrite au paragraphe 6.2.1, il est nécessaire de connaître a priori l'épaisseur d'interphase. Ce n'est malheureusement pas le cas, et on opte ici pour une approche inverse. On se fixe d'abord arbitrairement une épaisseur de référence de $w_0 = 4$ voxels, et on cherche les modules K_ℓ et G_ℓ permettant de retrouver les modules expérimentaux.

On réalise ensuite des simulations pour des épaisseurs d'interphase de plus en plus faibles, en conservant les rapports $\frac{K_\ell}{w}$ et $\frac{G_\ell}{w}$, puis on extrapole pour évaluer les propriétés d'interphase correspondant à la fraction volumique réelle du liant. Les résultats sont rassemblés dans le tableau 6.2 et tracés sur la figure 6.6.

w	0	1	2	4	6	8
frac. vol. (%)	0	8,71	12,79	25,28	39,32	48,29
K_ℓ (GPa)	-	0,71	1,05	2,07	3,22	3,95
G_ℓ (GPa)	-	0,26	0,38	0,76	1,18	1,45
K^* (GPa)		8,22	7,44	7,28	7,16	7,21
G^* (GPa)		3,47	2,85	2,67	2,58	2,58

TABLE 6.2 – Résultats d'homogénéisation à l'aide de la méthode des interfaces imparfaites.

La première observation à faire sur ces résultats est la divergence numérique observée pour $w = 1$ voxel. Dans une telle configuration, l'épaisseur d'interphase est trop fine, et s'annule localement, ne permettant pas à l'interphase de remplir son rôle. Pour les épaisseurs plus fortes, ces phénomènes ne sont pas observés et on retrouve le plateau prédit analytiquement.

Les résultats du tableau 6.2 montrent que, pour retrouver à la fois les propriétés élastiques effectives mesurées et la fraction volumique de liant, il est nécessaire d'attribuer à ce dernier des propriétés environ dix fois plus faibles que ses propriétés mesurées. En effet, si l'on extrapole les modules (K_ℓ^{FFT} , G_ℓ^{FFT}) de l'interphase correspondant à une fraction volumique de 4,5% de liant, on trouve alors que :

$$\begin{aligned} K_\ell^{FFT} &\leq 0,35 \text{ GPa} \\ G_\ell^{FFT} &\leq 0,19 \text{ GPa} \end{aligned} \quad (6.2)$$

Une possibilité pourrait consister à invoquer l'hypothèse d'un liant poreux. Ainsi, le liant numérique utilisé précédemment pourrait être appréhendé comme la version homogénéisée du liant expérimental dont les propriétés seraient affaiblies par la présence d'une population de porosités. Cependant, en représentant la porosité par une distribution booléenne de vides sphériques [103], on observe que le liant devrait contenir environ

90% de porosité, ce qui est extrêmement peu probable compte tenu du mode de fabrication du matériau. Force est donc de conclure que les propriétés élastiques du liant n'ont pas un effet suffisant pour expliquer les propriétés élastiques du matériau, et qu'il faudra invoquer une autre cause physique.

6.2.4 Incursion du côté de la plasticité du liant

Le liant utilisé dans le matériau d'étude est un polymère isotrope qui, dans son domaine vitreux, est susceptible de plastifier localement. Le présent paragraphe réalise une rapide étude exploratoire des effets de la plasticité du liant sur la réponse macroscopique du matériau.

6.2.4.1 Microstructure et comportement des constituants

En vue de réaliser des simulations rapides mais de résolution suffisante dans le liant, nous utilisons une nouvelle microstructure. Il s'agit toujours d'une partition de Johnson-Mehl à croissance anisotrope. La microstructure est un cube de 200 voxels de côté contenant 75 grains dont une coupe est représentée en figure 6.7.

Les mêmes hypothèses que précédemment sont faites sur la morphologie du liant, à savoir qu'il enrobe tous les grains avec une épaisseur uniforme. Le paramètre d'épaisseur est fixé pour ces simulations à $w = 4$, ce qui permet de garder un liant dont l'épaisseur est assez fine relativement à la taille des grains, tout en gardant une certaine épaisseur pour avoir accès au détail des champs locaux au sein du liant.

Pour les propriétés utilisées, nous ne modifions rien au comportement des grains de TATB et conservons le tenseur \mathbf{C} triclinique décrit au paragraphe 3.3.2. Pour le liant, nous choisissons de revenir aux modules expérimentaux, à savoir $K_\ell^{\text{exp.}} = 4,25$ GPa et $G_\ell^{\text{exp.}} = 0,91$ GPa. Ces modules correspondant à une fraction volumique de 4,5% de liant, les propriétés utilisées en pratique sont corrigées afin de conserver le rapport $\frac{C}{w}$. Nous supposons que le liant suit une loi de type plasticité parfaite avec pour limite d'écoulement sur la contrainte équivalente $\sigma_0 = 70$ MPa.

6.2.4.2 Réponse effective en cisaillement simple

On choisit d'imposer une déformation de cisaillement simple, afin d'évaluer l'influence de la plasticité du liant sur la réponse macroscopique pour une sollicitation à triaxialité des contraintes nulle. La simulation a été réalisée en un, dix et vingt pas de chargement, pour une déformation finale de cisaillement de 0,002, de façon à observer les premiers stade du processus de plastification du liant.

La convergence des calculs pouvant être longue, on a limité volontairement le nombre d'itérations pour chaque pas de chargement. On a pu constater que la solution finale ne varie pas de plus de 3%, quel que soit le nombre de pas de chargement, à condition d'utiliser au moins 500 itérations par pas.

La figure 6.8 représente l'évolution de la contrainte macroscopique $\tilde{\sigma}_{12}$ en fonction de la déformation imposée $\bar{\varepsilon}_{12}$. On a porté sur la même figure la fraction volumique de liant plastifié, ainsi que la limite à partir de laquelle les premiers voxels du liant commencent à subir une déformation plastique.

Les premiers voxels plastifiés n'apparaissent qu'à partir de la 9^e étape, soit un chargement macroscopique imposé de $\varepsilon_{12} = 0,0009$ (contrainte correspondante : 16 MPa). Avant cette limite, le liant reste dans le régime élastique, et la réponse effective est linéaire.

Passé l'apparition du premier voxel plastifié, le matériau met du temps avant de quitter véritablement le régime linéaire. Il faut attendre la 14^e étape du chargement avant d'enregistrer un écart à la linéarité de 1% en contrainte, soit un chargement macroscopique imposé de $\varepsilon_{12} = 0,0014$ (contrainte correspondante : 26 MPa), ce qui ne correspond qu'à une fraction volumique de liant plastifié de l'ordre de 1%.

6.2.4.3 Cartes de plastification

La figure 6.9 superpose une coupe de la microstructure étudiée et l'étendue des zones plastifiées, en rouge, à deux instants. Le premier correspond aux premiers instants de la plastification, le second à l'état final.

Sur la vue de gauche, de très petites zones plastifiées apparaissent aux points triples, ce qui peut être vu comme un mécanisme de germination. Sur la vue de droite, de nouveaux germes apparaissent, tandis que la plastification se propage dans le liant à partir des anciens germes, ce qui peut être vu comme un mécanisme de croissance. La croissance est fortement orientée, ici dans la direction verticale.

Les premiers instants du processus de plastification du liant, qui ne font intervenir que le processus de germination, ne représentent qu'une très faible fraction volumique de liant, ce que corrobore le résultat de la figure 6.8. La fraction volumique de liant plastifié est encore inférieure à 0,1% à la 12^{ème} étape du chargement. A la perte de linéarité (14^{ème} étape du chargement), elle atteint à peine 1%, ce qui explique pourquoi le comportement effectif n'est que très peu affecté.

A la fin du chargement, la fraction plastifiée est inférieure à 8%, et la vue de droite de la figure 6.9 montre clairement que la percolation des zones plastifiées est encore loin.

6.2.4.4 Histogrammes dans le liant

La figure 6.10 présente les histogrammes normalisés des champs de déformation et de contrainte équivalentes de von Mises dans le liant à divers stades du chargement. Les histogrammes de contrainte équivalente après le début de plastification présentent un pic de Dirac à la valeur de 70 MPa correspondant à la limite d'élasticité du liant. Les histogrammes des déformations équivalentes présentent des queues de distribution très étalées après plastification, ce qui correspond à des valeurs élevées de déformation équivalente locale, mais de très faible probabilité, compte tenu de la faible taille des zones fortement déformées.

On observe que la plasticité du liant modifie les histogrammes, qui présentent une rupture de pente (voir les inserts de la figure 6.10), pour des valeur critiques de contrainte équivalente $\sigma_{eq}^c = 36,5$ MPa et de déformation équivalente $\varepsilon_{eq}^c = 0,0035$, indépendantes du chargement imposé. Cette rupture de pente n'est pas expliquée à ce stade.

6.3 Une première conclusion

On a vu plus haut que l'effet de la porosité et du liant sur les propriétés effectives du matériau n'est pas tout à fait négligeable, et il est intéressant d'examiner leur effet combiné. A cet effet, et compte tenu de son excellent niveau de prédictions, on emploie le modèle auto-cohérent [87] déjà utilisé au paragraphe 5.6.2.

Le tableau 6.3 récapitule les résultats obtenu pour le polycristal parfait, le polycristal poreux, le polycristal avec liant, et le polycristal avec liant et porosité, le tout pour deux niveaux de porosité. Ils correspondent respectivement à la porosité initiale, soit environ 2,5%, et la porosité résiduelle après compression hydrostatique à haute pression, décrite au paragraphe 2.2.4, soit 1,3%.

	K^* (GPa)	G^* (GPa)
polycristal	16,9	6,8
liant	16,0	6,2
porosité (1,3%)	16,2	6,5
porosité (2,5%)	15,6	6,3
liant + porosité (1,3%)	15,3	5,9
liant + porosité (2,5%)	14,8	5,7
expérimental	7,2	2,7

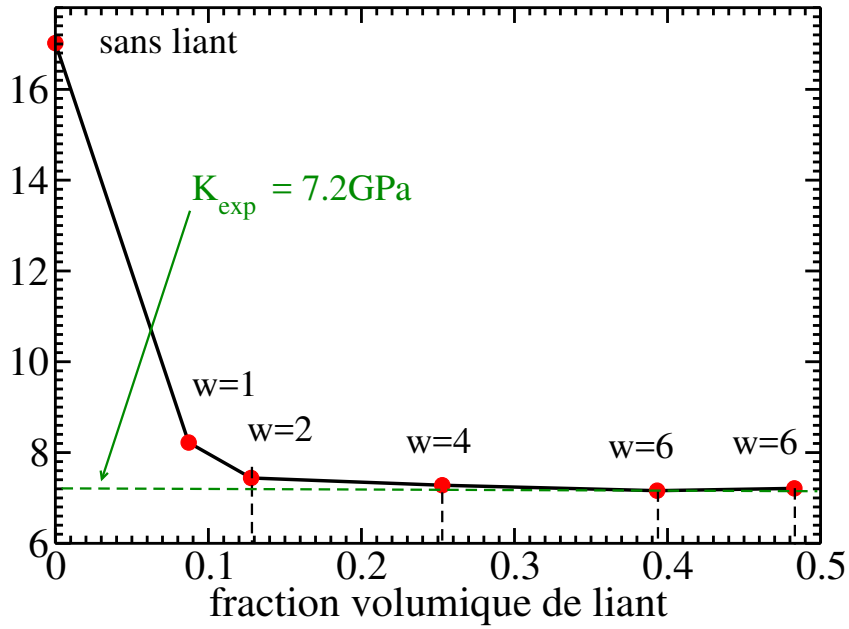
TABLE 6.3 – Estimation par méthode auto-cohérente des effets du liant et de la porosité. L'ajout combiné de liant et de porosité a un effet faible mais pas négligeable sur les modules effectifs mais ne permet pas de retrouver les modules expérimentaux.

Les résultats montrent que l'effet combiné du liant et de la porosité n'est pas négligeable. En particulier, l'effet du liant et de 1,3% de porosité permet de retrouver la valeur du module de compressibilité extrapolée à partir des mesures en compression hydrostatique cyclique du paragraphe 2.2.4.

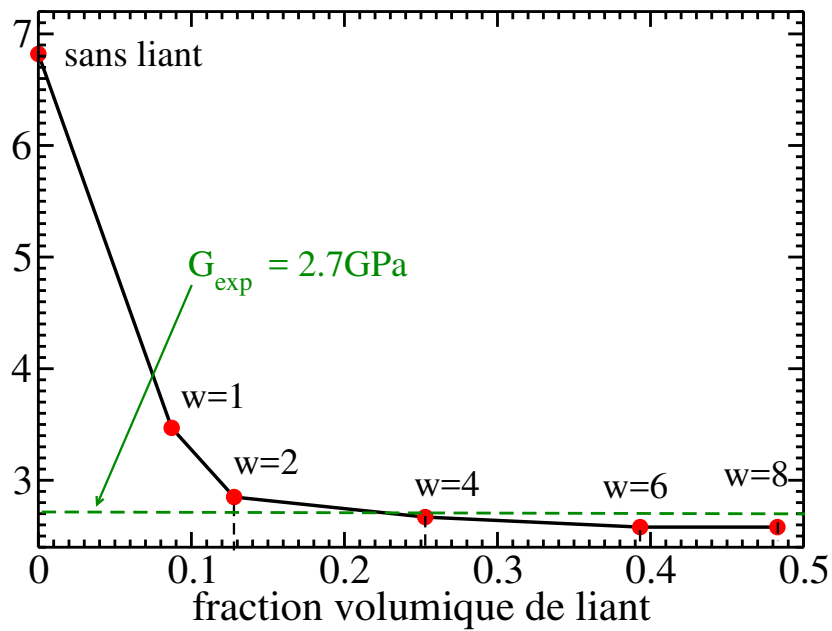
Il n'en demeure pas moins que l'effet combiné de la porosité et du liant intergranulaire ne fait baisser les modules de compressibilité et de cisaillement effectifs que de 13 et 18% respectivement par rapport au polycristal parfait, tandis que les propriétés mesurées en compression simple cyclique n'en représentent que 43 et 40% respectivement. L'effet du liant, en particulier, reste faible, ce qui induit deux possibilités. Soit l'hypothèse selon laquelle le liant enrobe chaque grain d'une pellicule continue est invalidée, ce

qui revient à dire que le liant n'est pas présent partout. Cette possibilité équivaut à la présence de microfissures intergranulaires. Soit l'hypothèse reste valide, mais le milieu contient des microfissures transgranulaires qui limitent la transmission des contraintes et réduit les modules élastiques. Dans les deux cas, on est conduit à invoquer la présence de microfissures au sein du matériau, ce qui est cohérent avec les conclusions du paragraphe 2.2.4.

K^*



G^*



108 FIGURE 6.6 – Modules élastiques effectifs obtenus par la théorie des interfaces imparfaites en fonction de la fraction volumique d'interphase.

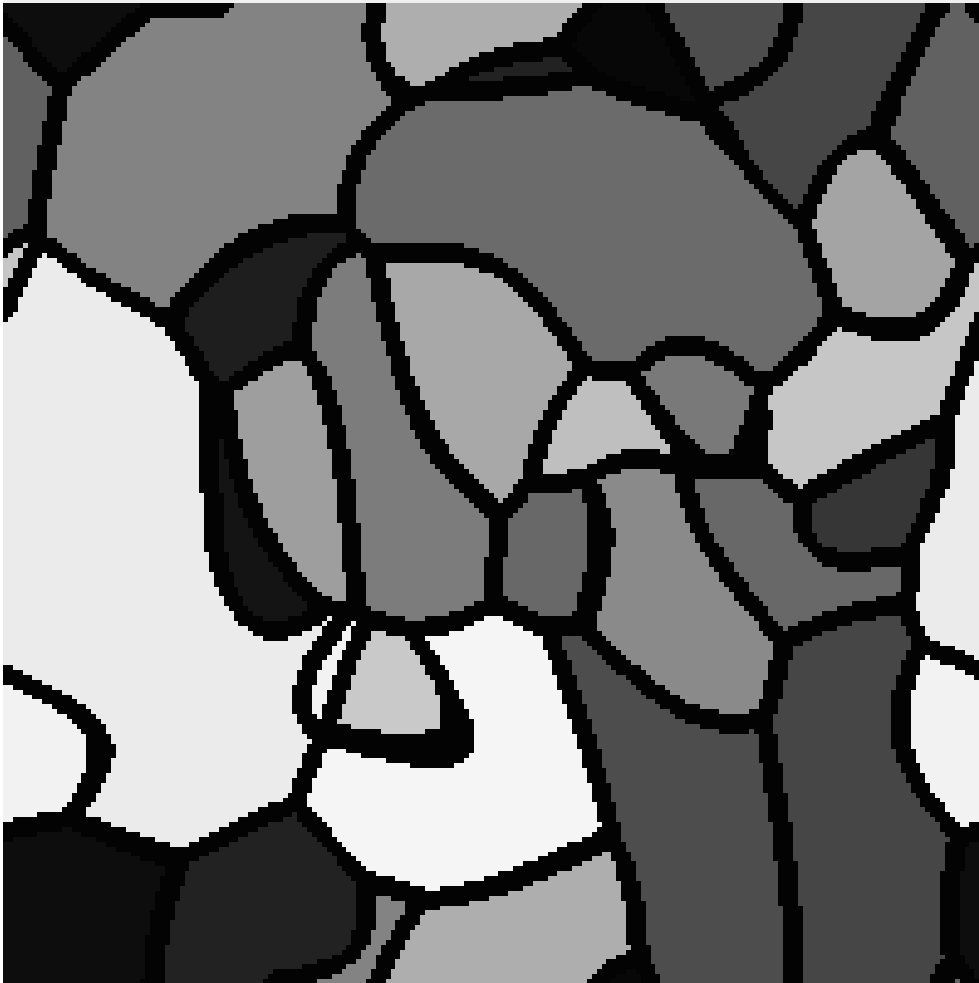


FIGURE 6.7 – Coupe d'une microstructure de 200^3 voxels de type Johnson-Mehl anisotrope à 75 grains. L'ajout d'une phase de liant (en noir) s'est fait par opération d'érosion morphologique à l'aide d'un élément structurant sphérique de rayon $r = 2$.

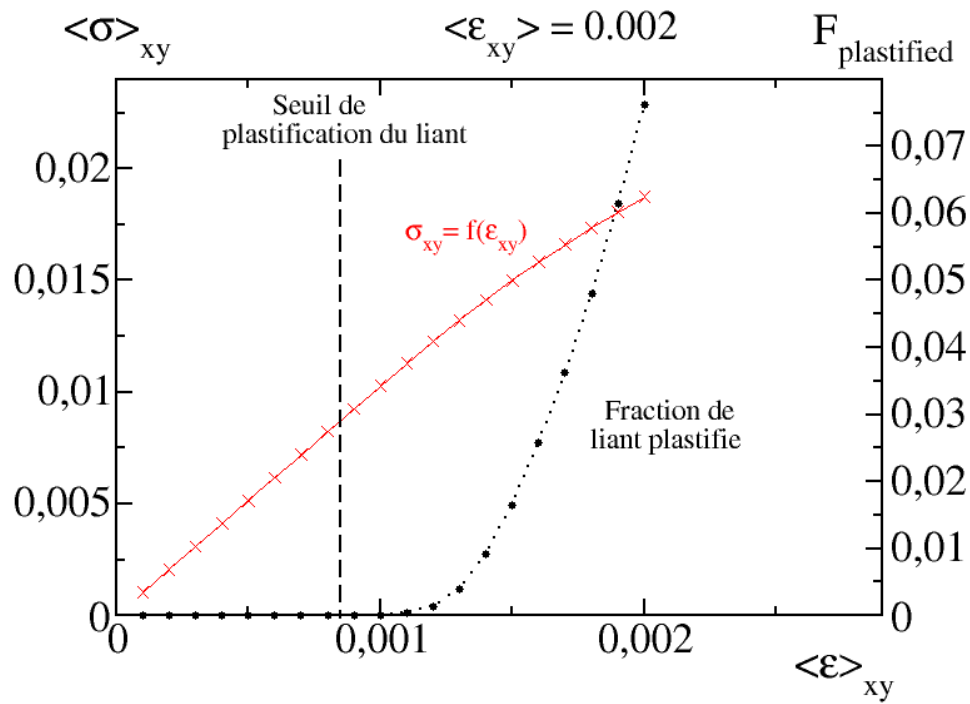


FIGURE 6.8 – Evolution de la contrainte macroscopique $\tilde{\sigma}_{12}$ (en rouge) et de la fraction volumique de liant plastifié (en noir) en fonction du chargement imposé $\bar{\varepsilon}_{12}$. Après le début de la plastification du liant, le matériau conserve un régime linéaire jusqu'à $\bar{\varepsilon}_{12} = 0,0014$. Les contraintes sont indiquées en GPa.

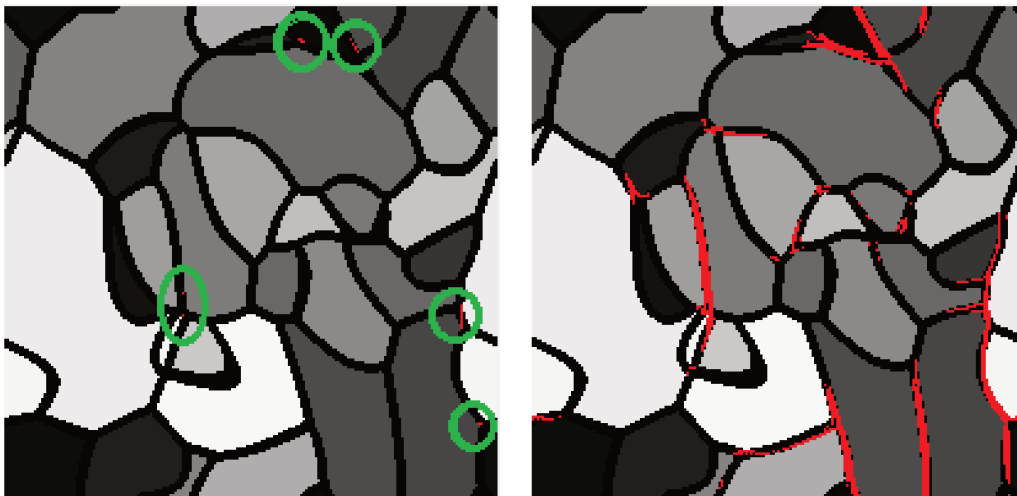


FIGURE 6.9 – Représentation de la même coupe d’une microstructure pour deux étapes de chargement en cisaillement en xy . En rouge, les zones du liant qui ont plastifié. A gauche, le chargement imposé est de $\varepsilon_{12} = 0,0012$ et on observe des germes de plastification se placer aux points triples. À droite, le chargement final est atteint et les germes ont commencé à s’étendre dans le liant. La percolation du liant plastifié n’est pas atteinte.

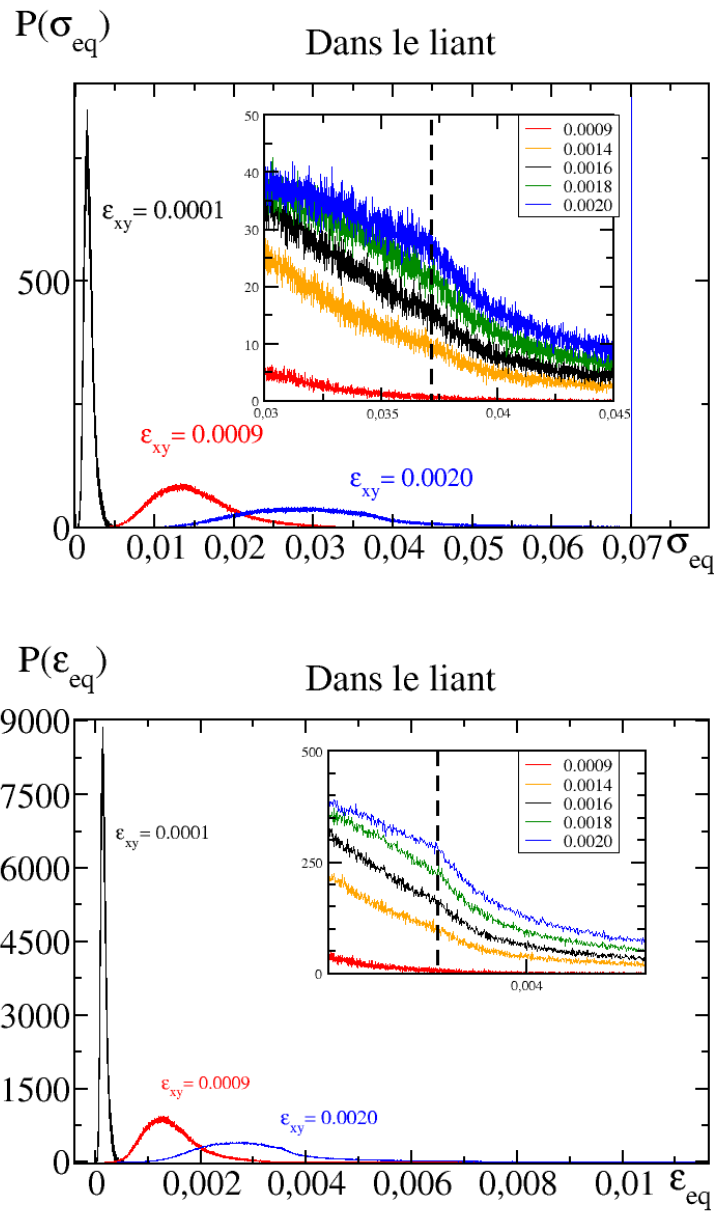


FIGURE 6.10 – Histogramme des champs de contrainte (en haut, contraintes données en GPa) et de déformation (en bas) dans le liant. Les figures montrent les champs pour un chargement purement élastique (en noir), juste après le début de plastification du liant (en rouge), et pour le chargement final (en bleu). Dans la fenêtre, des chargement intermédiaires sont affichés en zoomant autour du changement de pente. Celui-ci ne dépend pas du chargement imposé.

Chapitre 7

Rôle de la microfissuration

7.1 Préambule

En ce qui concerne le matériau dans son état initial, les observations en microscopie optique et électronique montrent qu'il contient un faible nombre de microfissures transgranulaires (voir la figure 2.1). Les microfissures intergranulaires sont difficiles à distinguer des joints de grains cohésifs si leur ouverture est faible, et n'ont pas pu être mises en évidence jusqu'ici par ce moyen. Cependant, la forte courbure des courbes pression-volume en compression hydrostatique cyclique dans la zone des basses pressions (voir le paragraphe 2.2.4 et la figure 2.9) suggère la présence de microfissures ouvertes dans les conditions normales, se refermant sous l'effet de la pression.

Sous charge, l'expérience de compression simple montre clairement l'existence d'un mécanisme d'endommagement, que quelques observations post-mortem après rupture suggèrent d'associer à une microfissuration, à la fois inter- et transgranulaire. Cependant, ces observations restent exploratoires et ont été réalisées après rupture. De ce fait, elles ne peuvent pas être considérées comme représentatives d'un mécanisme d'endommagement, et ne sont pas rapportées ici. Parallèlement, la phénoménologie observée en dilatation thermique à froid suggère un mécanisme de microfissuration sous l'effet de contraintes d'origine thermique.

Ce qui précède constitue un faisceau de présomptions en faveur de la présence de microfissures à l'état initial d'une part, de mécanismes d'endommagement par microfissuration d'autre part. Cependant, la nature des microfissures initiales aussi bien qu'induites par le chargement reste largement inconnue. C'est la raison pour laquelle les mécanismes inter- et transgranulaire feront l'objet d'investigations parallèles dans la suite de cette thèse.

Pour ces investigations, on s'attachera à estimer l'effet de populations de microfissures inter- ou transgranulaires sur les propriétés thermoélastiques effectives du matériau. L'objectif est double. Il s'agit d'abord de tenter de déterminer la nature et la densité de microfissures présentes à l'état initial. Il s'agit ensuite de discriminer le mé-

canisme à l'œuvre dans le processus de dilatation thermique à froid. La recherche des mécanismes d'endommagement en compression simple n'a pas été étudiée ici dans un souci de simplicité, afin de rester dans l'hypothèse d'isotropie macroscopique du matériau éventuellement endommagé.

7.2 Matériaux fissurés et homogénéisation : état de l'art

Les modèles auto-cohérents sont actuellement l'outil analytique disponible le plus puissant pour étudier les propriétés effectives des matériaux microfissurés. Kachanov [37] effectue en 1992 une revue bibliographique du sujet. L'ensemble des modèles auto-cohérents reposent sur la solution analytique d'Eshelby [85], pour une fissure ellipsoïdale immergée dans une matrice. La fissure est alors abordée comme une inclusion ellipsoïdale de demi-axes a , b et c dont la longueur du plus petit demi-axe c tend vers 0. La nature de la matrice qui contient la fissure peut être isotrope (voir par exemple [38, 39, 104]) ou anisotrope (l'article cite [40], mais on peut retrouver plus récemment les travaux de Sevostianov *et al.* [96]). La solution est ensuite généralisée à une famille de fissures toutes parallèles via un modèle auto-cohérent pour une densité N de fissures par unité de volume. Une autre généralisation du résultat obtenu pour une fissure unique consiste à additionner linéairement l'effet de chaque fissure sur les modules de souplesse. Dans les deux cas, la solution proposée repose sur l'hypothèse de non interaction entre les fissures (hypothèse dite « diluée »).

Les densités de fissures sont quantifiées par un paramètre hybride qui reprend à la fois un facteur de forme de l'inclusion considérée et la densité d'inclusions par unité de volume. Utilisé pour la première fois par Budianski *et al.* [39], ce paramètre s'exprime sous la forme :

$$\eta = \frac{2N}{\pi} \left\langle \frac{A^2}{P} \right\rangle_c, \quad (7.1)$$

où A représente l'aire de l'inclusion et P son périmètre. La valeur $\frac{A^2}{P}$ est estimée en moyenne sur l'ensemble des inclusions. Dans le cas d'inclusions circulaires planes (« penny-shaped inclusions »), ce paramètre se réduit à $\eta = N \langle a^3 \rangle_c$, où $\langle a^3 \rangle_c$ correspond alors à la moyenne des cubes des rayons des inclusions.

Bien que ces méthodes ne prennent pas en compte le détail des microstructures, certaines prédisent analytiquement un seuil de percolation des fissures, c'est-à-dire une densité au-delà de laquelle les modules élastiques effectifs sont nuls. Ce seuil est estimé par Budianski *et al.* à $\eta = \frac{9}{16}$ pour un milieu isotrope contenant des fissures vides (« dry cracks ») [39]. Il est néanmoins sujet à caution, puisque les estimations auto-cohérentes reposent sur l'hypothèse diluée. En réalité, pour les fortes densités, la proximité de multiples fissures annule ou réduit leur effet adoucissant sur les propriétés du matériau (« shielding effect » ou « effet écran »). De ce fait, les modèles auto-cohérents tendent à surestimer la chute des modules effectifs.

Des comparaisons entre les estimations auto-cohérentes et des calculs par éléments finis ont montré que l'utilisation de cette approximation sans interaction reste plus efficace que certaines méthodes plus sophistiquées. En particulier, elles fournissent des résultats cohérents dans le cas de fissures non-circulaires, non planes, ou encore de fissures qui s'intersectent [105].

Berryman & Grechka [106] proposent une autre estimation des propriétés d'un matériau fissuré. Les auteurs étudient une matrice isotrope contenant des fissures d'orientations aléatoire, macroscopiquement isotrope. La matrice est subdivisée en sous-cellules contenant chacune des fissures circulaires parallèles. Les propriétés de chaque cellule sont évaluées par homogénéisation en utilisant les estimations auto-cohérentes décrites précédemment. Chaque cellule est alors interprétée comme une phase homogène à symétrie isotrope transverse grâce aux résultats fournis par Hoenig *et al.* [38], ce qui permet ensuite aux auteurs de faire usage du modèle auto-cohérent de Berryman [28] pour en déduire les propriétés effectives du matériau global. Notons que Ponte-Castañeda et Willis [107] fournissent un ensemble de bornes dérivées de celles de Hashin et Shtrikman pour un milieu homogène contenant une distribution « sphéroïdale » d'inclusions elles-mêmes ellipsoïdales.

Huang *et al.* [108] étudient le cas d'un matériau multiphasique dont les composants sont des cristaux de symétrie isotrope transverse. Leur analyse repose sur l'estimation donnée par O'Connell et Budianski [104] dans le cas d'une distribution isotrope de fissures. Huang *et al.* [108] fondent leur propre estimation sur le fait que les estimations de Budianski et O'Connell [104] sont quasiment linéaires en η . Ils proposent ainsi des expressions pour lesquelles l'anisotropie et la densité de fissures sont découplées. Cette hypothèse doit rester valide même lorsque la taille caractéristique des fissures est de l'ordre de celle des grains du polycristal, et les résultats peuvent servir pour décrire des fissures inter-granulaires ou trans-granulaires. Cependant, une telle estimation est incapable de distinguer les deux types de fissures.

Si l'on veut obtenir des modélisations réalistes de l'endommagement de polycristaux par microfissuration, il est nécessaire de prendre en compte des fissures dont la taille est de l'ordre de grandeur de celle du grain. De la même façon, la morphologie et l'orientation de telles fissures doivent être corrélées avec l'orientation de maille cristalline où elles se situent. De telles corrélations ont été observées dans le cas d'alliages et de métaux aussi bien dans le cas inter-granulaire (voir par exemple [109–111]) que dans le cas trans-granulaire (voir par exemple [112]).

Nous avons déjà cité succinctement Delannay *et al.* [41] ainsi que Li *et al.* [42] (voir le chapitre 3), qui utilisent respectivement des simulations par éléments finis et par méthodes FFT pour étudier la microfissuration de polycristaux. Mentionnons plus récemment encore les travaux de Bromesson *et al.* [113], qui étudient la fissuration inter-granulaire dans un polycristal par éléments finis. Les auteurs font l'hypothèse que des amas orientés de grains de petite taille peuvent contrôler la forme des fissures et la ductilité du matériau. Les auteurs testent plusieurs orientations et formes d'amas de grains,

et pour chaque configuration, génèrent cinq réalisations de microstructures de mêmes propriétés morphologiques statistiques. Les simulations révèlent bien une dépendance entre l'orientation des amas et l'orientation du chargement imposé. De plus, les auteurs soulignent une grande variabilité des résultats à propriétés morphologiques fixées.

Ce dernier article suffit à montrer toute la richesse que peuvent apporter des calculs en champs complet sur des matériaux fissurés, mais aussi toute la complexité de la tâche. C'est la raison pour laquelle nous avons procédé par validations successive de l'utilisation de notre outil FFT sur polycristal fissuré.

7.3 Milieux fissurés et méthodes FFT

La difficulté majeure qui découle de l'utilisation des méthodes FFT pour l'étude de matériaux fissurés provient du fait qu'elles reposent sur l'utilisation d'un maillage fixe. Ce maillage étant fixé une fois pour toute pour une microstructure donnée, il induit une résolution minimale en dessous de laquelle il est impossible de descendre. Naturellement, lorsque l'on traite avec des objets aux dimensions très petites tels que des fissures, la question se pose de savoir comment les représenter.

Par ailleurs, contrairement à la méthode des éléments finis, il n'est pas possible de représenter une fissure complètement fermée par méthode FFT, et nous représentons dans ce qui suit les fissures par des inclusions vides dont l'une des dimensions caractéristiques est très petite au regard des autres, c'est-à-dire par des pores « très aplatis ».

Compte tenu de la singularité des champs en pointe de fissure, il est nécessaire, pour commencer, d'estimer l'aptitude des méthodes FFT à représenter ces champs, et la précision de la méthode. Ceci passe d'abord par une comparaison dans le cas bidimensionnel (en déformations planes) avec une solution analytique existante, ensuite par une comparaison avec des simulations par éléments finis. On traite ensuite des effets de discrétisation (orientation et épaisseur de fissure) dans le cas tridimensionnel.

7.3.1 Facteur d'intensité des contraintes en mode I

On considère un cas bidimensionnel (déformations planes) en mode I, pour lequel on dispose d'une solution analytique, que l'on traite avec deux résolutions différentes. Une cellule bidimensionnelle carrée de M^2 pixels ($M = 128$ ou $M = 4096$) et de longueur $L = 1$, alignée sur les axes horizontal \mathbf{e}_x et vertical \mathbf{e}_y , contient une fissure horizontale sous la forme d'une rangée de 25 ($M = 128$) ou 800 pixels ($M = 4096$), d'une longueur $\ell = 25/128 \approx 0,1953$. L'origine du repère coïncide avec la pointe de la fissure. Compte tenu de la périodicité des conditions aux limites, cette cellule représente un milieu homogène contenant un ensemble périodique de fissures horizontales.

Cette cellule est soumise à une sollicitation en mode I (ouverture). Les schémas numériques de Fourier n'autorisent pas le pilotage en contraintes de milieux poreux, car la souplesse des pores est infinie. On pilote donc plutôt en déformations, en appliquant

successivement $\bar{\varepsilon}_{ij} = 1$ pour $(i, j) = (1, 1), (1, 2), (2, 2)$, puis on calcule les champs correspondant au mode I ($\tilde{\sigma}_{11} = \tilde{\sigma}_{12} = 0, \tilde{\sigma}_{22} = 1$) par une combinaison linéaire appropriée de ces trois solutions.

Les calculs sont réalisés en utilisant le schéma « backward-forward » [114] et les résultats sont comparés au développement limité du champ de contrainte longitudinal en pointe de fissure de Williams [115] :

$$\sigma_{yy}(\mathbf{x}) = \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left[1 + \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right) \right] \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} + \mathcal{O}(1) \quad (7.2)$$

où K_I est le facteur d'intensité des contraintes en mode I, $r \rightarrow 0$ est la distance d'un voxel \mathbf{x} à la pointe de la fissure, et θ est l'angle entre l'axe \mathbf{e}_x du repère et la droite reliant la pointe de la fissure au voxel \mathbf{x} . Le terme $\mathcal{O}(1)$ représente la contrainte longitudinale asymptotique à grande distance de la pointe de fissure.

Le facteur d'intensité des contraintes K_I peut être estimé en ajustant la courbe $\bar{\sigma}_{yy} \sim \frac{0,2234}{\sqrt{x}}$ sur les données de simulation, le long de la droite horizontale passant par la pointe de fissure ($y = 0$ et $0 < x \ll L$, comme l'illustre la figure 7.1). On trouve alors un facteur d'intensité normalisé $K'_I = K/\sqrt{\pi\ell\bar{\sigma}_{yy}} \approx 1,011$. Cette valeur est en accord avec les résultats obtenus par Karihaloo [116, 117] pour des microstructures doublement périodiques contenant des fissures. Dans le cas présent, le rapport de la taille de la fissure à celle de la cellule unitaire est de $\ell/L = 0,1953$. Pour un rapport de 0,2, Karihaloo [116, 117] donne un facteur d'intensité des contraintes normalisé de 1,012, ce qui valide la solution numérique.

La décroissance en $\frac{1}{\sqrt{r}}$ au voisinage de la pointe de la fissure, n'est observable que sur une décade pour la meilleure résolution (4096×4096), et n'est pas observable pour la résolution la plus faible (128×128), comme l'illustre l'insert de la figure 7.1) en représentation log-log.

La figure 7.2 compare le champ de contrainte longitudinale σ_{yy} au voisinage de la pointe de fissure. Les solutions analytique et FFT à haute résolution (a et c) sont très proches. Les vues b et d comparent la solution FFT à basse résolution et la solution analytique moyennée sur des domaines de même taille. Les plus gros écarts sont observés loin de la pointe de fissure, là où les interactions entre fissures deviennent sensibles. En effet, la solution analytique concerne une unique fissure dans un milieu infini, tandis que la solution FFT est relative à un ensemble de fissures parallèles.

7.3.2 Comparaison FFT-éléments finis

Il s'agit ici de comparer la précision de deux schémas FFT, le schéma dit « backward-forward » (FFT-BF) et le schéma dit « rotationnel » (FFT-ROT), avec celle de la méthode des éléments finis dans les cas d'interpolation linéaire (EF-L) et quadratique (EF-Q), en fonction du nombre de degrés de liberté des simulations. Cette étude a été menée par François Willot, du Centre de Morphologie Mathématique de Fontainebleau, pour

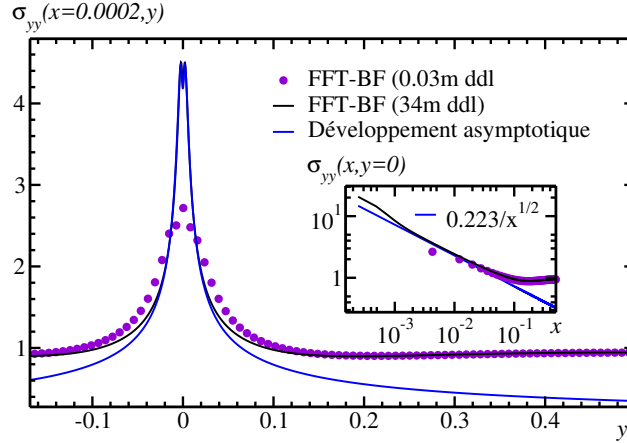


FIGURE 7.1 – Profil de la composante σ_{yy} le long d'un segment en position $x = 2 \cdot 10^{-4}$, $-0,15 < y < 0,5$. En noir et en pointillés violet : résultat des simulations par FFT avec 34 millions et 32 milliers de degré de liberté. En bleu : développement limité de la solution analytique en pointe de fissure (7.2) ajustée avec la valeur $K_I = 0,2234\sqrt{2\pi}$. Insert : représentation de σ_{yy} le long du segment $y = 0$, $x > 0$, en échelle log-log.

les simulations FFT, et par Jacques Besson, du Centre des Matériaux d'Evry, pour les simulations par éléments finis.

Les simulations sont réalisées avec la même cellule élémentaire bidimensionnelle (déformations planes) qu'au paragraphe précédent. Elle est constituée d'une fissure immergée dans une matrice isotrope de module d'Young 1 et de coefficient de Poisson 0,25. La fissure est au centre de la cellule d'étude et se trouve orientée parallèlement à l'axe e_x du laboratoire. À nouveau, nous prenons ici pour origine du repère la pointe de la fissure. Les calculs par éléments finis utilisent une grille régulière d'éléments carrés.

Pour les simulations par éléments finis, les conditions aux limites $\sigma_{11} = \sigma_{12} \equiv 0$ sont imposés sur les bords latéraux de la cellule $x = 1/2 - \ell/2$ et $x = -1/2 - \ell/2$, et $\sigma_{12} \equiv 0$, $\sigma_{22} \equiv 1$ sur les bords longitudinaux $y = \pm 1/2$. Un déplacement nul est également imposé dans le coin supérieur droit de la cellule ($x = 1/2 - \ell/2$, $y = 1/2$). Afin d'obtenir les mêmes conditions pour les simulations FFT, on ajoute une rangée verticale de cinq pixels d'épaisseur le long des bords verticaux de la cellule, afin d'obtenir localement $\sigma_{11} = \sigma_{12} = 0$. La sollicitation imposée est $\bar{\varepsilon}_{11} = \bar{\varepsilon}_{12} \equiv 0$, $\bar{\varepsilon}_{22} \equiv 1$, ce qui vérifie $\bar{\sigma}_{11} = \bar{\sigma}_{12} = 0$ et $\bar{\sigma}_{22} = 1$. Enfin, par périodicité, le déplacement est uniforme le long des bords horizontaux de la cellule.

Pour les simulations par éléments finis, les déplacements sont calculés aux nœuds de chaque élément, tandis que les tenseurs des contraintes sont estimés aux points de Gauss

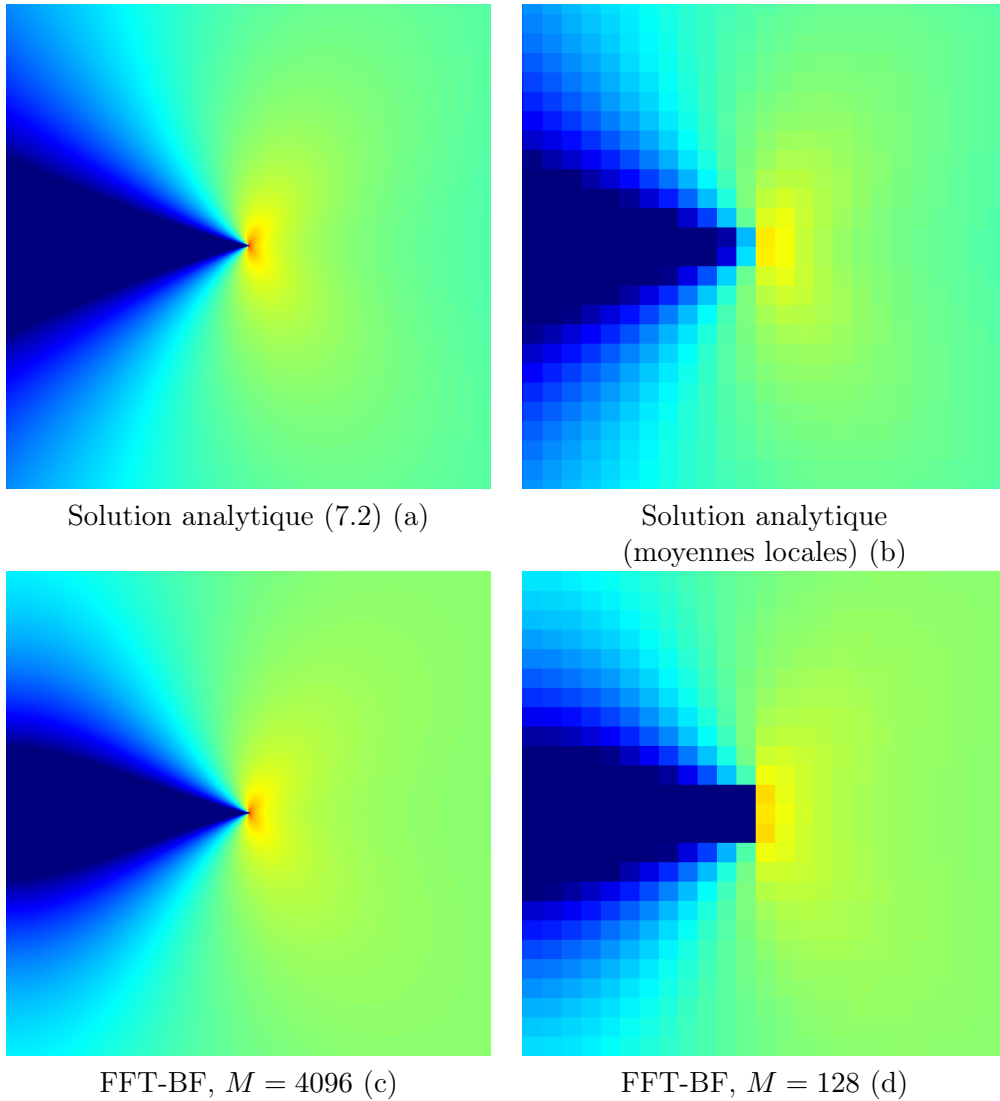


FIGURE 7.2 – Composante σ_{yy} autour d'une fissure isolée dans une matrice (2D). (a) : Solution analytique (7.2); (c,d) : Méthodes FFT pour deux résolutions différentes (4096^2 et 128^2); (b) : Moyennage de la solution analytique dans des zones correspondant aux voxels en (d).

de chaque maille. À des fins de comparaison, les contraintes sont calculées aux nœuds par interpolation. La pointe de fissure se trouve sur un nœud. Pour les simulations par FFT, les champs de contraintes et de déformations sont estimés aux coins des pixels pour la méthode (FFT-BF), aux centres pour la méthode (FFT-ROT), tandis que les champs de déplacement sont calculés aux coins des pixels. La pointe de fissure se trouve au centre des bords d'un pixel. Pour la comparaison, les champs sont évalués en décalant d'un demi-pixel si besoin.

Les calculs FFT sont menés pour des résolutions de 256^2 , 512^2 , 1024^2 , 2048^2 et 4096^2 pixels, tandis que les calculs par éléments finis utilisent un nombre d'éléments finis de 64^2 , 128^2 , 256^2 , 512^2 . Dans la suite, nous comparerons les deux méthodes à nombre de degrés de liberté (dof) équivalents, en tenant compte du fait que seul le quartier supérieur droit est simulé pour les calculs par éléments finis. Ainsi, pour ces derniers, les quantités de degrés de liberté ont été multiplié par quatre.

Les figures 7.3 et 7.4 présentent le profil de contrainte longitudinale σ_{yy} le long de la ligne $y = 0$ près de la pointe de fissure (figure 7.3) et loin de la pointe de fissure (figure 7.4). Globalement, comme le montre l'insert de la figure 7.4, les quatre méthodes sont en excellent accord à la plus forte résolution. Les deux figures montrent que lorsque le nombre de degrés de liberté augmente, la solution est approchée par valeur inférieure pour les éléments finis, par valeur supérieure pour les méthodes FFT, avec une convergence plus rapide pour les éléments finis, et une meilleure précision à basse résolution pour les méthodes FFT.

On observe que les prédictions du schéma rotationnel sont meilleures que celles du schéma backward-forward, et que l'interpolation quadratique n'apporte pratiquement rien. Les précisions des méthodes FFT et éléments finis sont comparables, meilleures près de la pointe de fissure mais moins bonnes loin de la fissure pour les éléments finis. Ces différents points sont illustrés par la figure 7.5, qui présente la convergence des quatre méthodes en deux points loin et près de la pointe de fissure en fonction de nombre de degrés de liberté.

Les figures 7.6 et 7.7 montrent les champs de déplacement longitudinal u_y le long de la ligne $y = 0$ au voisinage de la pointe de fissure (figure 7.6) et au centre de la fissure (figure 7.7). Comme pour les contraintes, l'accord est excellent à forte résolution (voir l'insert de la figure 7.7).

Près de la pointe de fissure, les éléments finis donnent une meilleure qualité de prédiction, ce qui n'a rien de surprenant, compte tenu du fait que, dans ce cas, la fissure est initialement de volume nul, ce qui n'est pas le cas pour les simulations FFT. Dans le même registre, les éléments finis prédisent un déplacement nul sur la ligne $y = 0$ à l'extérieur de la fissure, ce qui est le résultat exact, tandis que les résultats FFT ne font que tendre vers cette valeur à haute résolution. Le lecteur intéressé par cette comparaison trouvera des résultats plus détaillés dans la référence [118].

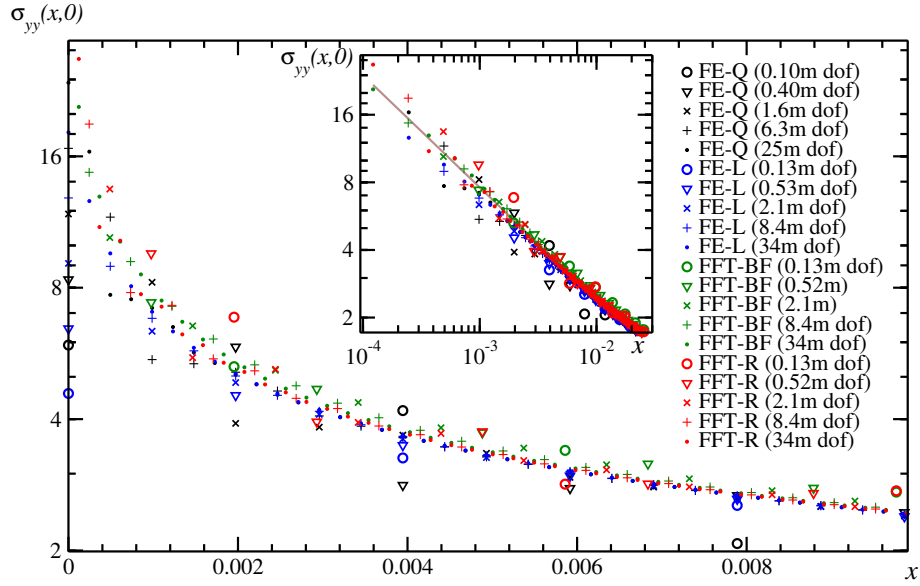


FIGURE 7.3 – Contrainte σ_{yy} le long de la ligne $y = 0$ près de la fissure, échelle lin-log : calculs éléments finis (EF-L en bleu, EF-Q en noir) et prédictions FFT (FFT-BF en vert, FFT-ROT en rouge). Chaque symbole est associé à un nombre de degré de liberté comparable (voir la légende, les d.o.f. sont donnés en millions). Insert : échelle -log-log. En marron : la fonction $0.24/\sqrt{x}$.

7.3.3 Influence de la discrétisation

On étudie ici les rôles respectifs de l'épaisseur et de l'orientation des fissures. Le premier point est nécessaire du fait qu'il n'est pas possible de représenter une fissure complètement fermée sur une grille de voxels, le second du fait que la grille est fixe et que l'orientation des fissures n'a aucune raison d'être alignée sur la grille dans le matériau d'étude.

À cet effet, nous considérons une cellule élémentaire tridimensionnelle cubique, de taille L^3 voxels, constituée d'une matrice isotrope et une inclusion cylindrique (voir figure 7.8). Cette inclusion a pour base un cercle de rayon a et pour hauteur w , avec $w \ll a$. Nous appelons w l'épaisseur de la fissure et nous notons \vec{n} la direction de l'axe de révolution de l'inclusion. Lorsque $w \rightarrow 0$, ce vecteur est la normale à la surface de la fissure.

La discrétisation d'une telle inclusion sur une grille de voxels peut amener à la déconnexion des voxels qui la composent (voir exemple sur la figure 7.9). Ces phénomènes dépendent intrinsèquement de l'orientation de l'inclusion et de son épaisseur. Pour les orientations, deux cas sont examinés. Pour le premier, l'axe de révolution de l'inclusion est confondu avec l'axe z de la grille. Dans ce cas, les voxels de l'inclusion sont tous dans

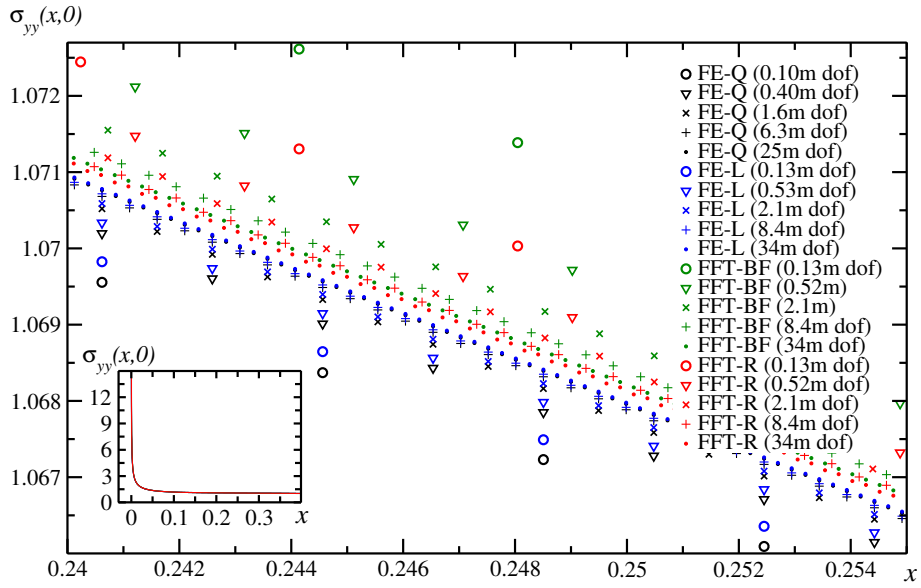


FIGURE 7.4 – Contrainte σ_{yy} le long de la ligne $y = 0$ loin de la fissure. Insert : σ_{yy} pour $y = 0, 0 < x < 0.4$ prédit pour chacune des méthodes EF-Q, EF-L, FFT-BF et FFT-R avec environ 30 millions degrés de liberté. Les quatre courbes se superposent quasiment parfaitement.

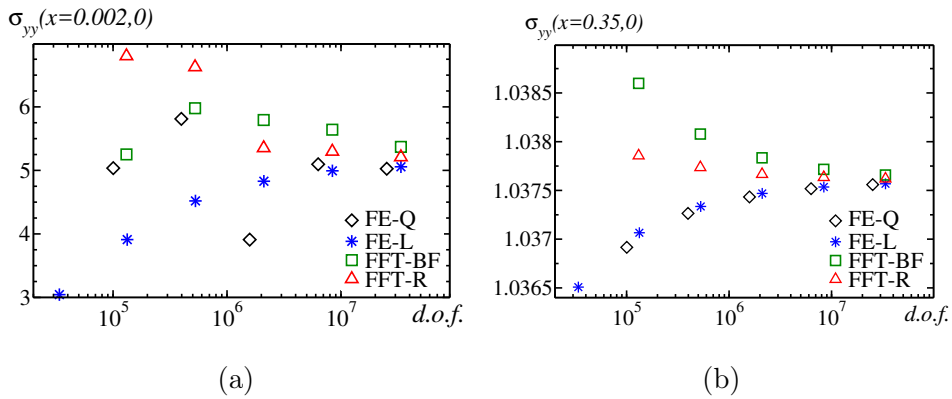


FIGURE 7.5 – Convergence de la contrainte longitudinale σ_{yy} en deux points en fonction du nombre de degrés de liberté (a) point $(x = 0.002, y = 0)$ proche de la pointe de la fissure, (b) point $(x = 0.35, y = 0)$ loin de la fissure.

le plan (x, y) ce qui assure leur connexité au sein de l'inclusion. Pour le deuxième cas, l'axe de révolution de l'inclusion est de direction $\vec{n} = (1, 1, 1)$. Dans une telle situation, les voxels de l'inclusion restent connectés le long de leurs arêtes, mais, selon l'épaisseur

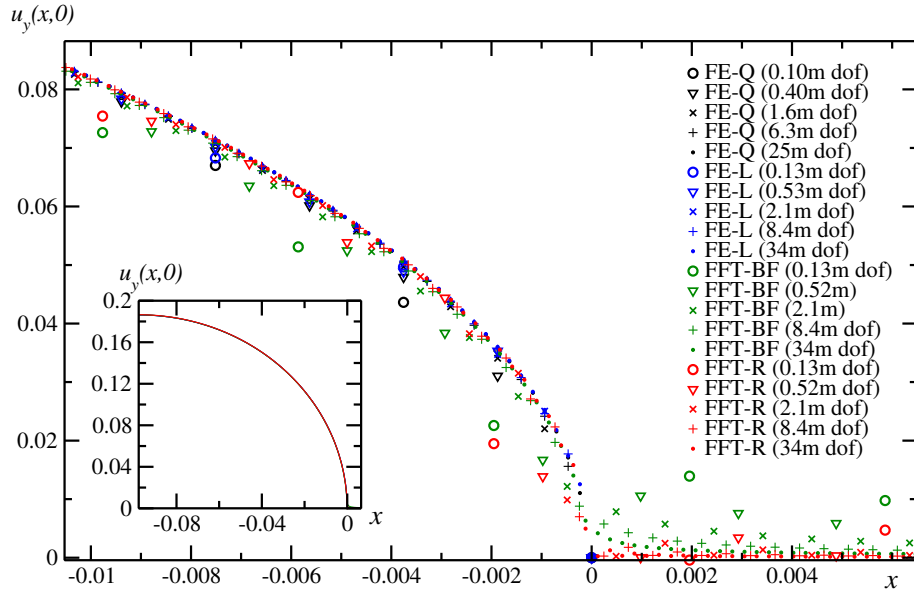


FIGURE 7.6 – Déplacement longitudinal u_y le long de la ligne $y = 0$ près de la pointe de fissure. Chaque symbole représente un nombre de degrés de liberté comparable (voir la légende de la figure, en millions). Insert : u_y le long de la moitié de la fissure $-0.098 < x < 0$, prédits par les quatre méthodes FE-Q, FE-L, FFT-BF et FFT-R avec environ 30 millions degrés de liberté.

w , les voxels composant la matrice peuvent rester connectés par leurs sommets. En d'autres termes, la matrice reste connectée à travers les voxels de la « fissure ».

Dans ces conditions, le comportement élastique effectif de la cellule élémentaire est isotrope transverse, caractérisé par le module d'Young dans le plan E_p , le module d'Young hors plan E_z , le module de cisaillement hors plan G_{zp} , et les trois coefficients de Poisson plan ν_p et hors plan ν_{pz} et $\nu_{zp} = (E_p/E_z)\nu_{pz}$.

Les calculs FFT réalisés en utilisant le schéma direct (FFT-MS), le schéma rotationnel (FFT-R) et le schéma backward-forward (FFT-BF). Les conditions de chargement sont appliquées de façon à extraire directement les modules effectifs ci-dessus.

Les résultats sont comparés avec la solution fournie par Sevostianov *et al.* [96] qui prédit les champs de déformation et de contrainte pour une matrice homogène contenant un porosité ellipsoïdale à partir de la solution d'Eshelby [85]. Dans le cas d'un ellipsoïde aplati infiniment fin, c'est-à-dire d'un disque, elle donne les modules effectifs d'un milieu contenant un ensemble de fissures parallèles, dans l'hypothèse de non-interaction. Cette solution prévoit que seuls les modules G_{zp} , E_z et ν_{zp} sont affectés par la présence de la fissure.

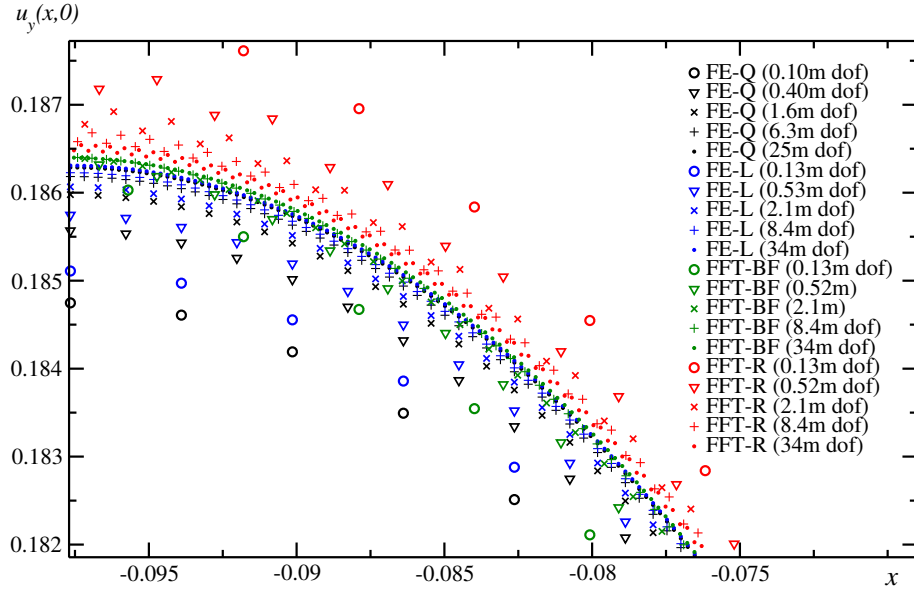


FIGURE 7.7 – Déplacement longitudinal u_y le long de la ligne $y = 0$ près de la pointe de fissure ($y = 0$, $-0.098 < x < -0.073$). Chaque symbole représente un nombre de degrés de liberté comparable (voir la légende de la figure, en millions).

Pour le comportement de la matrice, on choisit un module d'Young $E^{\text{mat}} = 1$, un module de cisaillement $G^{\text{mat}} = 0.4$, et un coefficient de Poisson $\nu^{\text{mat}} = 0.25$ pour le coefficient de Poisson. Les modules effectifs prédits par FFT et par le modèle de Sevostianov [96] sont représentés sur la figure 7.10, normalisés par leur valeur dans la matrice, en fonction du rapport $\delta = \frac{w}{L}$ pour les différentes valeurs de w testées, L étant fixé à 128 voxels.

Afin d'établir une comparaison rigoureuse, on réalise quelques simulations complémentaires en remplaçant l'inclusion cylindrique par une inclusion ellipsoïdale, soit de même volume (méthode I), soit de même épaisseur (méthode II) que l'inclusion cylindrique. Les axes de l'ellipsoïdes sont confondus avec ceux de la grille de voxels, mais la discrétisation reste grossière, ce qui peut s'observer par les valeurs erratiques sur les coefficients de Poisson. Malgré cela, les résultats obtenus se rapprochent des résultats analytiques de la méthode II (en bleu sur les figures). Ces résultats sont particulièrement visibles concernant les différents coefficients de Poisson. Par exemple, le coefficient ν_p reste quasiment constant dans le cas d'un cylindre tandis qu'il augmente avec l'épaisseur dans le cas d'une inclusion ellipsoïdale. Concernant le coefficient G_{zp} , les valeurs à faible taille d'inclusion stagnent et ne tendent pas vers la même valeur que le modèle analytique, mais à nouveau, ceci est surtout lié à la difficulté de discrétiser un ellipsoïde à basse résolution.

Lorsque $w \rightarrow 0$, les modules E_p , ν_p et ν_{zp} tendent vers ceux de la matrice, confor-

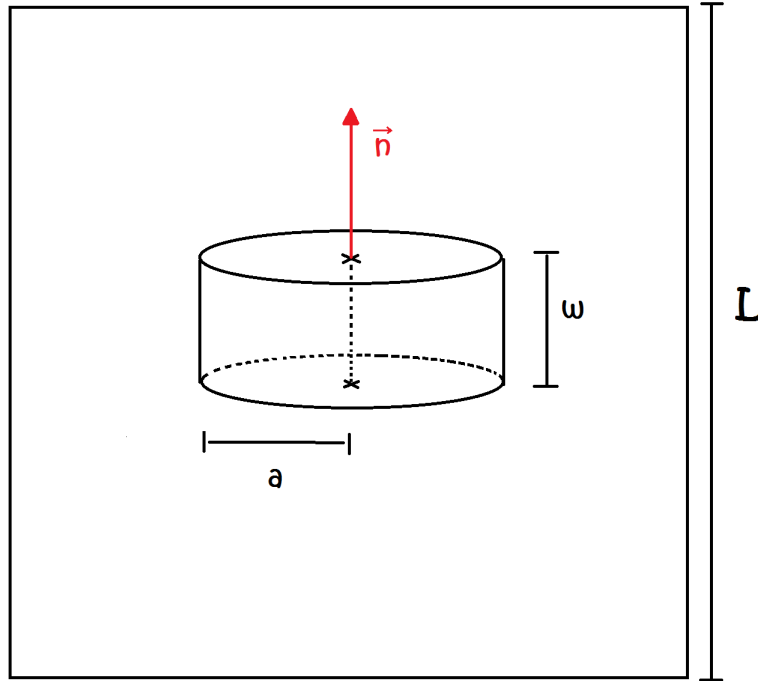


FIGURE 7.8 – Inclusion cylindrique immergée dans une matrice isotrope cubique de dimension L^3 voxels. Le cylindre est de rayon a et de hauteur w . Ce modèle de micro-structure est utilisé afin d'évaluer l'influence du rapport $\delta = \frac{w}{L}$ et de l'orientation du vecteur \vec{n} sur les propriétés effectives calculées par méthodes FFT.

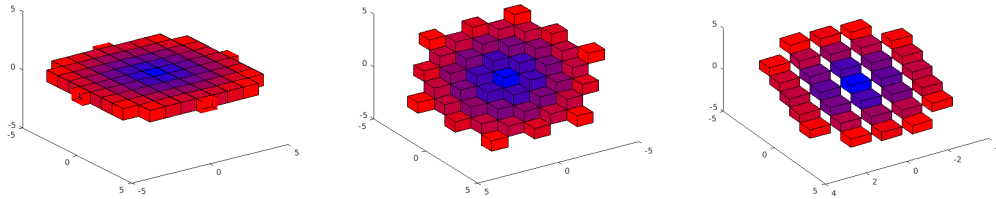


FIGURE 7.9 – Discrétisation de différentes inclusions cylindriques d'épaisseur critique. A gauche, l'inclusion se trouve dans le plan (x, y) de la grille et ne pose pas de problème de déconnexion. Au centre, l'inclusion est de normale $\vec{n} = (1, 1, 1)$ et d'épaisseur $w = 0.7$. Les voxels de l'inclusion sont connectés par leurs arêtes, mais ceux de la matrices restent connectée par leurs sommets, traversant ainsi la fissure. A droite, le cas d'une inclusion de normale $\vec{n} = (2, 1, 1)$ et d'épaisseur $w = 0.7$, la déconnexion est encore plus évidente.

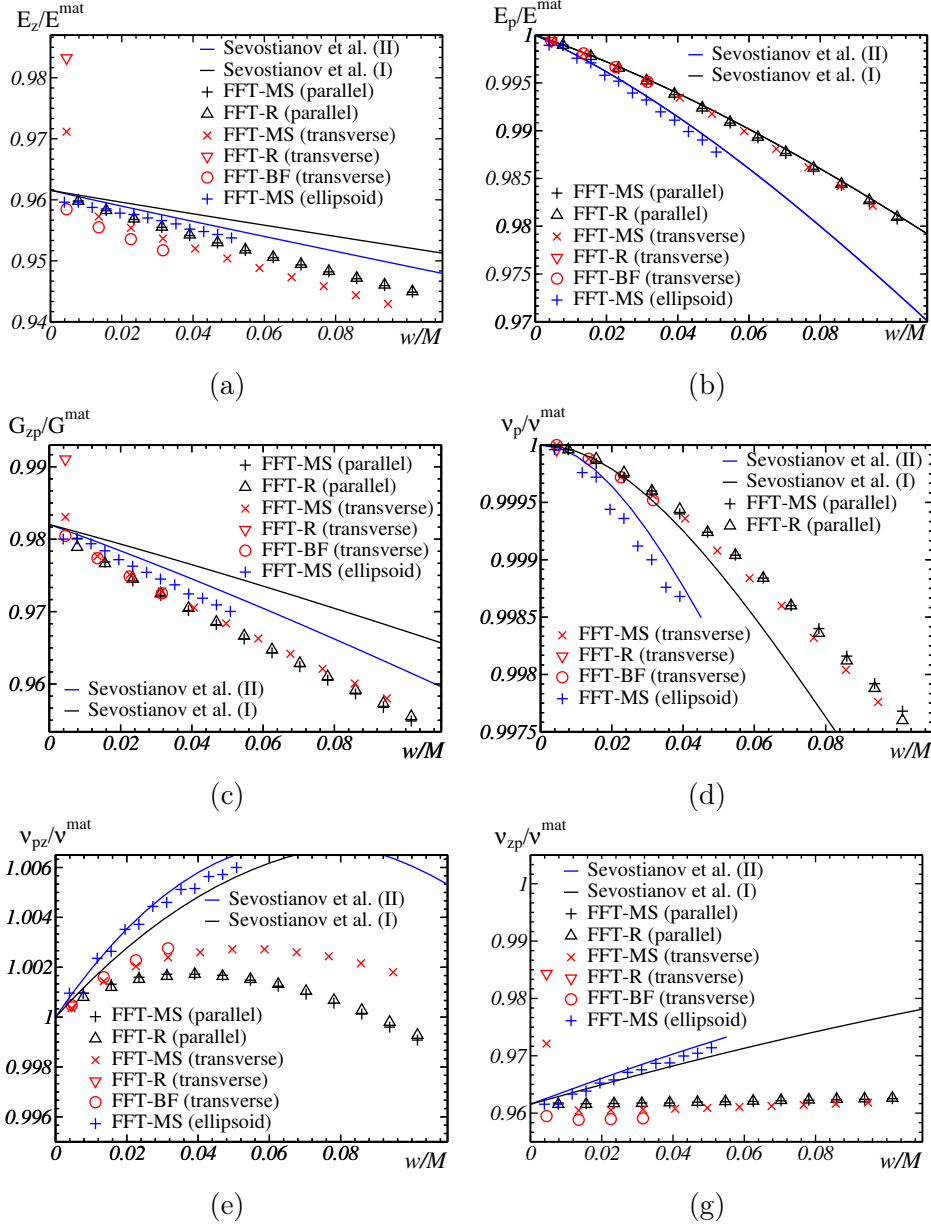


FIGURE 7.10 – Influence de l'épaisseur w sur les modules effectifs d'un champ de fissures périodique. (a) E_z , (b) E_p , (c) G_{zp} , (d) ν_p , (e) ν_{pz} , et (f) ν_{zp} . Symboles : résultats FFT pour des fissures de formes cylindrique orientées parallèlement (noir) et transversalement (rouge) à la grille de voxels, et pour des fissures ellipsoïdales dont les axes sont parallèles à la grille de voxels (bleu). Traits plein : résultats analytiques exacts dans l'hypothèse de vides ellipsoïdaux sans interaction. En noir : même volume que les cylindres utilisés en FFT (méthode I). En bleu : demi-axe mineur de longueur $w/2$ (méthode II).

mément au modèle théorique. Pour les autres modules, on observe une légère différence de valeurs entre le modèle théorique et les résultats FFT pour $w \rightarrow 0$, écart encore une fois dû aux conditions aux limites périodiques.

Le cas des inclusions non alignées sur la grille (en rouge sur les figures) est en général en excellent accord avec celui des fissures parallèles à la grille (en noir). Deux situations font exception. Tout d'abord, dans le cas de fissures très épaisses, les calculs FFT transverses sous-estiment le module E_z et le coefficient de Poisson ν_{zp} . Ensuite, dans le cas d'épaisseurs très faibles, les prédictions FFT pour des fissures transverses surestiment largement les modules effectifs dans le cas des schémas (FFT-R) et (FFT-MS), mais pas dans le cas du schéma (FFT-BF). Cette remarque s'applique à tous les modules affectés par la présence d'une fissure infiniment fine, c'est-à-dire G_{zp} , E_z et ν_{zp} .

Nous interprétons ceci comme une conséquence directe de la méthode de discrétisation des différents schémas. Dans le cas du schéma rotationnel (FFT-R), la contrainte peut être transmise d'un voxel à un autre en diagonale, via leur sommet car c'est à cet endroit que l'algorithme calcule la divergence des contraintes. Dans une telle situation, on peut tracer une ligne qui reste entièrement dans la matrice à l'exception de ce coin de voxel qui permet tout de même la transmission des contraintes. C'est ce qui provoque une augmentation significative du module d'Young perpendiculaire au plan de la fissure, ie E_z . Le même phénomène peut être observé pour le schéma direct (FFT-MS), mais pas pour le schéma (FFT-BF). En effet, ce dernier calcule la divergence des contraintes au centre des faces, ce qui suffit à empêcher les transmissions de contraintes.

Pour pallier ce défaut, nous imposerons pour la suite du manuscrit une épaisseur $w = 4$ voxels et nous travaillerons de préférence avec le schéma FFT-BF sur microstructures multi-fissurées. Nous assurons ainsi que nos fissures seront assez épaisses, même après discrétisation, pour empêcher toute transmission de contrainte quelle que soit leur orientation.

7.3.4 Cas de populations de fissures parallèles

Avant de passer au polycristal microfissuré, on étudie le cas d'une matrice isotrope contenant 1, 21, 62 et 92 inclusions parallèles, mais dont la position est choisie aléatoirement, leur contact étant toutefois interdit. Les inclusions sont disposées dans le plan (x, y) , et leur épaisseur est d'un seul voxel.

Les résultats sont présentés sur la figure 7.11 pour le module de compressibilité, donné par $1/K = 2(1 - \nu_p - 2\nu_{pz})/E_p + 1/E_z$, et pour le module de cisaillement hors plan G_{zp} . Ils sont comparés à ceux des modèles de Sevostianov [96] et de Hoenig [38]. Aux faibles densités de fissures, les résultats FFT sont proches des prédictions de Sevostianov pour le module de compressibilité, de ceux de Hoenig pour le module de cisaillement hors plan. Ils s'écartent des deux modèles aux fortes densités de fissures, ce qui s'explique par le fait que les deux modèles théoriques considèrent l'hypothèse de non interaction.

Il convient de souligner ici un aspect technique mais crucial, quant à l'estimation

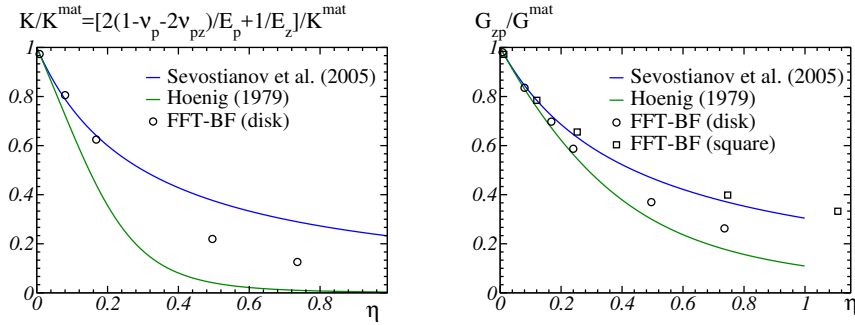


FIGURE 7.11 – Comparaison des modules prédits par FFT avec les résultats théorique de Sevostianov *et al.* [96] et Hoenig *et al.* [38], pour une cellule constituée d’une matrice isotrope contenant des fissures cylindriques parallèles d’épaisseur 1 voxel.

du paramètre de densité de fissures η . Dans le cas présent, nous étudions des fissures cylindriques et il est donc aisé d’estimer ce paramètre puisque nous connaissons les dimensions des fissures que l’on impose. Nous verrons par la suite que cette donnée n’est pas toujours immédiate. En pratique, nous estimons les paramètres de forme des fissures à l’aide des moments d’inertie, mais cette méthode n’est pas nécessairement la plus efficace. Afin de mettre en avant ce phénomène, nous réalisons une dernière série de calculs dans lesquels nous étudions une matrice contenant des fissures non plus circulaires, mais carrées (et toujours cylindriques de hauteur w). Leur nombre et leur emplacement restent les mêmes. Les modules sont tracés en fonction du paramètre η sur la figure 7.12, pour trois méthodes d’estimation de η .

La première estimation de η consiste à utiliser les moments d’inertie, la deuxième mesure une ellipse équivalente de même surface spécifique et la troisième utilise le cercle inscrit comme mesure d’ellipse équivalente. La dernière méthode fournit les résultats les plus proches des formules analytiques issues de la littérature. Cependant, en pratique, le calcul des moments d’inertie sera préféré à cause de sa simplicité de mise en œuvre pour des fissures non planes. Le détail de cette méthode sera donné plus tard dans ce chapitre, à la page 143 du manuscrit.

7.4 Etude du polycristal microfissuré

Ces validations étant effectuées, nous pouvons nous tourner vers le cas du polycristal microfissuré. L’objectif est d’une part de déterminer le type et la densité de microfissures permettant de retrouver les propriétés élastiques mesurées en compression simple, d’autre part de comprendre comment la microfissuration induit la chute du coefficient de dilatation thermique volumique observé sous sollicitation thermique à basse température.

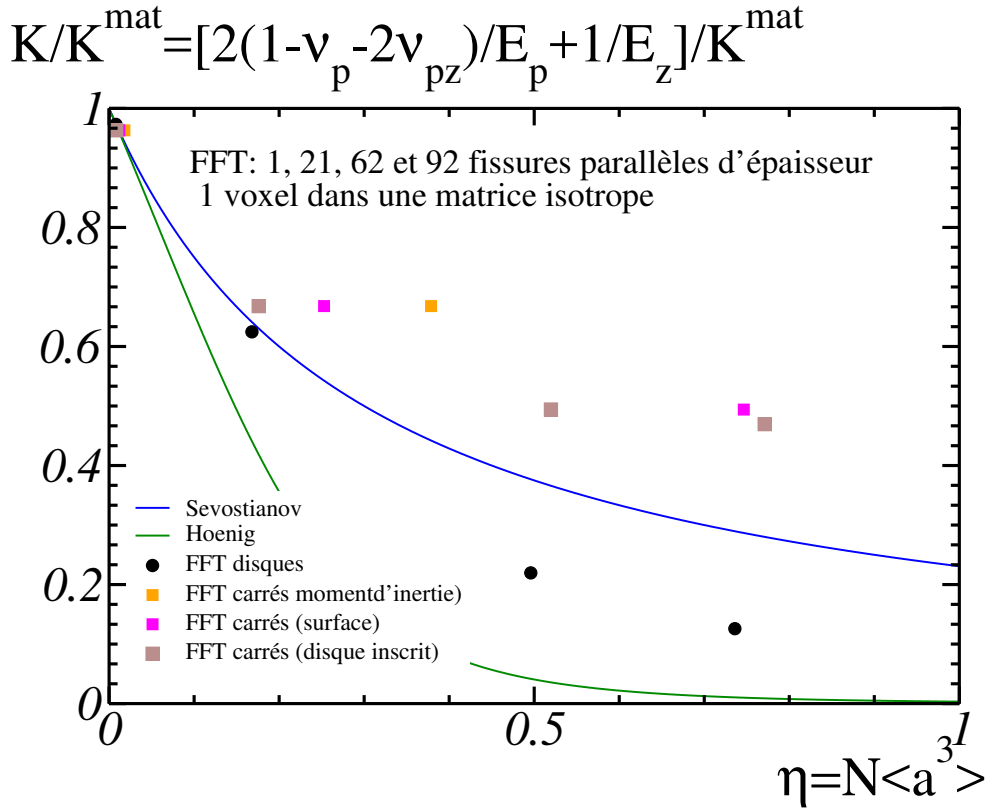


FIGURE 7.12 – Mesure du paramètre de densité de fissures η par différents moyens pour des inclusions carrées. En orange : moments d'inertie. En magenta : ellipse de même surface. En marron : cercle inscrit. La méthode du cercle inscrit est la plus proche des solutions analytiques, mais les moments d'inertie restent les plus pratiques à utiliser.

À cet effet, on procède en enrichissant la microstructure polycristalline décrite au chapitre 4 en y introduisant des populations de microfissures de densité croissante, et en déterminant la variation de propriétés effectives avec la densité de microfissures. Cependant, le type de microfissures existant ou se développant dans le matériau réel étant encore largement inconnue, on procède simultanément à l'étude de l'effet de populations de microfissures inter- et transgranulaires. Les microstructures et les propriétés effectives correspondantes se verront attribuer l'extension « -I » pour le cas intergranulaire, et l'extension « -T » pour le cas transgranulaire. A ce stade, il n'est question d'étudier ni l'initiation ni la propagation de fissures, mais seulement leur effet sur la dégradation des propriétés thermoélastiques effectives du milieu.

Les modèles auto-cohérents utilisés plus haut sont relatifs à l'effet de fissures distribuées dans une matrice homogène, éventuellement anisotrope. Dans le cas présent, les microfissures sont distribuées dans un polycristal hétérogène à grains anisotropes. Il est

de ce fait nécessaire de développer des modèles plus avancés permettant de prendre en compte, au moins partiellement, cette hétérogénéité.

Compte tenu de son mode de fabrication, le matériau est macroscopiquement isotrope dans son état initial. Il en découle que la distribution d'orientations de la population de microfissures qu'il contient est nécessairement uniforme. Il en va de même pour les microfissures induites par le chargement thermique, macroscopiquement isotrope par nature. En revanche, les populations de microfissures induites par une sollicitation orientée telle que la compression simple sont très probablement caractérisées par une orientation préférentielle dans la direction de sollicitation. Ce cas a été volontairement laissé de côté dans la présente thèse, quitte à l'étudier ultérieurement.

7.4.1 Homogénéisation d'un polycristal fissuré en thermoélasticité

Cette section est construite autour des théories d'homogénéisation en thermo-élasticité linéaire qui traitent de microfissures au sein d'un polycristal. Nous combinons diverses méthodes analytiques applicables aux polycristaux dans le cas du TATB (section 7.4.1.1). En section 7.4.1.2, nous introduisons une nouvelle méthode auto-cohérente pour déterminer les propriétés effectives d'un polycristal fissuré.

7.4.1.1 Modèles auto-cohérents et bornes analytiques

La majorité des modèles auto-cohérents et des bornes qui nous intéressent dans le cadre de cette thèse s'appliquent soit à des milieux isotrope et homogènes fissurés, soit à des polycristaux, mais jamais les deux. Nous proposons de combiner ces deux approches pour prendre en compte à la fois l'anisotropie du monocristal ainsi que la présence de microfissures.

Pour ce qui concerne l'aspect polycristallin de notre matériau, nous faisons usage du modèle auto-cohérent développé par Berryman *et al.* [28]. Dans le cas d'un polycristal à symétrie hexagonale non fissuré, la méthode consiste à résoudre un ensemble de trois équations à trois inconnues G_B (module de cisaillement effectif), K_B (module de compressibilité effectif) et ξ (variable auxiliaire) :

$$3G_V = C_{33}^h + C_{11}^h - 2C_{13}^h - C_{66}^h, \quad (7.3a)$$

$$3K_V G_R = C_{33}^h (C_{11}^h - C_{66}^h) - (C_{13}^h)^2, \quad (7.3b)$$

$$9K_V = C_{33}^h + 2C_{11}^h + 2C_{12}^h + 4C_{13}^h, \quad (7.3c)$$

$$\xi = \frac{G_B}{6} \frac{9K_B + 8G_B}{K_B + 2G_B}, \quad (7.3d)$$

$$K_B = K_V \frac{G_R + \xi}{G_V + \xi}, \quad (7.3e)$$

$$\frac{5}{G_B + \xi} = \frac{K_V + \frac{4}{3}G_B}{(K_B + \frac{4}{3}G_B)(G_V + \xi)} + \frac{2}{C_{44}^h + \xi} + \frac{2}{C_{66}^h + \xi}, \quad (7.3f)$$

où C^h représente le tenseur d'élasticité du monocristal constitutif, à symétrie hexagonale. Dans l'absolu, le monocristal de TATB est bien plus proche d'une symétrie monoclinique que d'une symétrie hexagonale. Malheureusement, concernant les propriétés effectives d'un polycristal à symétrie monoclinique, la littérature ne propose que des bornes [119] et aucune estimation n'est connue à ce jour. Ces bornes ne seront pas considérées dans la suite du travail.

Toute la question est alors de savoir comment combiner ce modèle avec les différentes estimations auto-cohérentes existantes afin d'obtenir un modèle auto-cohérent qui puisse représenter de façon satisfaisante un polycristal fissuré. Pour cela, nous utiliserons deux type d'approches reposant sur des philosophies différentes. Le premier type d'approche consiste à utiliser le résultat de l'estimation de Berryman comme donnée d'entrée pour des modèles auto-cohérents estimant les propriétés d'une matrice fissurée. Le deuxième consiste à fournir en entrée au modèle de Berryman les propriétés d'un cristal de TATB fissuré, provenant d'un modèle auto-cohérent.

Afin de prendre en compte une population de fissures, nous utilisons donc différents moyens. Tout d'abord, nous faisons usage du modèle auto-cohérent de Budianski et O'Connell [39, 120] qui s'applique dans le cas d'un milieu homogène isotrope contenant des fissures d'orientations aléatoires. Cette estimation repose sur les caractéristiques typiques des modèles auto-cohérents, dans lesquelles la fraction volumique des inclusions (pour le cas d'un composite) est remplacée par le paramètre de densité de fissure η . L'estimation ainsi fournie est exacte au premier ordre pour le régime dilué, $\eta \ll 1$ [37] et prédit un seuil de percolation correct en termes de η . La valeur du seuil de percolation est fixée par les hypothèses inhérentes à tout modèle auto-cohérent. Budianski et O'Connell considèrent des fissures elliptiques dont le rapport de forme est arbitraire mais ils remarquent que leur estimation est quasiment insensible à ce dernier paramètre.

Par la suite, nous décidons d'utiliser l'estimation obtenue par les auteurs dans le cas de disques, laquelle est déterminé en résolvant numériquement le système suivant d'équations :

$$\frac{K_{SC}}{K_B} = 1 - \frac{16}{9} \frac{1 - \nu_{SC}^2}{1 - 2\nu_{SC}} \eta, \quad (7.4a)$$

$$\frac{G_{SC}}{G_B} = 1 - \frac{32}{45} \frac{(1 - \nu_{SC})(5 - \nu_{SC})}{2 - \nu_{SC}} \eta, \quad (7.4b)$$

$$\eta = \frac{45}{16} \frac{(\nu_B - \nu_{SC})(2 - \nu_{SC})}{(1 - \nu_{SC}^2) [10\nu_B - \nu_{SC}(1 + 3\nu_B)]}, \quad (7.4c)$$

où ν_{SC} est le coefficient de Poisson effectif, K_{SC} et G_{SC} sont les modules de compressibilité et de cisaillement effectif. Le coefficient de Poisson de la matrice ν_B , ainsi que ses modules de compressibilité et de cisaillement K_B et G_B sont obtenus à partir de l'équation (7.3). Nous noterons par la suite ce modèle (SC). Une telle méthode repose sur l'hypothèse de séparation d'échelle entre la taille des grains et celle d'un ensemble

de fissures orientées aléatoirement à une échelle plus grande (voir la représentation schématique à la figure 7.13a).

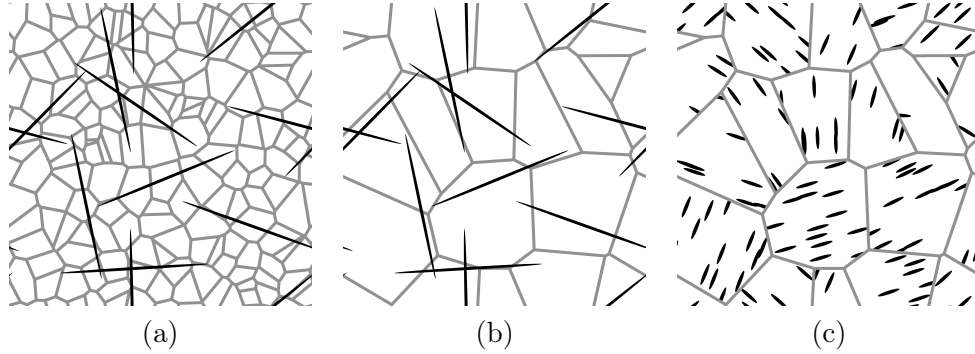


FIGURE 7.13 – Représentation schématique de l'hypothèse faite par l'estimation auto-cohérente. Les fissures sont en noirs, et les joints de grains sont en gris. (a) : SC, NIA, HS. (b) : SC'; (c) : SC-IW.

Nous considérons aussi le cas d'une « approximation sans interaction » (noté NIA, de l'anglais « non-interacting approximation »). Dans une telle approximation, les effets de chacune des fissures sur les modules de souplesse sont additionnés, ce qui correspond à une approximation dans le cas de la limite diluée [37, 121]. Ces méthodes ont été introduites à l'époque afin de prendre en compte l'effet dit « de bouclier », qui décrit l'interaction ayant lieu lorsque deux fissures sont très proches. Dans une telle situation, les fissures réduisent mutuellement leur effet adoucissant sur les propriétés macroscopiques du matériau. Des calculs par éléments finis ont aidé à montrer que cette approximation sans interaction permettait d'obtenir de meilleurs résultats qu'avec les estimations auto-cohérentes, et ce même dans le cas de fissures qui s'intersectent ou de fissures non planes [105, 121]. L'approximation de la non interaction prend simplement la forme [37] :

$$\frac{E_{\text{NIA}}}{E_{\text{B}}} = \left[1 + \frac{16}{45} \frac{(1 - \nu_{\text{B}}^2)(10 - 3\nu_{\text{B}})}{2 - \nu_{\text{B}}} \eta \right]^{-1}, \quad (7.5a)$$

$$\frac{G_{\text{NIA}}}{G_{\text{B}}} = \left[1 + \frac{32}{45} \frac{(1 - \nu_{\text{B}})(5 - \nu_{\text{B}})}{2 - \nu_{\text{B}}} \eta \right]^{-1}, \quad (7.5b)$$

où E_{NIA} est le module d'Young effectif et G_{NIA} le module de cisaillement effectif. Une fois de plus, le coefficient de Poisson ν_{B} dans la matrice ainsi que ses autres modules élastiques G_{B} and E_{B} sont obtenus à partir de l'équation (7.3), en supposant une séparation d'échelle. Nous noterons ce schéma d'homogénéisation (NIA).

Nous combinons de même l'estimation de Berryman avec les bornes de type Hashin-

Shtrikman [107] :

$$\frac{K_{\text{HS}}}{K_B} = 1 - \frac{48\eta(1 - \nu_B^2)}{27(1 - 2\nu_B) + 16\eta(1 + \nu_B)^2}, \quad (7.6a)$$

$$\frac{G_{\text{HS}}}{G_B} = 1 - \frac{480\eta(1 - \nu_B)(5 - \nu_B)}{675(2 - \nu_B) + 64\eta(4 - 5\nu_B)(5 - \nu_B)}, \quad (7.6b)$$

ce qui fournit le module de compressibilité K_{HS} et le module de cisaillement G_{HS} d'un milieu fissuré en fonction des différents modules élastiques de la matrice, à savoir K_B , G_B et ν_B . Nous notons (HS) la combinaison de la formule ci-dessus avec (7.3). Contrairement aux autres méthodes, la formule (7.6) est une borne supérieure exacte dérivée pour un milieu contenant des fissures orientées aléatoirement et uniformément sur la sphère unité. Les bornes sont valables tant que l'on a $\eta \leq 3/(4\pi) \approx 0.239$. Cette caractéristique n'est plus vraie dès lors que l'on combine ce modèle avec celui de Berryman.

Dans la limite diluée $\eta \rightarrow 0$, les trois méthodes (SC), (NIA), et (HS) coïncident jusqu'au premier ordre en η . La correction au premier ordre est un résultat exact obtenu pour un ensemble de fissures circulaires isolées [37]. Une autre caractéristique importante des modèles auto-cohérents est leur capacité à prédire un seuil de percolation. C'est une caractéristique présente dans beaucoup de modèles auto-cohérents qui traitent de matériaux contenant des fissures (voir par exemple [122] en conductivité, [123] en perméabilité ou encore [124] en élasticité). Dans le contexte de cette thèse, ce que nous appelons seuil de percolation est relié à la perte de connectivité du complémentaire des fissures, c'est-à-dire de la matrice ou du polycristal, selon les cas considérés [125]. Il s'agit du seuil à partir duquel les modules élastiques s'annulent.

Dans le cas d'une distribution de disques orientés aléatoirement [126], on trouve un seuil de percolation fini valant $\eta = \eta_c \approx [3/(4\pi)]22.86 \approx 5.457$. Bien qu'il semble naturel d'associer un tel seuil avec notre modèle (SC), ce dernier prédit un seuil de percolation très différent, valant environ $\eta = \eta_c = 9/16 \approx 0.56$. Les deux autres schémas d'homogénéisation que nous avons explicités jusqu'à présent affichent eux aussi des seuils de percolation différents. La méthode (HS) prédit deux seuils distincts sur les modules de compressibilité et de cisaillement, qui dépendent du coefficient de Poisson ν_B du matériau étudié. Dans le cas du TATB, le module de compressibilité s'annule ($K_{\text{HS}} \equiv 0$) lorsque $\eta \geq \eta_c \approx 0.64$. Le module de cisaillement s'annule alors ($G_{\text{HS}} \equiv 0$) pour une plus forte densité de fissures $\eta \geq \eta'_c \approx 1.40$. La méthode sans interaction (NIA) ne prédit aucun seuil de percolation, mais prédit des modules évanescents lorsque $\eta \rightarrow \infty$.

7.4.1.2 Estimation auto-cohérente pour un polycristal fissuré

Dans la suite de cette étude, nous utilisons une méthode auto-cohérente qui étend l'approche de Berryman [28] au cas d'un polycristal fissuré à symétrie hexagonale. Cette approche, tirée de [127], est résumée dans cette section.

Une tentative pour étendre le modèle auto-cohérent (7.4) au cas des polycristaux d'anisotropie cubique et contenant des fissures orientées aléatoirement a été proposée dans la référence [108]. Dans cette approximation, l'effet de l'anisotropie et celui des fissures sont (presque) totalement découplés. Par exemple, la méthode prédit un module d'Young proche de :

$$E \approx E_B \left(1 - \frac{16}{9} \eta \right), \quad (7.7)$$

où E_B est le module d'Young du polycristal non fissuré. Cette estimation fournit des résultats similaires à ceux de la méthode (SC) qui consiste à appliquer successivement (7.3) et (7.4).

Dans la suite de cette section, nous introduisons un nouveau schéma d'homogénéisation que nous utilisons pour prédire la réponse thermoélastique d'un polycristal fissuré dans les cas où la séparation d'échelle n'est pas toujours vérifiée. Plus précisément, nous considérons des grains d'orientations cristallographiques arbitraires et des fissures orientées aléatoirement servant à séparer chaque phase incluse dans un milieu homogène équivalent. Dans ces calculs, nous ne prenons pas en compte l'interaction exacte entre les fissures et la structure cristallographique qui les environne. Une telle solution a été établie en rajoutant une hypothèse supplémentaire de symétrie concernant le type « elliptique » [128], ce qui n'est pas une hypothèse vérifiée par le monocristal de TATB. À la place, on recherche des solutions d'Eshelby pour deux problèmes plus simples : (i) celui d'une fissure isolée dans un milieu isotrope et (ii) celui d'une inclusion sphérique possédant des modules isotropes transverses incluses dans un milieu isotrope.

Supposons que le tenseur des souplesses d'un milieu \mathbf{S}^0 soit sujet à une contrainte appliquée $\bar{\boldsymbol{\sigma}}$. La déformation moyenne $\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}$ est alors donnée par :

$$\bar{\boldsymbol{\varepsilon}} = \mathbf{S}^0 : \bar{\boldsymbol{\sigma}} + f \langle \mathbf{H}(\mathbf{S}^H; \mathbf{S}^0) : \bar{\boldsymbol{\sigma}} \rangle_{\mathcal{C}} + \eta \langle \mathbf{G}(\mathbf{S}^0) : \bar{\boldsymbol{\sigma}} \rangle_{\mathcal{O}}, \quad (7.8)$$

où le second terme du membre de droite représente le changement de déformation dû à la présence des grains de fraction volumiques f , et où le troisième terme représente le changement de déformation dû aux fissures. Le tenseur \mathbf{H} reflète l'effet de la souplesse d'un grain individuel dont le tenseur des souplesses vaut \mathbf{S}^H inclus dans un milieu de souplesse \mathbf{S}^0 . Enfin, \mathbf{G} représente la contribution d'une fissure. Dans l'équation (7.8), \mathbf{H} est moyenné sur l'ensemble des orientations cristallographiques possibles \mathcal{C} et \mathbf{G} est moyenné sur toutes les orientations de fissures possibles \mathcal{O} . Les deux sont isotrope transverses et sont obtenus en terme de tenseur d'Eshelby pour leur problèmes respectifs.

Le tenseur \mathbf{G} est donné par une formule dans [96] (en faisant usage de la notation

de Voigt) :

$$G_{33} = \frac{8}{3} \frac{\sqrt{C_{33}^0 (C_{11}^0)^2 / C_{44}^0 + 2C_{11}^0 \sqrt{C_{33}^0 C_{11}^0} - C_{13}^0 C_{11}^0 (2 + C_{13}^0 / C_{44}^0)}}{C_{33}^0 C_{11}^0 - (C_{13}^0)^2}, \quad (7.9a)$$

$$G_{44} = G_{55} = \left(\frac{3}{16} \sqrt{C_{66}^0 C_{44}^0} + \frac{\sqrt{C_{11}^0 / C_{33}^0}}{2G_{33}} \right)^{-1}, \quad (7.9b)$$

$$G_{11} = G_{22} = G_{12} = G_{13} = 0, \quad G_{66} = 2(G_{11} - G_{12}), \quad (7.9c)$$

où la normale à la fissure est supposée orientée dans la direction \mathbf{e}_3 . Dans ce cas, la matrice est supposée isotrope transverse avec pour tenseur d'élasticité $\mathbf{C}^0 = (\mathbf{S}^0)^{-1}$ et un axe de symétrie parallèle à \mathbf{e}_3 . Cette écriture est une forme plus générale que ce dont nous avons besoin, mais nous la gardons en l'état pour des utilisations ultérieures.

Le tenseur \mathbf{H} est fourni dans [129] comme une fonction de \mathbf{C}^0 . En notation de Voigt (voir [70]) :

$$\mathbf{H} = \left[(\mathbf{S}^h - \mathbf{S}^0)^{-1} + \mathbf{Q}(\mathbf{C}^0) \right]^{-1}, \quad (7.10a)$$

$$Q_{11} = Q_{22} = Q_{33} = \frac{16}{15} \frac{G^0}{1 - \nu^0}, \quad (7.10b)$$

$$Q_{12} = Q_{23} = Q_{13} = \frac{2G^0}{15} \frac{1 + 5\nu^0}{1 - \nu^0}, \quad (7.10c)$$

$$Q_{44} = Q_{55} = Q_{66} = \frac{Q_{11} - Q_{12}}{2}, \quad (7.10d)$$

où un grain isotrope transverse admet \mathbf{e}_3 pour axe de symétrie. La publication [129] donne une forme générale pour \mathbf{Q} dans le cas d'un ellipsoïde de révolution. L'équation (7.10) correspond au cas particulier limite d'une sphère.

Nous supposons désormais que la matrice de souplesse \mathbf{S}^0 est telle que la déformation induite par la fissure compense celle du grain :

$$\langle \mathbf{H}(\mathbf{S}^h; \mathbf{S}^*) \rangle_c + \eta \langle \mathbf{G}(\mathbf{S}^*) \rangle_{\mathcal{O}} = \mathbf{0}, \quad (7.11)$$

où l'on a pris $f = 1$, de sorte à ce que les grains recouvrent l'intégralité de la microstructure et les fissures ont un volume nul. L'équation ci-dessus se résout en termes de modules élastiques G^0 et de coefficient de Poisson ν^0 (ou de façon équivalente, via les modules élastiques de cisaillement G^0 et de compressibilité K^0). La solution est obtenue numériquement en itérant sur \mathbf{S}^0 :

$$\mathbf{S}_{k+1}^* = \mathbf{S}_k^* + \langle \mathbf{H}(\mathbf{S}^h; \mathbf{S}_k^*) \rangle_c + \eta \langle \mathbf{G}(\mathbf{S}_k^*) \rangle_{\mathcal{O}}, \quad (7.12)$$

avec pour initialisation $\mathbf{S}^0 := \mathbf{S}^B$. Nous faisons référence à [129] pour toute formule concernant le produit et l'inverse d'un tenseur isotrope transverse. Pour calculer les

moyennes $\langle \cdot \rangle_{\mathcal{C}, \mathcal{O}}$ entrant en compte dans l'équation (7.12), nous utilisons les expressions suivantes (toujours en notation de Voigt) :

$$K_A = \frac{2A_{11} + A_{33} + 2(A_{12} + 2A_{13})}{9}, \quad (7.13a)$$

$$G_A = \frac{3(2A_{44} + A_{66}) + 2A_{11} + A_{33} - A_{12} - 2A_{13}}{15}, \quad (7.13b)$$

pour le module de compressibilité et de cisaillement du tenseur isotrope $\langle \mathbf{A} \rangle_{\mathcal{C}, \mathcal{O}}$ où \mathbf{A} est un tenseur isotrope transverse d'axe de symétrie parallèle à \mathbf{e}_3 et où la moyenne est prise sur toutes les orientations distribuées uniformément sur la sphère.

Cette méthode est résumée dans les équations (7.11) et (8.8) sera nommée par la suite SC'.

Conceptuellement, la méthode SC' a pour but de réussir à prendre en compte une microstructure dont les grains et les fissures sont du même ordre de grandeur avec des positions et des orientations non corrélées (voir la représentation schématique en figure 7.13b). Ainsi, la méthode ne prend pas du tout en compte l'arrangement spatial et les configurations existantes dans des microstructures comme celle de Johnson-Mehl, avec fissures intergranulaires. De tels modèles ne correspondent pas non plus au modèle transgranulaire, où les positions (mais pas les orientations) du grain et des fissures sont corrélées. Néanmoins, la méthode prend en compte un certain couplage entre l'anisotropie mécanique des grains et la présence de fissures, contrairement aux méthodes (SC), (NIA) and (HS).

Nous proposons de comparer la méthode (SC') avec l'estimation autocohérente de Berryman telle que définie dans l'équation (7.3). Pour cela, nous utilisons le logiciel « Mathematica » [130] qui permet d'obtenir une expression longue mais explicite des équations permettant de déterminer K^* et G^* , obtenus en utilisant respectivement les équations 7.13a et 7.13b. Lorsque $\eta = 0$, ce système se réduit à deux équations polynomiales. La première est de degré 2 en K , et l'autre est de degré 6 en G . La première équation est équivalente à l'équation 7.3e, alors que la deuxième est équivalente à une combinaison linéaire des équations (7.3e) et (7.3f). Cela permet de montrer que le modèle (SC') se réduit exactement à l'estimation de Berryman lorsqu'elle traite d'un polycristal non fissuré ($\eta = 0$).

Un autre cas intéressant consiste à regarder ce qu'il se passe lorsque le polycristal est mis en présence de fissures ($\eta \neq 0$), mais que le cristal constitutif est isotrope avec des modules de compressibilité K^h et de cisaillement G^h . Une telle configuration correspond au cas où les fissures sont immergées dans une matrice homogène et isotrope. Dans ce cas, l'équation 7.11 se réduit au système :

$$GK [(9 + 16\eta)K - 9K^h] = 3G^2(K^h - K) - 12\eta K^2 K^h, \quad (7.14a)$$

$$\begin{aligned} 27(75 - 32\eta)K^2 G^h &= (450 + 512\eta)G^3 + 3GK [27(25 + 16\eta)K + (704\eta - 675)G^h] \\ &\quad + 3G^2 [9(75 + 64\eta)K + 2(128\eta - 75)G^h]. \end{aligned} \quad (7.14b)$$

Contrairement à ce qu'on pourrait croire, ces équations fournissent des résultats différents de celles obtenue pour le modèle SC dans l'équation 7.4, bien que les microstructures décrites semblent être identiques.

Pour une anisotropie quelconque, le comportement du modèle (SC') est obtenu par un développement de Taylor près du seuil de percolation η_c , celui-ci étant inconnu. On cherche alors des solutions de la forme $K^* \sim (\eta_c - \eta)$ et $G^* \sim (\eta_c - \eta)$, c'est-à-dire avec une correction linéaire en η . En injectant ces expressions dans les équations 7.11, on obtient alors nécessairement :

$$135(225 + 1424\eta_c) = (64\eta_c)^2(64\eta_c - 28), \quad (7.15)$$

ce qui permet d'obtenir la valeur du seuil de percolation $\eta_c \approx 1.15752$. À l'approche du seuil de percolation, le modèle (SC') prédit alors un comportement du type :

$$K^* \sim K_1(\eta_c - \eta), \quad G^* \sim G_1(\eta_c - \eta) \quad (7.16)$$

avec des préfacteurs K_1 et G_1 qui dépendent des constantes élastiques du monocristal constitutif.

7.4.2 Microstructures et génération des microfissures

7.4.2.1 Cas intergranulaire

L'ajout de fissures inter-granulaires est réalisé de façon aléatoire en suivant le procédé suivant. Tout d'abord, nous détectons les interfaces entre chaque grain voisin et nous les gardons en mémoire. On dit qu'un voxel x appartient à l'interface d'épaisseur w entre un grain G^i et un grain G^j s'il vérifie simultanément les deux conditions suivantes :

$$\begin{aligned} \exists y^i \in G^i, \|x - y^i\| &\leq \frac{w}{2} \\ \exists y^j \in G^j, \|x - y^j\| &\leq \frac{w}{2} \end{aligned} \quad (7.17)$$

Une fois toutes les interfaces détectées, nous en tirons une au hasard dont tous les voxels sont relabélisés avec le label 0. On continue ainsi de tirer aléatoirement des interfaces que l'on remplace par du vide, en attribuant des modules élastiques nuls au constituant labellisé 0, jusqu'à atteindre la densité de fissures souhaitée. Dans un tel processus d'ajout de fissures, nous ne favorisons aucune taille de fissure ou autre caractéristique géométrique que ce soit. De même, nous ne prenons pas du tout en compte les caractéristiques thermoélastiques des grains avoisinant les fissures. L'idée est de prendre le modèle le plus simple qui soit.

Le résultat du processus d'ajout de microfissures inter-granulaires appliqué sur une microstructure de Voronoï sera noté modèle V-I par la suite, et le résultat sur une structure de Johnson-Mehl anisotrope sera noté JM-I.

7.4.2.2 Cas transgranulaire

Les microfissures transgranulaires seront supposées planes. Une microfissure est ici représentée par l'intersection d'un plan doté d'une épaisseur w avec un grain G^i . Pour cela, nous appliquons le procédé suivant :

- choisir un plan de Poisson par tirage aléatoire,
- lister tous les grains dont les boîtes englobantes sont traversées par ce plan,
- choisir un de ces grains par tirage aléatoire, et attribuer le label 0 à tous les voxels situés à une distance inférieure ou égale à $\frac{w}{2}$ du plan de Poisson,
- réitérer les trois étapes précédentes jusqu'à atteindre la densité de fissures souhaitée.

Il est important de remarquer qu'à ce stade, nous n'introduisons aucune direction privilégiée pour l'orientation des plans de microfissures. Il n'y a pas non plus de prise en compte de la microstructure locale, telle que l'orientation cristallographique ou morphologique du grain. Chaque microfissure est placée indépendamment de la morphologie et des propriétés thermomécaniques du grain. Nous n'imposons aucune limite quant au nombre de microfissures par grain, et aucune condition de non intersection n'est appliquée. C'est là l'hypothèse la plus simple que l'on puisse faire dans un premier temps, faute d'informations supplémentaires.

Le résultat du processus d'ajout de microfissures transgranulaires appliqué sur une microstructure de Voronoi sera noté modèle V-T, et le résultat sur une microstructure de Johnson-Mehl anisotrope sera noté JM-T.

Notons qu'un tel procédé d'ajout de fissures au sein du matériau a tendance à favoriser l'ajout de fissures dans les plus gros grains. En effet, la probabilité que la boîte englobante d'un grain soit traversée par un plan de Poisson est directement proportionnelle à l'intégrale de leur courbure moyenne, proportionnelle à leur diamètre moyen. Notons aussi que nous ajoutons une condition technique qui est que l'ajout d'une fissure ne doit pas faire disparaître un grain. Cette contrainte permet d'éviter que les grains de petites tailles ne soient remplacés entièrement par des fissures.

7.4.2.3 Cas biphasique

La littérature ne propose de modèle analytique que pour des inclusions immergées dans une matrice homogène. Les microfissures intergranulaires ne respectent clairement pas cette hypothèse. Il est donc difficile de confronter nos résultats numériques avec un quelconque résultat analytique. En revanche, cela soulève la question de l'influence de la morphologie locale du matériau et de son lien avec l'effet induit par les fissures.

Afin d'étudier ces effets, nous proposons de reprendre chacune des microstructures décrites ci-dessus, et d'y remplacer l'ensemble des grains par une matrice homogène, isotrope, possédant les propriétés du polycristal parfait homogénéisé. Les microfissures gardent leur morphologie, seul leur environnement est modifié.

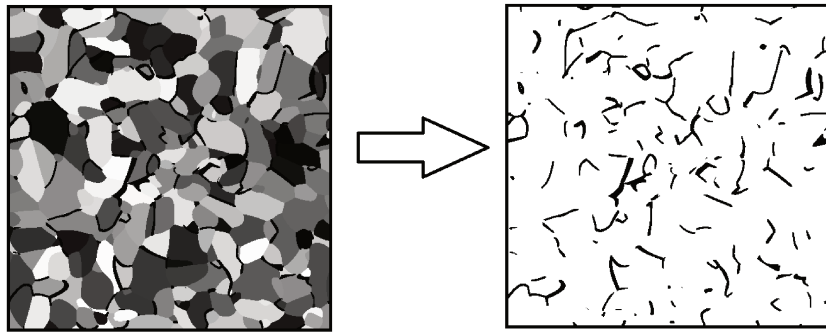


FIGURE 7.14 – Illustration de l'effet de l'anisotropie locale et de la morphologie des microfissures sur les propriétés du matériau fissuré. Les grains de TATB sont remplacés par une matrice homogène isotrope possédant les propriétés du polycristal non microfissuré.

Ces microstructures, que nous qualifierons de « biphasiques », seront notées V-IB, J-IB, V-TB et J-TB pour les modèles de Voronoï et de Johnson-Mehl avec microfissures inter- et transgranulaires V-I, J-I, V-T et J-T respectivement .

7.4.3 Incertitude sur les modules effectifs

Nous avons vu au paragraphe 7.3.3 que les modules effectifs apparents dépendent de l'épaisseur w des microfissures discrétisées. Ceci est d'autant plus important que la morphologie des microfissures générées par les processus décrits au paragraphe précédent sont contrôlées par la microstructure polycristalline, et peuvent présenter des rapports de forme relativement élevés. Il est donc important d'évaluer l'erreur commise sur les modules effectifs.

À cet effet, nous générons une nouvelle microstructure de type Johnson-Mehl ne contenant que 121 grains et discrétisée sur $256 \times 256 \times 256$ voxels, dotée de densités de microfissures transgranulaires comprises entre $\eta = 0,033$ et $\eta = 0,351$. Pour chacune des densités de microfissures, nous faisons varier le paramètre d'épaisseur entre $w = 1$ et $w = 12$, comme l'illustre la figure 7.15 pour une densité de microfissures et plusieurs valeurs de w . Les calculs d'homogénéisation sont réalisés en utilisant le schéma (FFT-ROT).

Les modules effectifs apparents sont tracés en fonction de l'épaisseur w imposée sur la figure 7.16 pour plusieurs densités de microfissures transgranulaires. Remarquons d'abord le saut de propriétés lorsque les fissures sont discrétisées finement ($w \leq 1$). Ce saut est à mettre en parallèle avec le cas de fissures transverse pour les schémas (FFT-MS) et (FFT-ROT) mis en évidence au paragraphe 7.3.3 : la discrétisation est telle que les contraintes sont partiellement transmises au travers des microfissures.

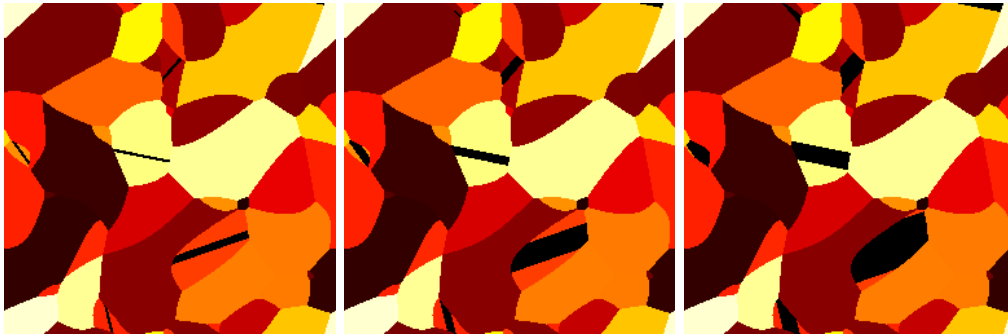
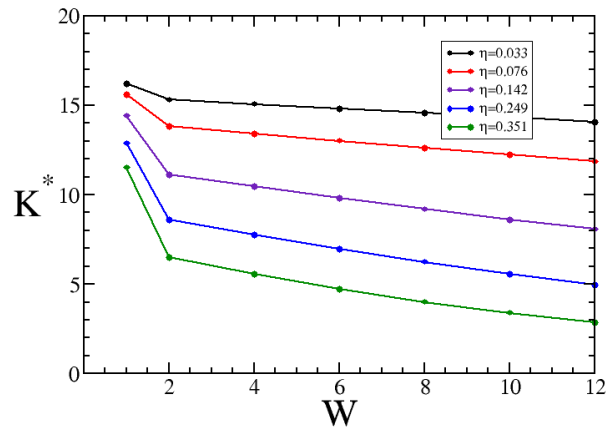


FIGURE 7.15 – Sections 2D de microstructures 3D de Johnson-mehl à 121 grains contenant la même densité de microfissures transgranulaires avec, de gauche à droite, des épaisseurs $w = 2$, $w = 6$ et $w = 12$.

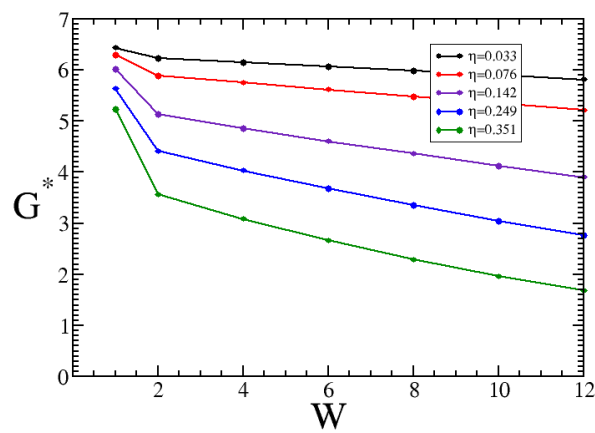
La figure 7.16 montre ensuite que l'évolution des modules effectifs apparents avec l'épaisseur des microfissures est linéaire au-delà de $w = 2$, jusqu'aux valeurs les plus élevées de w . Le parti d'utiliser $w = 4$ au paragraphe 7.3.3 se trouve confirmé ici. Les erreurs commises peuvent être estimées en comparant les modules effectifs obtenus par FFT avec une extrapolation linéaire vers $w \rightarrow 0^+$. La différence varie entre 0,8% ($\eta = 0,033$) et 10% ($\eta = 0,35$) pour le module de compressibilité K^* , et entre 1,3% ($\eta = 0,033$) et 15% ($\eta = 0,35$) pour le module de cisaillement G^* .

Les mêmes microstructures ont ensuite été ré-utilisées pour une série de calculs en utilisant cette fois le schéma (FFT-BF). Une série de microstructures supplémentaire a été générée, contenant les mêmes ensembles de fissures pour une épaisseur intermédiaire $w = 1,5$. L'évolution du module de compressibilité pour différentes densités de fissures est montré à la figure 7.17. Le saut de propriété pour $w = 1$ est moins marqué que lors de l'utilisation du schéma (FFT-ROT), mais reste néanmoins présent. En revanche, on observe que le régime linéaire semble maintenu pour $w = 1,5$ lorsque l'on utilise le schéma (FFT-BF), tandis que le schéma (FFT-ROT) commence déjà à diverger.

De tels calculs permettent de se donner une idée de l'erreur commise lorsque nous étudions des fissures ouvertes par le biais de porosités planes avec les méthodes FFT. Ces calculs suggèrent une première méthode qui permettrait d'extrapoler les modules d'un polycristal contenant des fissures de volume quasiment nul. Pour ce faire, il faudrait générer deux microstructures contenant les mêmes fissures, pour deux épaisseurs différentes. Une correction linéaire des modules obtenus permet alors d'extrapoler les propriétés d'une microstructure contenant des fissures de faible volume. Néanmoins, cela s'avèrerait coûteux. De plus, la correction étant linéaire en w , cela suggère que la surestimation de la chute des modules effectifs est lié à un effet de porosité, dans lesquelles la contrainte est nulle. Plutôt que d'effectuer la moyenne des contraintes sur tout le volume de la microstructure, nous proposons alors d'effectuer la moyenne du champs obtenu sur la phase cristalline. En d'autres termes, on exclut désormais l'effet de volume dû à la



a)



b)

FIGURE 7.16 – Influence du paramètre d'épaisseur w (unité de longueur : le voxel) sur les modules de compressibilité (a) et de cisaillement (b) d'une microstructure de Johnson-Mehl avec microfissures trans-granulaires. Symboles : données FFT. Chaque symbole correspond à une densité de microfissures imposée η . En traits pleins : régression linéaire pour les valeurs $w \geq 2$ permettant d'extrapoler la valeur pour $w \rightarrow 0^+$.

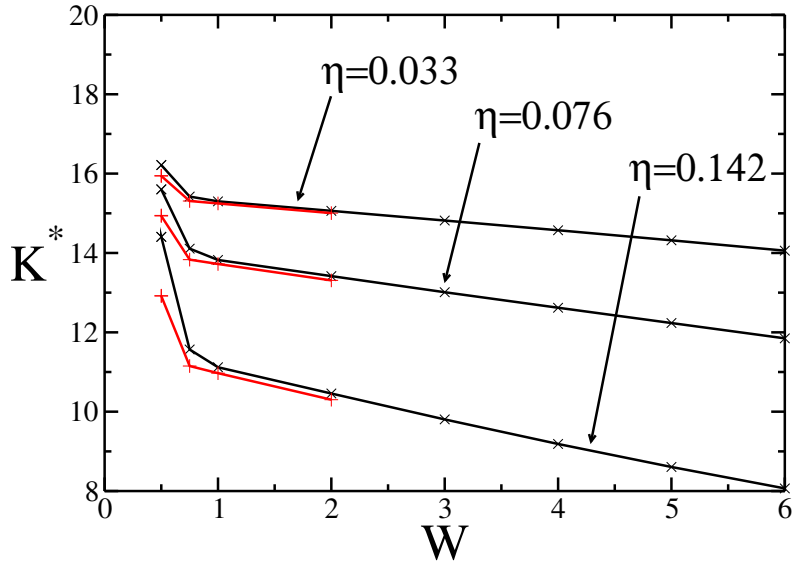


FIGURE 7.17 – Influence du schéma FFT en fonction de l'épaisseur des fissures. Le schéma (FFT-BF), en rouge, permet d'obtenir de meilleurs résultats que le schéma (FFT-ROT), en noir, dans le cas où les fissures sont discrétisée trop finement.

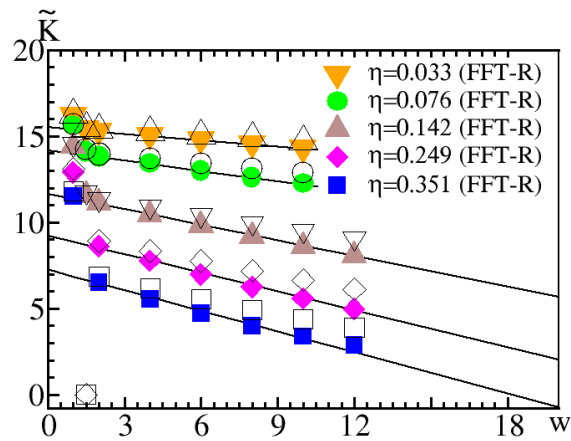
porosité.

Pour tester cette correction, nous l'appliquons aux résultats obtenus précédemment. Les résultats sont présentés à la figure 7.18 et s'avèrent concluants. Les symboles pleins représentent les calculs précédents, tandis que les symboles noirs et vides représentent les versions corrigées des courbes. On observe un redressement et une amélioration des prédictions FFT dans le cas des modules élastiques. Pour ce qui est des modules thermiques, une telle correction n'apporte pas grand chose et nous nous en tiendrons donc à la méthode classique pour évaluer le coefficient de dilatation thermique volumique de nos structures.

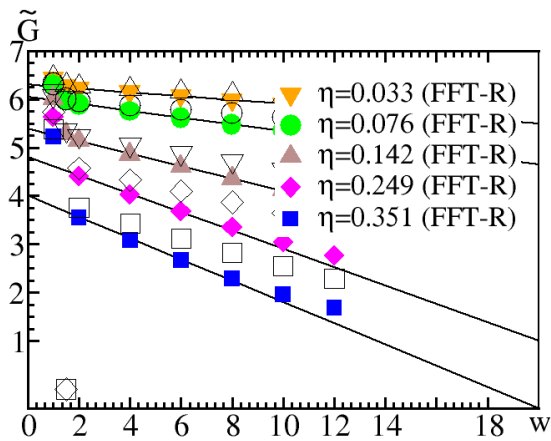
7.4.4 Méthode de détermination des modules élastiques effectifs

Chacune des microstructures évoquées au paragraphe 7.4.2, est dotée de densités de microfissures allant jusqu'à des valeurs physiquement irréalistes. Dans le cas intergranulaire, ces densités atteignent la percolation, au sens où le volume élémentaire perd sa connectivité. Dans le cas transgranulaire, nous allons jusqu'à atteindre 5 fissures par grain sans atteindre la percolation.

Pour chaque des densité de microfissures, deux réalisations sont générées. Les pro-



a)



b)

FIGURE 7.18 – Amélioration de l'estimation des modules effectifs par deux moyens différents : (symboles pleins) La moyenne des contraintes est effectuée sur toute la microstructure, porosité incluse, (symboles vides) la moyenne des contraintes n'est effectuée que sur la phase solide de la microstructure, porosité exclue donc. Le passage du premier au second cas s'effectue par une simple division des modules estimés par $(1 - f)$, où f représente la porosité des fissures.

priétés élastiques effectives de chaque réalisation sont évaluées et une moyenne effectuée pour obtenir les propriétés élastiques effectives associées à chaque densité de microfissures.

Le calcul des modules élastiques effectifs de chaque microstructure est réalisé à l'aide d'une méthode simplifiée ne faisant intervenir que deux simulations. Le module de compressibilité effectif K^* est déterminé à l'aide d'un chargement en déformation hydrostatique ($\bar{\varepsilon}_{11} = \bar{\varepsilon}_{22} = \bar{\varepsilon}_{33} = 1$ et $\bar{\varepsilon}_{13} = \bar{\varepsilon}_{23} = \bar{\varepsilon}_{12} = 0$) en utilisant la définition suivante :

$$\bar{\sigma}_m = K^* \bar{\varepsilon}_{kk} \quad (7.18)$$

où $\bar{\sigma}_m = 1/3 \sigma_{kk}$ est la contrainte moyenne. Le module de cisaillement effectif G^* est évalué à l'aide d'un chargement en cisaillement simple ($\bar{\varepsilon}_{12} = 0.5$ et $\bar{\varepsilon}_{13} = \bar{\varepsilon}_{23} = \bar{\varepsilon}_{12} = \bar{\varepsilon}_{22} = \bar{\varepsilon}_{33} = 0$) pour lequel on peut alors lire directement :

$$\bar{\sigma}_{12} = G^* \quad (7.19)$$

Nous faisons ici abstraction de tout problème d'isotropie macroscopique du matériau. La convergence des calculs étant plus lente en présence de fissures, nous utilisons comme critère de convergence la norme de la divergence des contraintes, que l'on fixe à 10^{-4} (contre 10^{-12} dans le cas du polycristal parfait). La figure 7.19 donne un exemple de microstructure de Johnson-Mehl contenant des microfissures intergranulaires à l'état initial (a) et à l'état déformé (b).

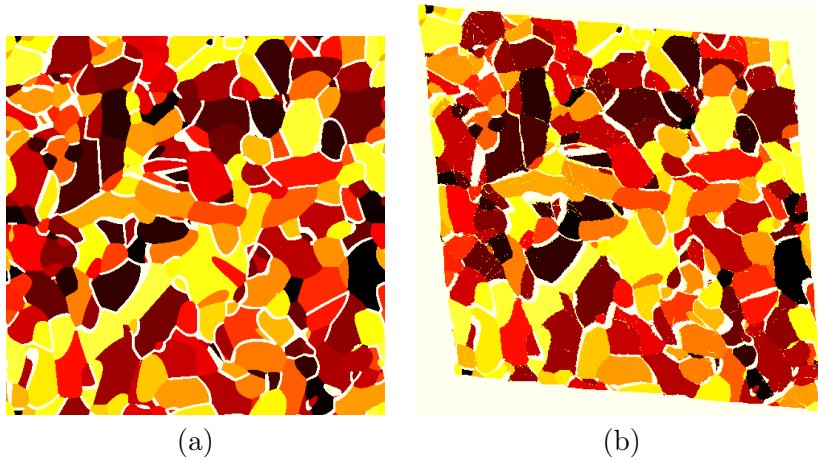


FIGURE 7.19 – Modèle de Johnson-Mehl avec microfissures intergranulaires (JM-I) soumis à un cisaillement $\bar{\varepsilon}_{xy} = \bar{\varepsilon}_{yx} = 10\%$: coupe plane dans le plan (x, y) de la structure non initiale (a) et déformée (b). Les fissures sont en blanc, les grains sont en jaune, orange, rouge et noir.

Les modules effectifs ainsi obtenus sont tracés en fonction du paramètre η associé à chaque microstructure. Le calcul de ce paramètre nécessite néanmoins quelques clarifi-

cations. En effet, lorsque nous travaillions sur des cylindres ou des ellipsoïdes (voir les paragraphes 7.3.3 et 7.3.4), la valeur de η était déterminée directement de façon explicite puisque nous connaissions les paramètres de formes des inclusions. Ici, les microfissures ne sont a priori ni des cylindres, ni des ellipsoïdes. Par exemple, les microfissures intergranulaires épousent les formes des joints de grains et sont donc nécessairement non planes dans le cas d'une microstructure de Johnson-Mehl. Les fissures transgranulaires sont planes par définition, mais leur contour n'a aucune raison d'être circulaire puisqu'il épouse la forme de la section du grain qu'elles traversent.

Afin d'estimer le paramètre η de chaque microstructure, chaque microfissure est vue comme un ensemble de voxels auquel nous pouvons associer des moments d'inertie. De façon analogue à ce qui avait été fait pour l'étude morphologique de la microstructure au paragraphe 4.1.3.2, nous pouvons associer à chaque fissure un ellipsoïde de mêmes moments d'inertie. Les valeurs des demi-axes de l'ellipsoïde associé permettent de calculer le paramètre η défini par l'équation 7.1, la moyenne étant faite sur l'ensemble des microfissures. Cette approximation conduit à surestimer η , comme nous l'avons montré au paragraphe 7.3.4, mais sera suffisante pour l'étude qualitative menée ici. Le tableau 7.1 donne un exemple de cette estimation par les moments d'inertie, en indiquant les demi-axes moyens des populations de microfissures intergranulaires de microstructures de Voronoï (1400 grains) et de Johnson-Mehl (2800 grains).

modèle	$\langle a \rangle_{\mathcal{I}}$	$\langle b \rangle_{\mathcal{I}}$	$\langle c \rangle_{\mathcal{I}}$
V-I	24,0	14,5	1,5
JM-I	18,5	9,3	1,5

TABLE 7.1 – Valeurs moyennes des trois demi-axes $c \leq b \leq a$ moyens des ellipsoïdes équivalents aux microfissures présentes dans les deux réalisations des modèles intergranulaires de Voronoï (V-I) et de Johnson-Mehl (JM-I). Les valeurs sont données en voxels. L'épaisseur d'une fissure est de $w = 4$ voxels, et le paramètre de densité de fissure est $\eta \approx 0,56$ (JM-I) et $\eta \approx 0,48$ (V-I).

7.4.5 Résultats : FFT vs méthodes analytiques

La comparaison des modules élastique isotropes effectifs du polycristal contenant des fissures inter- et transgranulaires fait l'objet de la figure 7.20. Les symboles représentent les différents calculs FFT : en vert, le cas intergranulaire, en noir, le cas transgranulaire. Les courbes en trait plein représentent les prédictions analytiques des différents modèles détaillés dans la section 7.4.1.1 page 130, à savoir les estimations (NIA), (HS), (SC) et (SC').

Dans la limite diluée ($\eta \ll 1$), toutes les microstructures ont le même module de compressibilité à η donné. De plus, les modèles analytiques prédisent tous la même pente à l'origine finie $\partial K^*/\partial\eta$, dans la limite $\eta = 0+$ représentée en pointillé dans l'insert de la figure 7.20a. L'approximation sans interaction (NIA) prédit une réponse

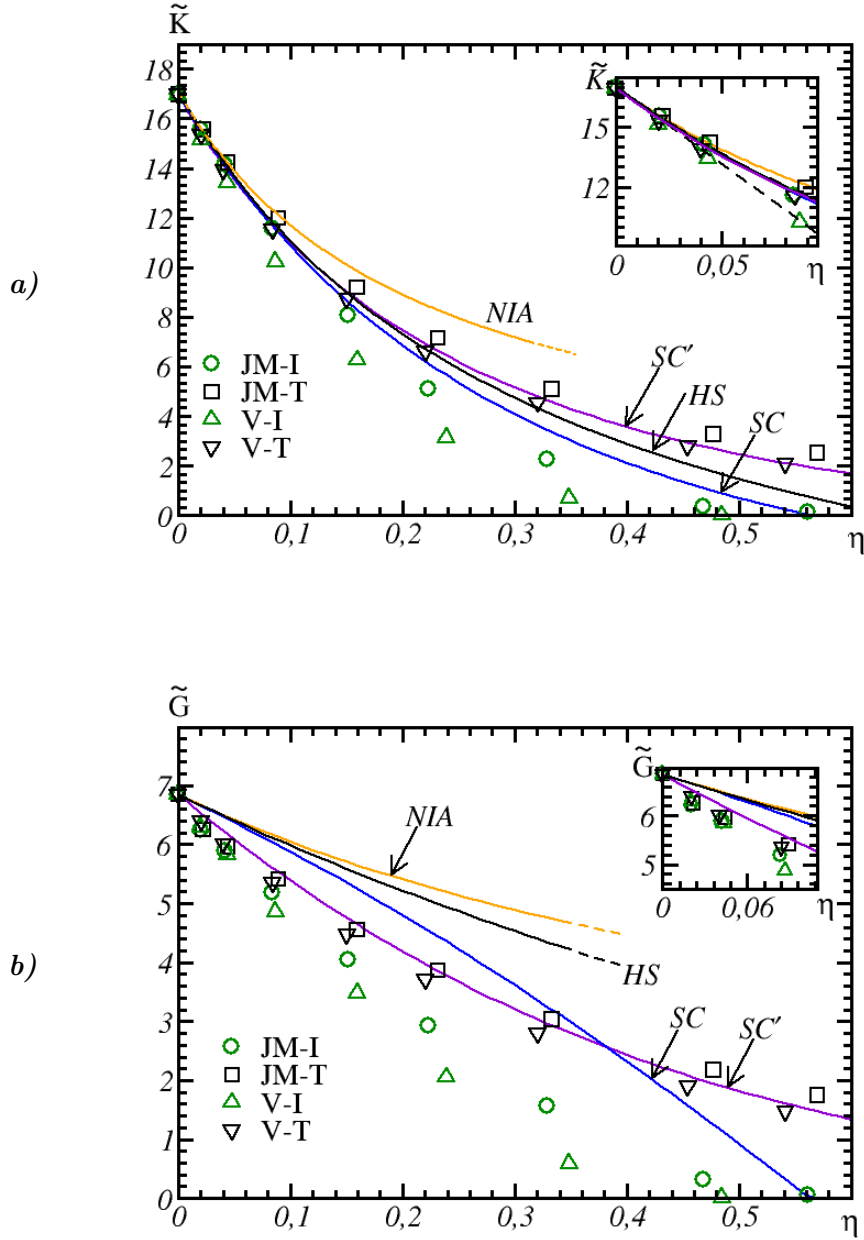


FIGURE 7.20 – Module de compressibilité K^* (a) et de cisaillement G^* (b) de polycristaux fissurés en fonction de la densité de fissure η . Symboles : calculs FFT sur des partitions de Johnson-Mehl (JM, cercles) et Voronoï (V, triangles) avec des fissures intergranulaires (vert) ou transgranulaires (noir). Traits pleins : modèles analytiques d’homogénéisation linéaire. Orange : “non-interacting approximation” (NIA) ; Noir : bornes de type Hashin-Shtrikman (HS) ; Bleu : estimation auto-cohérente pour une matrice homogène (SC) ; Violet : estimation auto-cohérente pour un polycristal fissuré à symétrie hexagonale (SC’) ; Graphique supérieur droit : limite diluée $\eta < 0,1$. trait pointillé : pente à l’origine de K^* , commune aux modèles SC, NIA et HS.

peu dépendante de la densité de microfissures, ce qui n'est pas jugé réaliste pour les modèles inter-granulaires et trans-granulaires. Les méthodes (SC), (HS) et (SC') fournissent des estimations du module de compressibilité proches de celles obtenus pour les deux modèles transgranulaires (JM-T) et (V-T). La comparaison ne tient plus au-delà de $\eta \geq 0,45$. Pour une telle densité de fissures, le modèle (HS) prédit un module de compressibilité très inférieur à ceux des calculs FFT en trans-granulaire, lorsque η est fixé (ceci est d'autant plus vrai que les calculs FFT sont réalisés avec une épaisseur $w = 4$, ce qui sous-estime les modules effectifs calculés). De façon générale, le détail de la microstructure (V ou JM) ne joue pas de façon significative sur les modules prédits. Notons tout de même que de façon générale, le modèle de Johnson-Mehl possède des modules plus élevés que le modèle de Voronoï, quelles que soient les fissures considérées (inter- ou transgranulaires). Dans le cas des fissures intergranulaires, nous attribuons cet effet à la différence de seuil de percolation de liens, comme expliqué plus bas, entre une partition de Voronoï et une partition de Johnson-Mehl. La première possède un seuil de percolation inférieur à la seconde, ce qui explique que ses propriétés s'annulent plus rapidement, et sont donc généralement moins rigides. Un raisonnement similaire permet de comprendre pourquoi les structures transgranulaires ont des modules plus rigides que leur homologues inter-granulaires. En effet, les structures transgranulaires ne peuvent pas percoler, ce qui résulte en des modules plus rigides à densité η fixée.

Concernant le module de cisaillement effectif, la situation est très différente. La pente à l'origine est sensiblement la même pour tous les calculs FFT, indépendamment du type de fissure considéré. Cette pente commune est cependant plus forte que celle donnée par les méthodes (NIA), (HS) et (SC) : les calculs FFT renvoient une pente de -33 GPa, contre -9 GPa environ pour les trois modèles analytiques. Ainsi, on peut observer que l'anisotropie du cristal constitutif a tendance à faire chuter plus rapidement le module de cisaillement en présence de fissures. Cet affaiblissement semble être pris en compte par le modèle (SC'), qui renvoie une pente à l'origine de -15 GPa. Comme on pouvait s'y attendre, la valeur de la pente à l'origine est différente de celle obtenue par FFT, puisque les interactions locales entre fissures et cristaux de TATB ne sont pas prises en compte par cette méthode. Néanmoins, la méthode (SC') est celle qui prodigue la meilleure estimation pour le module de cisaillement, pour $0 < \eta < 0,6$. Aucun de ces méthodes ne donne de prédiction satisfaisante dans le cas intergranulaire au-delà de $\eta \sim 0,2$.

Les modules élastiques des modèles intergranulaires sont bien plus faibles que ceux obtenus pour des modèles trans-granulaires. On peut expliquer cela par la différence de seuils de percolation. Dans le cas d'une microstructure de Voronoï en dimension 3, ce qui correspond au modèle (V-I), le seuil de percolation de liens est atteint quand environ 91,8% des facettes des grains ont été fissurées [131]. En termes de η , les calculs FFT suggèrent un seuil de percolation à 0,5 pour le modèle de Voronoï (V-I) et à 0,55 pour le modèle de Johnson-Mehl anisotrope (JM-I). Pour ces paramètres-là, les pourcentages d'interfaces fissurées sont relativement de 90% et 92% pour les modèles de Voronoï et Johnson-Mehl anisotrope, ce qui est cohérent avec [131]. De plus, il est bien connu

que les objets allongés, tels que ceux trouvés dans des modèles Booléens, mènent à des seuils de percolation plus faibles pour l'objet complémentaire [132]. De ce point de vue-là, on conçoit alors mieux le seuil de percolation de liens plus élevé observé dans le cas des structures de Johnson-Mehl anisotrope, dont les grains (et les facettes) ont des morphologies plus allongées que dans le cas de nos structures de Voronoï (voir le tableau 7.1).

Dans un tout autre esprit, la méthode (NIA) prédit un seuil de percolation infini. Le modèle (SC') prédit un seuil de percolation $\eta_c \approx 1,15752$. Cette valeur est la solution positive du polynôme en η suivant :

$$135(225 + 1424\eta) = (64\eta)^2(64\eta - 28). \quad (7.20)$$

La valeur prédite est très loin du seuil de percolation géométrique, mais elle reste plus grande que celle prédite par les méthodes (HS) et (SC). Ceci explique pourquoi le modèle (SC') est le plus proches des résultats FFT pour de fortes densités de fissures.

Des investigations numériques et analytiques montrent que près du seuil de percolation, la méthode (SC') prédit que les deux modules K^* et G^* tendent vers zéro, puisque l'on a alors l'approximation suivante : $K^* \sim K_1(\eta_c - \eta)$, $G^* \sim G_1(\eta_c - \eta)$, avec $K_1 > 0$ et $G_1 > 0$ deux constantes dépendant des propriétés du monocristal constitutif. On retrouve un comportement similaire pour les modèles (SC) et (HS).

7.4.6 Influence de l'anisotropie du monocristal

Pour juger du rôle de l'anisotropie et de l'hétérogénéité cristalline sur les modules élastiques effectifs du milieu microfissuré, nous comparons les résultats de simulations sur microstructures (JM-I) et (JM-T) à ceux des simulations sur microstructures dites « binaires » (JM-IB) et (JM-TB), pour lesquelles le polycristal a été remplacé par une matrice homogène isotrope ayant les propriétés effectives du polycristal parfait (voir le paragraphe 7.4.2 et la figure 7.15). Cette comparaison n'est commentée ici que pour les microstructures de Johnson-Mehl, mais les conclusions sont les mêmes sur microstructures de Voronoï. Les modules effectifs de compressibilité et de cisaillement effectifs obtenus sont tracés sur la figure (7.21) en fonction de la densité de microfissures η . Les résultats FFT pour les microstructures binaires sont représentés par les symboles \times (cas intergranulaire) et $+$ (cas transgranulaire).

Les microstructures binaires ont des modules effectifs plus élevés que leurs homologues polycristallines. La différence pour le module de compressibilité effectif est bien plus marquée pour les cas intergranulaire (JM-I vs. JM-IB, figure (7.21)a) que pour le cas transgranulaire (JM-T vs. JM-TB, même figure). Ce phénomène est tellement marqué que les modules de la microstructure intergranulaire binaire sont plus élevés que ceux de la microstructure transgranulaire binaire, tandis que le rapport est renversé dans le cas polycristallin.

De même, la concavité des courbes relatives au module de cisaillement des modèles binaires (JM-TB) et (JM-IB) est moins prononcée que pour leur équivalent polycristallin. On remarque également que dans la limite diluée, les modèles binaires sont correctement prédits par les méthodes analytiques (NIA), (HS) et (SC). Ceci n'a rien d'étonnant puisque ces méthodes ont été faites pour décrire le comportement élastique de milieux homogènes microfissurés. Enfin, le modèle (SC') fournit deux estimations différentes : l'une pour le cas du polycristal fissuré (en trait plein violet sur la figure 7.21) et pour le milieu binaire (en pointillés violet, même figure).

7.4.7 Discussion

À l'aide des données obtenues par nos simulations FFT, il est possible de déterminer les densités de microfissures correspondant aux modules mesurés, pour chacun des types de microfissuration, sur les microstructures de Johnson-Mehl anisotrope. On rappelle que les modules de compressibilité et de cisaillement mesurés sont respectivement de 7,2 et 2,7 GPa (voir le paragraphe 2.2.2).

Dans le cas intergranulaire, une densité de microfissures de $\eta \approx 0,18$ permet de retrouver le module de compressibilité mesuré, tandis que le module de cisaillement correspond à une densité de $\eta \approx 0,24$. Ces deux valeurs sont relativement proches. En revanche, elles sont respectivement de 0,25 et 0,45 pour le cas transgranulaire, pour lequel il n'est donc pas possible de trouver une densité moyenne acceptable.

Le cas intergranulaire semble donc être le meilleur candidat pour représenter le matériau réel dans son état initial. La densité de microfissures estimée ci-dessus ($\eta \approx 0,21$) correspondrait à une microstructure de Johnson-Mehl anisotrope dont environ 33% des interfaces soient rompues. Chaque grain possédant en moyenne quinze voisins pour cette microstructure, le matériau contiendrait environ cinq interfaces non cohésives par grain. Ce scénario paraît raisonnable, compte tenu à la fois de la forte différence de modules effectifs entre le matériau réel et le polycristal parfait, d'une part, du fait que la percolation est observée dans le cas intergranulaire pour une densité de microfissures légèrement inférieure à 0,5, d'autre part.

7.5 Conclusions

L'étude du polycristal parfait de TATB (voir le chapitre 5) avait débouché sur une très forte surestimation des propriétés élastiques par rapport au matériau réel. On a montré ici que ni la porosité, ni le liant intergranulaire ne permettent d'expliquer une telle différence, et qu'il fallait invoquer un mécanisme plus efficace, la microfissuration. En l'absence de données détaillées, les mécanismes inter- et transgranulaires ont été étudiés conjointement.

La simulation par méthodes de Fourier n'ayant à notre connaissance jamais été appliquée aux milieux microfissurés, il a été nécessaire de procéder à un certain nombre de validations. Ces méthodes s'avèrent prédire correctement les champs en pointe de

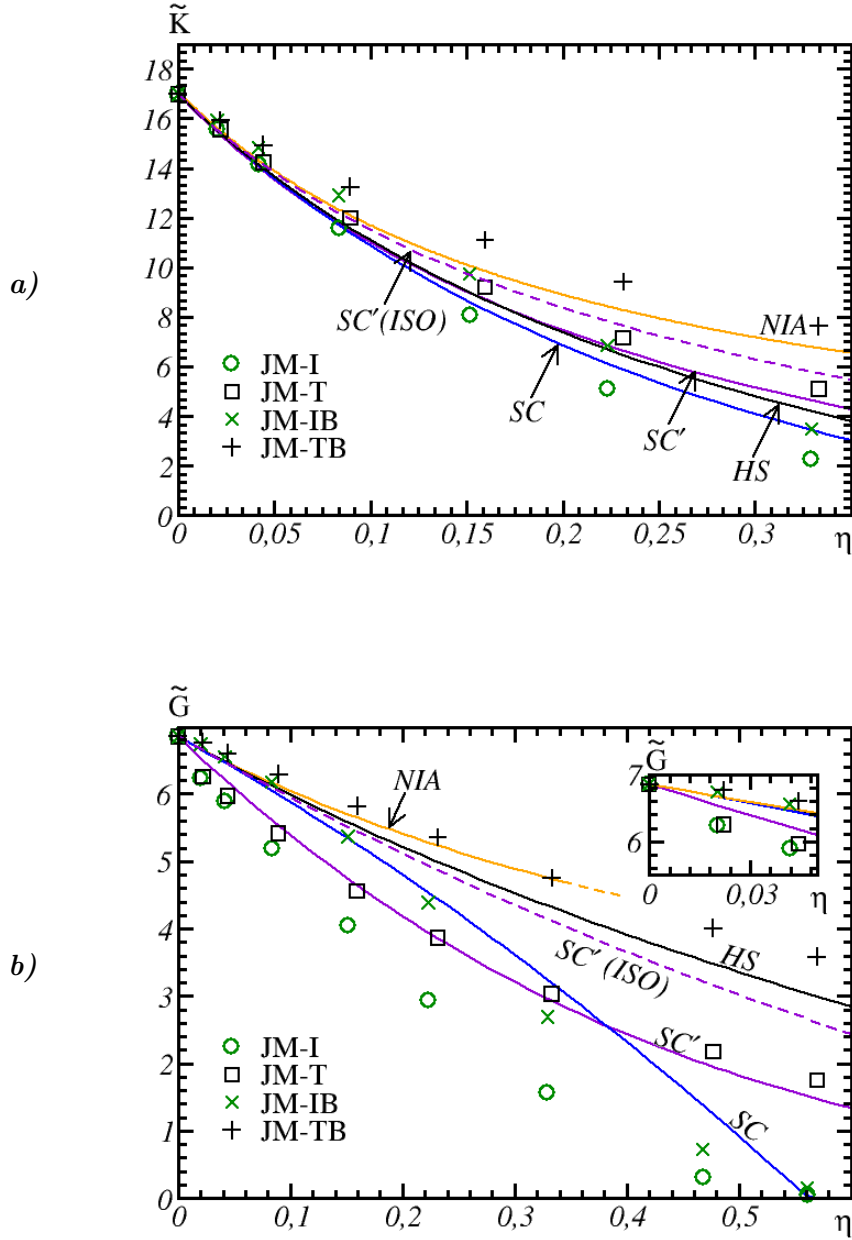


FIGURE 7.21 – Effet de l’anisotropie cristalline sur les modules de compressibilité (a) et de cisailment(b) des milieux microfissurés. Carrés et cercles : résultats FFT, modèle (JM) avec microfissures intergranulaires (en vert) et transgranulaires (en noir). Symboles + et × : microstructures binaires correspondantes. Traits pleins : méthodes d’homogénéisation linéaire : orange : (NIA), noir : (HS), bleu : (SC), violet : (SC’). Insert : limite diluée $\eta < 0.1$.

fissure à un coût de calcul bien inférieur à celui des éléments finis, ce qui a permis d'aborder la multi-fissuration avec confiance. Le gain représenté par l'absence de maillage se paie par l'introduction d'un biais, lié à l'impossibilité de représenter des fissures autrement que par une porosité très aplatie. Ce biais a néanmoins pu être estimé, grâce à l'étude de l'influence de l'épaisseur des fissures.

L'évaluation du rôle de l'hétérogénéité cristalline a été réalisée en conservant les champs de microfissures, et en remplaçant la matrice polycristalline par une matrice homogène dotée des propriétés effectives du polycristal parfait. La comparaison des modules élastiques effectifs a bien montré le rôle important de cette hétérogénéité, qui se traduit par une chute non négligeable des modules effectifs. La confrontation des résultats des simulations FFT avec divers modèles analytiques dérivés d'approches auto-cohérentes a montré la grande difficulté à prendre en compte cette hétérogénéité cristalline sans procéder à l'homogénéisation en champs complets pour les fortes densités de microfissures.

Enfin, les résultats ont montré qu'il est possible de trouver une densité moyenne de microfissures permettant de restituer les propriétés élastiques mesurées, mais seulement dans le cas intergranulaire. Cette densité correspond à environ un tiers de joints de grains non cohésifs, ce qui situe l'état initial du matériau à environ mi-chemin de la percolation. Ces résultats, qui ne concernent que les modules élastiques effectifs, seront complétés par l'étude du coefficient de dilatation thermique effectif du milieu microfissuré, objet du chapitre suivant.

Chapitre 8

Microstructure et comportement thermique effectif

LES DEUX CHAPITRES PRÉCÉDENTS se sont orientés vers le comportement mécanique du polycristal de TATB, afin d'identifier l'origine du fossé qui sépare les propriétés élastiques effectives prédites numériquement des propriétés mesurées expérimentales. Pour ce faire, nous avons étudié successivement le rôle de la porosité, du liant, et enfin de la présence de populations de microfissures sur le comportement élastique du polycristal. La présence de microfissures intergranulaires semble être le meilleur candidat permettant d'expliquer les propriétés élastiques. Il reste maintenant à étudier l'effet de ces différents facteurs sur la dilatation thermique du matériau.

Le paragraphe 8.1 s'attache ainsi à montrer qu'aucun de ces éléments ne modifie de façon significative la dilatation thermique du polycristal, ce qui permet de valider le scénario d'endommagement intergranulaire du matériau à l'état initial. La question de la chute du module de dilatation thermique au cours des cycles de refroidissement du matériau demeure cependant inexplicée.

Des éléments de réponse sont apportés au paragraphe 8.2, dans lequel nous proposons d'étudier l'impact de populations de microfissures transgranulaires dont les orientations sont corrélées avec celle du cristal les contenant. Selon qu'elles sont placées parallèlement ou perpendiculairement au plan graphitique du cristal, les microfissures transgranulaires feront augmenter ou diminuer le coefficient de dilatation thermique volumique effectif. Ce résultat est prédit pour l'une de ces configurations par un modèle auto-cohérent similaire à l'un de ceux employés au paragraphe 6.1.2.

Une fois le lien établi entre l'orientation des microfissures et le coefficient de dilatation thermique, nous proposons un modèle de microfissuration intergranulaire capable de contrôler lui aussi le coefficient de dilatation thermique effectif. Bien que peu physiquement réaliste, ce modèle permet de consolider les résultats présentés dans ce chapitre.

8.1 Liant, porosité et fissuration aléatoire

8.1.1 Porosité et liant

Concernant la porosité et le liant, nous reprenons ici les modèles auto-cohérents et les microstructures présentées dans le chapitre 6. Le modèle auto-cohérent permet une estimation des propriétés d'un milieu multiphasique de symétrie générale. Nous appliquons ce modèle à des matériaux contenant diverses quantités de liant et de porosité en plus des phases cristallines de TATB. Parallèlement à cela, nous avons aussi mené des calculs FFT pour déterminer les propriétés thermiques des matériaux contenant des porosités sphériques. À l'époque où le travail a été réalisé, nous ignorions complètement quelles étaient les propriétés thermiques du liant, et nous n'avions alors réalisé aucune simulation par méthodes FFT pour obtenir les propriétés thermiques de la microstructure numérique avec liant. Les calculs auto-cohérents sont arrivés bien après, mais sont venus conforter le raisonnement que nous exposons dans ce chapitre.

Les résultats sont résumés dans les tableaux A.1, A.2, A.3 et A.4 donnés en annexe. Ils contiennent les estimations du coefficient de dilatation thermique pour un polycristal contenant du liant mais aucune porosité, pour un polycristal avec porosités mais sans liant, et enfin, pour un polycristal contenant diverses proportions de liant et de porosités. Les conclusions sont les suivantes :

- l'ajout de liant tend à faire chuter légèrement les propriétés thermiques du matériau
- l'ajout de porosité tend à faire augmenter légèrement les propriétés thermiques du matériau
- quelles que soient les combinaisons de liant et de porosités considérées, le coefficient de dilatation thermique effectif reste entre $1,39 \cdot 10^{-4} K^{-1}$ et $1,49 \cdot 10^{-4} K^{-1}$

8.1.2 Microfissures inter- et transgranulaires

Dans ce paragraphe, nous nous intéressons au rôle d'éventuelles microfissures inter- et transgranulaires, d'orientations aléatoires, sur la dilatation thermique du milieu. Nous reprenons les mêmes microstructures qu'au chapitre précédent pour en évaluer les coefficients de dilatation thermique volumiques effectifs. Pour rappel, ces microstructures sont :

- le polycristal avec populations de microfissures intergranulaires placées aléatoirement,
- le polycristal avec populations de microfissures transgranulaires d'orientations aléatoires,
- et les versions biphasiques des deux précédentes, dans lesquelles les cristaux sont remplacés par une phase isotrope homogène de mêmes propriétés que le polycristal parfait.

Les deux paragraphes suivants sont dédiés respectivement à la description des modèles analytiques utilisés et à la méthode d'obtention des propriétés thermiques du

matériau par la simulation en champs complets. Le dernier paragraphe dresse le bilan de ces investigations sur le matériau dans son état initial.

8.1.2.1 Modèles auto-cohérents et bornes sur les propriétés thermiques

Afin d'étendre les modèles analytiques présentés au chapitre 7 au cas du coefficient de dilatation thermique, nous faisons usage de deux formules. Dans le cas du polycristal parfait à symétrie hexagonale, nous rappelons ici la formule exacte de Hashin [84] qui donne le coefficient de dilatation thermique volumique effectif α_V^* en fonction du module de compressibilité effectif du polycristal $K^* = 1/\mathbf{S}_{iikk}^*$ et des propriétés du monocristal, dénotées par l'exposant h :

$$\alpha_V^* = \alpha_{11}^* + \alpha_{22}^* + \alpha_{33}^* = \alpha_V^h + (\alpha_{33}^h - \alpha_{11}^h) \frac{1/K^* - S_{iikk}^h}{S_{ii33}^h - S_{ii11}^h} \quad (8.1)$$

où α_V^h représente la trace du tenseur de dilatation thermique du monocristal, supposé de symétrie hexagonale.

Un autre cas d'intérêt, correspondant aux modèles (SC), (NIA) et (HS) est celui d'un milieu à deux phases isotropes. Pour de telles microstructure, Levin [133] et Rosen et Hashin [134] ont montré que le tenseur de dilatation thermique effectif α^* est donné par :

$$\alpha_V^* = \frac{d(\alpha_1 - \alpha_2)\mathbf{S}^*\mathbf{I} + \left(\frac{\alpha_2}{K_1} - \frac{\alpha_1}{K_2}\right)\mathbf{I}}{\frac{1}{K_1} - \frac{1}{K_2}} \quad (8.2)$$

où d est la dimension du problème (on prend ici $d = 3$), \mathbf{S}^* est le tenseur de souplesse effectif, \mathbf{I} est le tenseur identité du second ordre, α_1 et α_2 sont les coefficients de dilatation thermique volumique des deux phases et K_1 et K_2 leurs modules de compressibilité. Dans le cas où la phase 1 est une matrice homogène isotrope et la phase 2 une population de pores ou de microfissures ouvertes, dont les propriétés mécaniques sont nulles, le tenseur de dilatation effectif est égal à celui de la matrice.

De ce fait, les modèles (SC), (NIA) et (HS) ne prévoient pas de dépendance du coefficient de dilatation thermique volumique effectif avec la densité de microfissures puisqu'ils homogénéisent d'abord le polycristal avant de prendre en compte l'impact des fissures qu'ils contiennent. Analysé ainsi, l'ajout de fissures dans le matériau homogénéisé n'a aucun impact sur les propriétés thermiques macroscopiques. Le même résultat s'applique aux microstructures « biphasiques » définies au chapitre 7, dont les estimations FFT des propriétés thermiques ne prédisent effectivement aucune variation avec la densité de fissure.

Enfin, nous utilisons les bornes inférieures et supérieures α_V^\pm du coefficient de dilatation thermique effectif α_V obtenue par Gibianski et Torquato [82] dans le cas d'une microstructure ayant un nombre arbitraire de phases de symétrie triclinique. La formule générale s'écrit en dimension 3 ($d = 3$), pour un matériau de tenseur d'élasticité $\mathbf{C}(\mathbf{x})$,

de tenseur des souplesses $\mathbf{S}(\mathbf{x}) = [\mathbf{C}(\mathbf{x})]^{-1}$ et de tenseur de dilatation thermique $\boldsymbol{\alpha}(\mathbf{x})$:

$$\frac{\alpha_V^\pm}{3} = \frac{B_2 K_u (K^* - K_m) - B_1 (K_u - K^*) \pm \sqrt{\Psi (K^* - K_m) (K_u - K^*)}}{K^* (K_u - K_m)}, \quad (8.3a)$$

$$\Psi = 2(C_1 + C_2)(K_u - K_m) - B_1^2 - 2K_u B_1 B_2 - K_m K_u B_2^2, \quad (8.3b)$$

$$d^2 B_1 = -\langle \boldsymbol{\alpha}(\mathbf{x}) \rangle : \mathbf{C}^a : \mathbf{I}, \quad dB_2 = \langle \mathbf{C}(\mathbf{x}) : \boldsymbol{\alpha}(\mathbf{x}) \rangle : \mathbf{S}^a : \mathbf{I} \quad (8.3c)$$

$$2d^2 C_1 = \langle \boldsymbol{\alpha}(\mathbf{x}) : \mathbf{C}(\mathbf{x}) : \boldsymbol{\alpha}(\mathbf{x}) \rangle - \langle \boldsymbol{\alpha}(\mathbf{x}) \rangle : \mathbf{C}^a : \langle \boldsymbol{\alpha}(\mathbf{x}) \rangle, \quad (8.3d)$$

$$2d^2 C_2 = -\langle \boldsymbol{\alpha}(\mathbf{x}) : \mathbf{C}(\mathbf{x}) \rangle : \mathbf{S}^a : \langle \boldsymbol{\alpha}(\mathbf{x}) : \mathbf{C}(\mathbf{x}) \rangle, \quad (8.3e)$$

$$\mathbf{C}^a = \langle \mathbf{S}(\mathbf{x}) \rangle^{-1}, \quad \mathbf{S}^a = \langle \mathbf{C}(\mathbf{x}) \rangle^{-1}, \quad d^2 K_m = \mathbf{I} : \mathbf{C}^a : \mathbf{I}, \quad (8.3f)$$

$$K_u = (\mathbf{I} : \mathbf{S}^a : \mathbf{I})^{-1}, \quad (8.3g)$$

où $I_{ij,kl} = (1/2)(\delta_{ik}\delta_{jl} + \delta_{il}\delta_{jk})$ est le tenseur unité du quatrième ordre, δ le symbole de Kronecker, et où les moyennes de $\mathbf{C}(\mathbf{x})$, $\mathbf{S}(\mathbf{x})$, $\boldsymbol{\alpha}(\mathbf{x})$ et de leur différents produits tensoriels sont prises sur l'ensemble du domaine spatial.

Supposons alors que le matériau soit un polycristal poreux dont les cristaux suivent une distribution d'orientation cristallographiques uniforme sur la sphère. Pour simplifier le modèle, on se place dans l'approximation hexagonale des propriétés du TATB. La présence de pores (ou de fissures ouvertes) implique $\mathbf{C}^a = B_1 = K_m = 0$ ainsi que :

$$K_u = (1 - f_p) \frac{2x + x'}{d^2}, \quad x = C_{11}^h + C_{12}^h + C_{13}^h, \quad x' = C_{33}^h + 2C_{13}^h, \quad (8.4a)$$

$$2d^2 C_1 = (1 - f_p) (2y\alpha_{11}^h + y'\alpha_{33}^h), \quad y = \alpha_{11}^h (C_{11}^h + C_{12}^h) + \alpha_{33}^h C_{13}^h, \quad (8.4b)$$

$$C_2 = -\frac{(1 - f_p) (2x\alpha_{11}^h + x'\alpha_{33}^h)^2}{2d^2(2x + x')}, \quad B_2 = \frac{2x\alpha_{11}^h + x'\alpha_{33}^h}{2x + x'}, \quad (8.4c)$$

$$y' = \alpha_{33}^h C_{33}^h + 2\alpha_{11}^h C_{13}^h, \quad (8.4d)$$

où f_p est la fraction volumique de porosité. Pour le cas d'un polycristal fissuré ($f_p = 0$), nous obtenons les bornes :

$$\alpha_V^\pm = \frac{6x\alpha_{11}^h + 3x'\alpha_{33}^h}{2x + x'} \pm |\alpha_{33}^h - \alpha_{11}^h| \sqrt{\left(\frac{2xx'}{2x + x'} - 2C_{13}^h\right) \left(\frac{1}{K^*} - \frac{d^2}{2x + x'}\right)}. \quad (8.5)$$

Afin de pouvoir utiliser ces équations, nous devons avoir connaissance des propriétés élastiques effectives du matériau. Nous prenons alors l'estimation du modèle (HS) $K^* = K^{\text{HS}}$ (Eq. 7.6) et nommons cette estimation (VAR).

Concernant le modèle (SC'), le tenseur effectif de dilatation thermique est calculé en utilisant le fait que le tenseur effectif doit vérifier (voir e.g. [135]) :

$$\boldsymbol{\alpha} : \bar{\boldsymbol{\sigma}} = \langle \boldsymbol{\alpha}^{\text{H}}(\mathbf{x}) : \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) \rangle_{\mathbf{x}}, \quad (8.6)$$

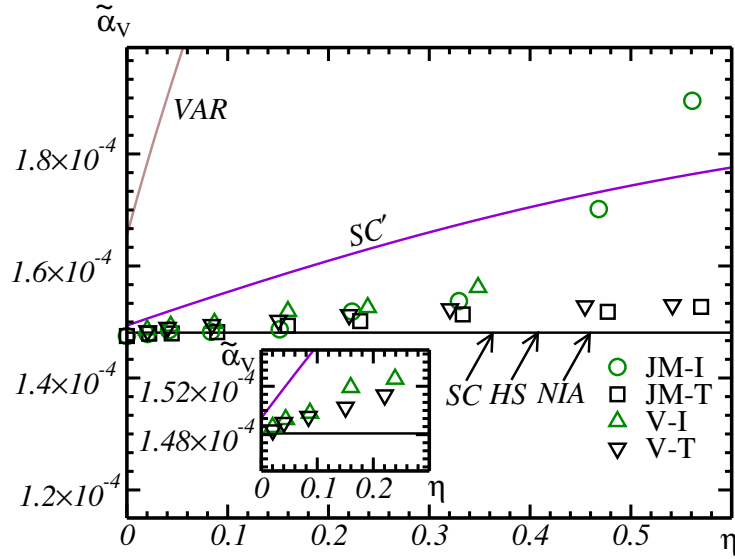


FIGURE 8.1 – Coefficient de dilatation thermique volumique effectif α_V^* . Trait plein marron : borne supérieure de Gibiansky-Torquato [82].

Cette formule fait intervenir le champ de contraintes purement élastique $\boldsymbol{\sigma}(\boldsymbol{x})$ correspondant au chargement macroscopique $\bar{\boldsymbol{\sigma}}$ (c'est-à-dire $\Delta T = 0$). Le membre de droite de cette équation est calculé en additionnant les contributions de chaque orientation cristallographique :

$$\boldsymbol{\alpha}^* : \langle \boldsymbol{\Gamma} \rangle_C : \boldsymbol{\sigma}^0 = \langle \boldsymbol{\alpha}^h : \boldsymbol{\Gamma} \rangle_C : \boldsymbol{\sigma}^0, \quad \boldsymbol{\Gamma} = [\mathbf{I} + \mathbf{Q} : (\mathbf{S}^h - \mathbf{S}^0)]^{-1}, \quad (8.7)$$

où $\boldsymbol{\Gamma} : \boldsymbol{\sigma}^0$ représente le champ de contraintes constant au sein d'un grain de tenseur de souplesse hexagonal \mathbf{S}^h immergé dans une matrice de souplesse \mathbf{S}^0 , lorsque l'on impose une contrainte $\boldsymbol{\sigma}^0$ à l'infini [129]. En prenant $\sigma_{ij}^0 = \sigma_m^0 \delta_{ij}$, $\sigma_m^0 > 0$, on obtient :

$$\alpha_V^* = \frac{6\alpha_{11}^h(\Gamma_{11} + \Gamma_{12} + \Gamma_{13}) + 3\alpha_{33}^h(\Gamma_{33} + 2\Gamma_{13})}{2\Gamma_{11} + \Gamma_{33} + 2\Gamma_{12} + 4\Gamma_{13}}. \quad (8.8)$$

8.1.2.2 Résultats FFT

La détermination du tenseur de dilatation thermique effectif par calculs FFT utilise la même méthode qu'au paragraphe 5.2.3, qui consiste à imposer une sollicitation thermique $\Delta T = 1$ K et une déformation macroscopique nulle $\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}_{ij} = 0$.

La figure 8.1 donne le coefficient de dilatation thermique volumique effectif α_V^* obtenu pour les microstructures de Johnson-Mehl et de Voronoï avec microfissures inter- et transgrauaires, en fonction de la densité de microfissures η , et les compare avec les prédictions des modèles auto-cohérents décrits ci-dessus.

Les simulations montrent d'abord que lorsque $\eta = 0$, les valeurs obtenues pour le polycristal non fissuré sont très proches de celle prédites par la formule de Hashin (8.2). On observe ensuite que le coefficient de dilatation thermique volumique effectif des polycristaux fissurés augmente faiblement avec la densité de microfissures sur toute la plage de densité de microfissures allant de $\eta = 0$ à $\eta = 0,3$. Il s'agit manifestement de l'effet de l'anisotropie cristalline.

A η fixé, les valeurs prises par α_V^* sont très peu sensibles à la microstructure (JM ou V) ainsi qu'au type de fissure (I ou T). Cependant, pour $\eta \geq 0,3$, le coefficient de dilatation thermique effectif augmente brutalement dans le cas intergranulaire. Ce changement de comportement est attribué à l'approche du seuil de percolation, qui n'est atteint que pour le cas intergranulaire dans la plage de densité de microfissures considérée ici.

Du côté des modèles auto-cohérents, seul le modèle (SC') prédit l'augmentation du coefficient de dilatation thermique effectif, mais le surestime. La méthode (VAR) issue de la borne supérieure de Gibianski et Torquato [82] est représentée en trait plein marron sur la figure 8.1. Elle fournit une valeur largement surestimée de α_V^* , mais prédit tout de même que le coefficient de dilatation thermique du polycristal parfait doit être inférieur à celui du monocristal hexagonal $\alpha_V^H \approx 1,87 \times 10^{-4} K^{-1}$.

Une dernière remarque concerne le modèle (SC') qui prédit un comportement thermique effectif à l'approche de la percolation du type $\alpha_V^* = \alpha_V^{*H} - \alpha_1(\eta_c - \eta)$ avec $\alpha_1 > 0$. Cela revient à dire qu'à l'approche de la percolation, les propriétés thermiques du matériau devraient s'approcher de celle du monocristal constitutif. Néanmoins, un tel comportement n'a pas pu être confirmé ici, car les densité de microfissures correspondantes sont trop élevées.

8.1.2.3 Conclusions sur le matériau à l'état initial

De ces résultats, il ressort que ni le liant, ni la porosité, ni la présence de microfissures, inter- ou transgranulaires, n'ont d'effet significatif sur les propriétés thermiques effectives du matériau. Ceci conforte le scénario du chapitre 7 : le matériau contient, à l'état initial, une population de fissures intergranulaires d'orientations aléatoires.

Selon ce scénario, le coefficient de dilatation thermique volumique effectif du milieu microfissuré est le même que celui du polycristal parfait, à une bonne approximation près. D'une part, ceci justifie la bonne correspondance entre la valeur prédite et la valeur mesurée pour l'état initial du matériau. D'autre part, ceci justifie également l'emploi des données de Sun *et al.* [52] pour le tenseur de dilatation thermique du cristal de TATB. L'emploi des données de Kolb *et al.* [50] conduit à un coefficient de dilatation thermique volumique du polycristal de $2,44 \times 10^{-4} K^{-1}$. Dans cas, il faudrait invoquer un mécanisme de microfissuration dégradant également les propriétés thermiques du milieu. Nous verrons plus loin qu'il est possible d'envisager un tel mécanisme, mais que cela ne remettra pas en cause l'emploi des données de Sun *et al.* [52].

8.2 Microfissures corrélées aux orientations cristallographiques

Les conclusions du paragraphe 8.1 ont permis de mieux comprendre l'état initial du matériau, mais n'expliquent pas le cas des sollicitations par cycles thermiques à froid, pour lesquelles le coefficient de dilatation thermique volumique (voir le paragraphe 2.3.2), subit une chute de l'ordre de 30% pour les sollicitations les plus sévères.

Les travaux qui suivent se sont inspirés de la formule de Hashin 5.25, qui montre que l'écart entre le coefficient de dilatation thermique volumique du polycristal et celui du monocristal croît lorsque l'anisotropie élastique de ce dernier croît. En admettant que le polycristal microfissuré équivaut à un polycristal parfait de propriétés élastiques anisotropes dégradées, on déduit que la décroissance du coefficient de dilatation effectif peut être obtenue par une augmentation de l'anisotropie élastique du monocristal « endommagé », en l'espèce par une chute du module d'Young hors plan (voir le paragraphe 7.3.4).

A partir de cette analogie, nous choisissons d'approfondir nos modèles en introduisant des corrélations entre l'orientation de chaque fissure et l'orientation du grain qui la contient, dans le cas transgranulaire. De telles corrélations peuvent être observées dans certains alliages et métaux dans le cas transgranulaire [112], mais aussi dans le cas intergranulaire [109–111], envisagé à la fin de ce chapitre.

8.2.1 Modèles de fissures transgranulaires

Nous introduisons ici deux nouveaux modèles de microfissures transgranulaires pour lesquels les fissures sont orientées en fonction de l'orientation cristallographique du grain les contenant. On définit par $(\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2, \mathbf{e}_3)$ le repère orthonormé tel que le plan $(\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2)$ coïncide avec le plan (\mathbf{a}, \mathbf{b}) de la maille cristalline et tel que \mathbf{e}_1 coïncide avec l'axe \mathbf{a} . Les liaisons de van der Waals entre plans graphitiques sont beaucoup plus faibles que les liaisons hydrogène du plan graphitique, comme en atteste le module d'Young hors plan (18,3 GPa) environ trois fois plus faible que le module dans le plan (65 GPa environ). Il est de ce fait raisonnable de penser que la microfissuration le long des plans graphitiques, ne coupant que des liaisons faibles, est beaucoup plus probable que la microfissuration hors plan. Le plan graphitique (\mathbf{a}, \mathbf{b}) est appelé « plan faible » du monocristal dans ce qui suit.

En conséquence, nous mettons en place un modèle de microstructure contenant des microfissures transgranulaires planes parallèles au plan faible du monocristal qui les contient. Nous utiliserons l'extension « -TW » pour les désigner. Ce modèle de microfissuration semble physiquement plausible et raisonnable, comme nous le vérifierons par la suite.

Aux fins de validation, nous mettons également en place un modèle de fissuration dit « plan fort » pour lequel les fissures sont placées de façon à ce que leur normale soit

comprise dans le plan $(\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2)$ du monocristal. Nous ferons référence à un tel modèle avec l'extension « -TS » dans la suite du manuscrit.

8.2.1.1 Génération des microstructures

Le procédé d'ajout des microfissures dans nos microstructures de Johnson-Mehl et de Voronoï diffère de celui présenté au paragraphe 7.4.2. Tout d'abord, nous sélectionnons un grain aléatoirement et uniformément parmi tous les grains existants. Ensuite, nous sélectionnons un voxel aléatoirement dans le grain, uniformément dans l'intérieur du grain. Pour les modèles (TW ou TS), la fissure passera donc par ce point.

La normale au plan de la fissure est donnée par l'axe \mathbf{e}_3 dans le cas de fissures « plan faible ». Pour le cas de fissures « plan fort », la normale au plan de fissuration est tirée uniformément sur le cercle unité du plan $(\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2)$.

Contrairement aux autres modèles, la probabilité d'apparition d'une microfissure ne dépend pas de la taille du grain. Néanmoins, la distribution des fissures dans un grain n'est pas véritablement uniforme à cause de la méthode de sélection du point de passage de la fissure à l'intérieur du grain. Pour un grain de forme régulière et quasiment convexe, les fissures auront une plus forte probabilité d'apparaître au centre du grain puisque c'est là qu'on trouve les plus grandes sections et donc le plus grand nombre de voxels.

Nous appliquons ces deux procédés séparément sur les microstructures de Johnson-Mehl anisotrope et de Voronoï pour obtenir les modèles notés respectivement (JM-TW), (JM-TS), (V-TW), et (V-TS). Nos microstructures ont une résolution de 512^3 voxels. La figure 8.2 montre des coupes planes de chacun de ces deux modèles, ainsi que du modèle trans-granulaire sans corrélation (JM-T). Nous attirons l'attention du lecteur sur le fait que, puisque nous n'observons qu'une coupe plane d'une microstructure tridimensionnelle, certaines microfissures peuvent paraître anormalement épaisses alors qu'il ne s'agit que d'un effet d'orientation de la microfissure, qui n'est pas normale au plan de coupe.

8.2.1.2 Modèle auto-cohérent pour le cas « plan faible »

Nous construisons un nouveau modèle auto-cohérent pour le cas transgranulaire plan faible. La construction du modèle est similaire à celle faite lors de l'étude de la porosité au chapitre 6.1.2 (voir figure 6.3). Sevostianov *et al.* [96] montrent qu'un cristal hexagonal contenant une densité η d'inclusions ellipsoïdales parallèles à son plan de symétrie a des propriétés effectives qui demeurent hexagonales données par :

$$\mathbf{C}^{\text{TW}} = (\mathbf{S}^{\text{H}} + \eta \mathbf{G})^{-1}, \quad (8.9)$$

où \mathbf{G} est donné par l'équation (7.9).

Ce tenseur est ensuite introduit dans le modèle auto-cohérent polycristallin de Berryman [28] (relation 7.3) pour obtenir le module de compressibilité effectif K^* , lui-même

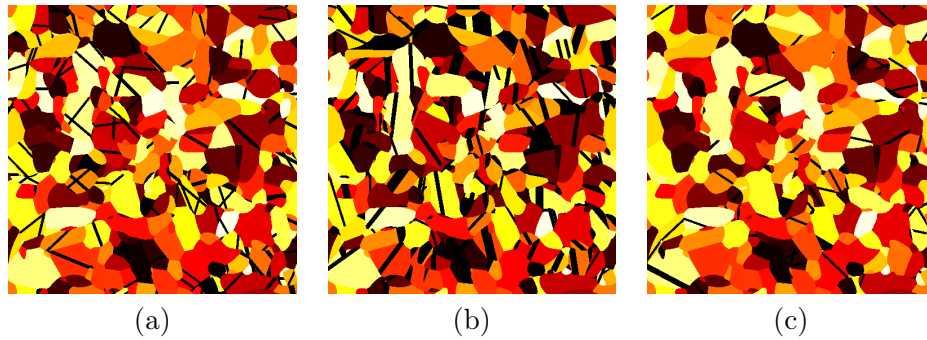


FIGURE 8.2 – Coupe plane d’une même microstructure pour différents types de microfissures. (a) : cas transgranulaire décorrélé, (b) : cas transgranulaire corrélé « plan faible », (c) : cas transgranulaire corrélé « plan fort ». Les microfissures sont en noir, les grains sont en couleur jaune, orange, rouge ou marron.

incorporé à l’équation de Hashin 8.1 pour obtenir finalement le coefficient de dilatation thermique volumique effectif. Ce nouveau modèle auto-cohérent sera désigné par l’acronyme (SC-IW). Un tel modèle suppose que les microfissures sont de taille caractéristique très inférieure à celle des grains de TATB les contenant.

8.2.1.3 Modules élastiques

Les résultats des simulations élastiques sont présentés sur la figure 8.3, qui compare les cas plan faible et plan fort avec les cas transgranulaires non corrélés du chapitre précédent (JM-T et V-T). Les calculs sur microstructures de type plan faible (symboles en noir, figure 8.3) prédisent des modules plus élevés que pour les autres cas de microfissuration transgranulaire (symboles en violet et orange sur la figure 8.3). Les calculs sur microstructures de type plan fort (JM-TS, V-TS) prédisent des modules élastiques effectifs très proches de ceux obtenus pour le cas des modèles contenant des microfissures décorrélées (JM-T, V-T) et l’impact du détail de la microstructure (Johnson-Mehl ou Voronoï) semble négligeable.

Du point de vue des méthodes analytiques, la pente à l’origine de la courbe $K^* = f(\eta)$ diffère selon l’estimation que l’on considère. La méthode (SC’) est dotée d’une pente de -78.0 GPa tandis que le modèle (SC-TW) prédit une pente de -109.0 GPa. Les deux courbes se croisent d’ailleurs pour $\eta \approx 0.09$. Les calculs FFT ne semblent pas prédire un tel comportement, mais rappelons à nouveau que le modèle (SC-IW) repose sur une hypothèse de séparation d’échelle entre la taille des microfissures et celles des grains, ce qui n’est clairement pas le cas puisque nos microstructures contiennent des fissures trans-granulaires, de taille comparable à celle des grains.

À titre de vérification, une simulation complémentaire a été réalisée sur une microstructure similaires au modèle (JM-TW) mais dont les fissures sont cette fois des cylindres de taille cinq fois inférieure à celle des grains de TATB. Les cylindres sont pla-

cés parallèlement au plan faible des cristaux les contenant, et le résultat de la simulation est représenté par une étoile noire sur la figure 8.3. Nous avons également calculé les prédictions du modèle (SC-IW) pour des microfissures ellipsoïdales de même fraction volumique que dans [96]. Ce nouveau modèle est appelé (SC-IW') sur la figure (8.3a). Sa pente à l'origine est la même que celle du modèle (SC-IW). Qui plus est, le résultat de simulation se place pratiquement sur la courbe du modèle, ce qui valide notre approche et notre compréhension de la situation.

Une formule approchée peut être dérivée du modèle (SC-IW) pour le module de compressibilité K . Nous réalisons pour cela un développement limité des formules (7.3d), (7.3f) et (7.3c) dans la limite où $G_V \rightarrow \infty$ et obtenons ainsi la solution :

$$K^{\text{TW}} \approx K_V^{\text{TW}} \frac{G_R^{\text{TW}} + \sqrt{C_{66}^{\text{TW}} C_{44}^{\text{TW}}}}{G_V^{\text{TW}} + \sqrt{C_{66}^{\text{TW}} C_{44}^{\text{TW}}}}, \quad (8.10)$$

où \mathbf{C}^{TW} est donnée par l'équation (8.9) et les modules $G_{V,R}^{\text{TW}}$ et K_V^{TW} sont obtenus en remplaçant \mathbf{C}^{H} par \mathbf{C}^{TW} dans l'expression de $G_{V,R}^{\text{TW}}$ et K_V^{TW} , respectivement, dans l'équation (7.3). L'équation (8.10) s'avère être proche de toutes les valeurs de K^* dans le domaine $0 \leq \eta \leq 10$, avec un écart relatif ne dépassant pas 7%. La valeur de la pente à l'origine est alors -113.0 (contre -109.0 GPa) pour $\frac{\partial K^*}{\partial \eta}$ lorsque $\eta = 0$.

La réponse mécanique en cisaillement des modèles plan faibles (JM-TW) et (V-TW) est elle aussi plus rigide que celles des autres modèles transgranulaires (T, TS) (voir figure 8.3). Contrairement au cas du module de compressibilité, les différentes estimations analytiques possèdent des pentes très similaires en $\eta = 0$, à savoir -15.8 GPa (SC') et -16.2 GPa (SC-IW). Ceci n'est en fait qu'une coïncidence avec les propriétés du cristal de TATB. De façon générale, la nature de l'anisotropie locale du cristal entourant une fissure influence grandement le module G^* dans la limite diluée $\eta \rightarrow 0$.

Les coefficients de dilatation thermique volumiques sont représentés sur la figure 8.4 pour chacun des modèles transgranulaires étudiés jusqu'à présent. Comme précédemment, une simulation complémentaire est réalisée sur une microstructure contenant des disques de petite taille relativement aux grains (JM-IW), et les résultats sont comparés aux prédictions du modèle (SC-IW') concernant le coefficient α_V^* . Même si les résultats de simulation ne coïncident pas exactement avec la courbe du modèle analytique, les prédictions du modèle intra-granulaire (JM-IW) restent plus proches du modèle analytique que celles obtenues dans le cas trans-granulaires (JM-TW).

Les résultats obtenus montrent une très nette dépendance du comportement thermique du matériau à la nature des microfissures. En particulier, α_V^* diminue lorsque la densité de microfissures orientées dans le plan faible du TATB augmente. De façon analogue, les fissures placées dans les plans forts du monocristal font augmenter le coefficient de dilatation thermique du polycristal. Nous interprétons cela grâce aux résultats de l'estimation de Sevostianov *et al.* [96] qui permettent une lecture différente de la formule de Hashin.

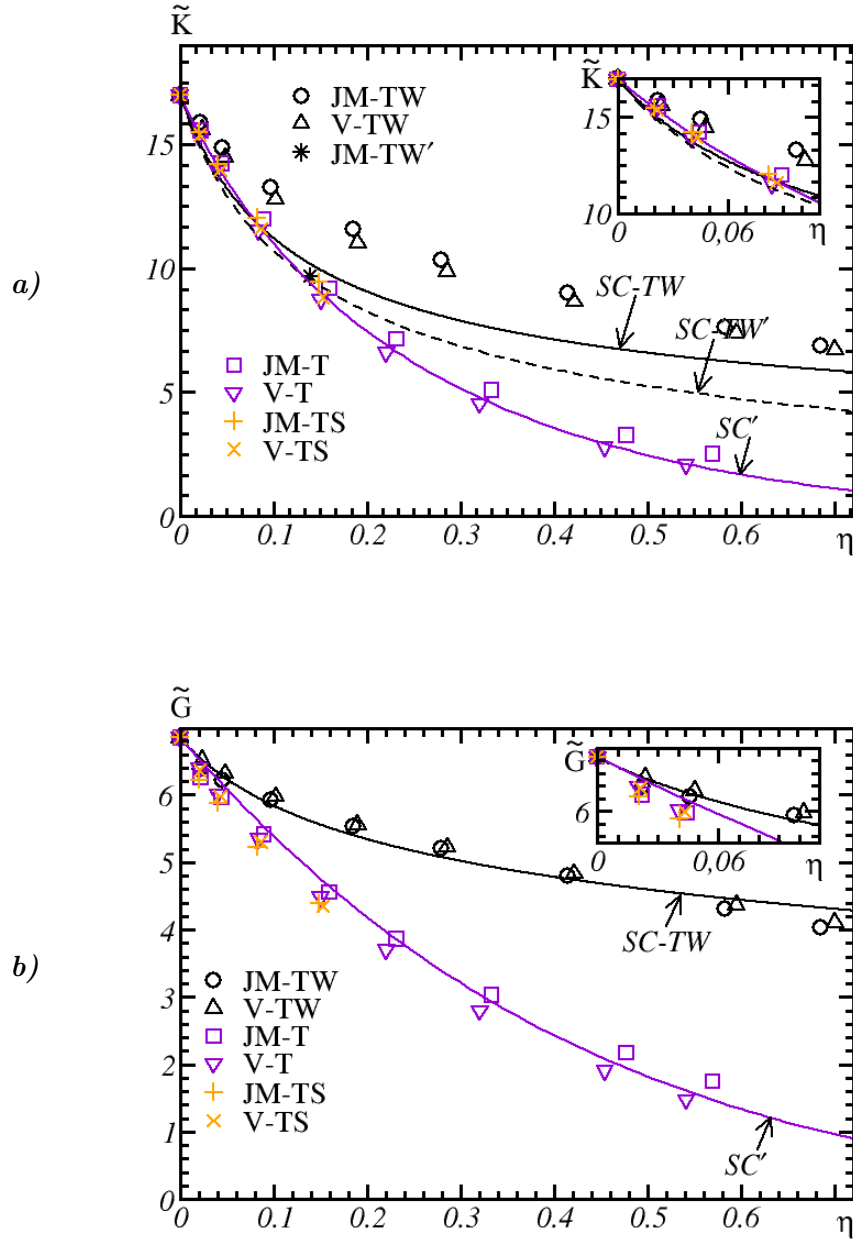


FIGURE 8.3 – Modules élastiques pour les modèles transgranulaires plan faible (symboles noirs) et plan fort (symboles oranges), en fonction de la densité de microfissures η , comparés aux modèles transgranulaires non corrélés (symboles violets). Traits continus : estimations auto-cohérentes (SC-IW), (SC-IW') relatives aux modèles plan faible et au modèle (SC'). Inserts : agrandissement aux faibles densités de microfissures.

En effet, les résultats obtenus dans le cas d'une matrice homogène isotrope au paragraphe 7.3.3 se généralisent au cas d'une matrice à symétrie hexagonale [96]. En particulier, l'ajout d'une fissure dans le plan faible d'une telle matrice ne modifie aucun des trois modules ν_p , ν_{pz} et E_p . En revanche, elle fait chuter le module E_z . En détaillant cette modification du tenseur des souplesses du monocristal, une réécriture judicieuse permet d'obtenir la forme suivante pour l'équation de Hashin :

$$\alpha_V^* = 3\alpha_{11}^h + (\alpha_{33}^h - \alpha_{11}^h) \frac{1/K^* - 3S_{ii11}^h}{S_{ii33}^{\text{TW}} - S_{ii11}^h}, \quad S_{ii33}^{\text{TW}} = S_{ii33}^h + G_{33}\eta, \quad (8.11)$$

dans laquelle on remarque que, pour un polycristal de TATB non fissuré, on a $1/K^* - 3S_{ii11}^h > 0$, $S_{ii33}^{\text{TW}} - S_{ii11}^h > 0$ et $\alpha_{33}^h - \alpha_{11}^h > 0$. On comprend alors pourquoi l'ajout de fissures transgranulaires plan faible fait augmenter le dénominateur du deuxième terme de l'équation, qui est positif et ainsi, on explique qualitativement la chute du coefficient de dilatation thermique du matériau réel soumis à des cycles de refroidissement (voir 2.3.2). Notons que dans cette analyse, nous négligeons les variations du module d'élasticité effectif K^* avec l'augmentation de η . Les valeurs les plus basses obtenues par simulation pour le coefficient de dilatation thermique volumique sont de l'ordre de $1,11 \times 10^{-4} K^{-1}$ pour $\eta \approx 0,7$. La plus petite valeur observée expérimentalement, $1,02 \times 10^{-4} K^{-1}$, nécessiterait des densités de fissures plus élevées, ce qu'il est difficile de réaliser numériquement par FFT à cause de l'épaisseur que nous devons donner aux fissures.

Afin de déterminer le comportement limite du coefficient de dilatation thermique α_V^* à l'approche de la percolation, telle que prédite par le modèle (SC-IW), il convient d'étudier le comportement du module de compressibilité K^* . La méthode (SC-IW) prédit un seuil de percolation infini. On peut reformuler les équations 7.3 en fonction des modules $E_{p,z}$, $\nu_{p,z}$ et G_{zp} du TATB « hexagonalisé ». Les microfissures transgranulaires affaiblissent les modules G_{zp} et E_z , les autres modules n'étant pas modifiés. En effectuant un développement limité du modèle (SC-IW) lorsque $G_{zp} \rightarrow 0$ et $E_z \rightarrow 0$, il vient :

$$K^* \sim \sqrt{(3E'_z + 16G'_{zp}) \frac{2E_p}{9(7 + \nu_p)}}, \quad (8.12)$$

où :

$$G'_{zp} = \left(\frac{1}{G_{zp}} + \eta G_{44} \right)^{-1}, \quad E'_z = \left(\frac{1}{E_z} + \eta G_{33} \right)^{-1}, \quad (8.13)$$

sont les modules de cisaillement et d'Young affaiblis pas la présence de microfissures transgranulaires (voir 7.9). Ainsi, lorsque $G'_{zp} \ll E'_z$, K^* est du même ordre de grandeur que :

$$K^* \sim \sqrt{\frac{2E_p}{3G_{33}(7 + \nu_p)}} \frac{1}{\sqrt{\eta}} + \mathcal{O}(1/\eta). \quad (8.14)$$

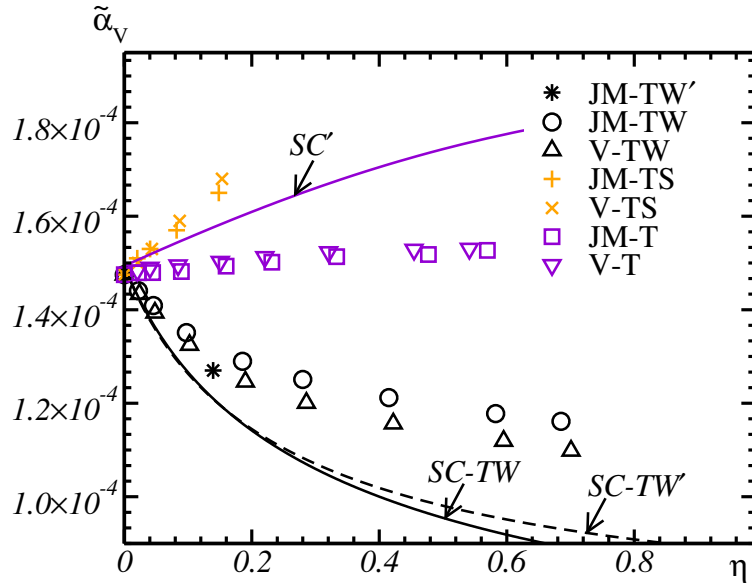


FIGURE 8.4 – Suite de la figure (8.3) : Coefficient de dilatation thermique volumique effectif α_V^* pour les différents modèles de microfissures transgranulaires et intragranulaires. Les modèles analytiques sont représentés en traits pleins, tandis que les résultats de simulation sont représentés par des symboles.

Le régime décrit ci-dessus est valide dans le domaine suivant :

$$\eta_0 = \frac{1}{E_z G_{33}}, \quad \eta_1 = \frac{1/G_{zp} - 1/E_z}{G_{33} - G_{44}}, \quad (8.15)$$

où l'on a supposé que $G_{33} > G_{44}$, tel que c'est le cas pour le TATB. Et lorsque $\eta \gg \eta_1$, on obtient :

$$K^* \sim \sqrt{\left(\frac{3}{G_{33}} + \frac{16}{G_{44}}\right) \frac{2E_p}{9(7 + \nu_p)} \frac{1}{\sqrt{\eta}}} + \mathcal{O}(1/\eta), \quad (8.16)$$

Dans le cas du TATB, le régime 8.15 ne peut pas se produire, car les deux inégalités ne peuvent être satisfaites simultanément. Cela se manifeste néanmoins sous forme d'un point d'inflexion lorsque l'on trace K^* en fonction de η en représentation log-log (voir figure 8.5). Afin de mieux illustrer ce phénomène, nous avons calculé l'estimation par le modèle (SC-IW) du module de compressibilité effectif d'un polycristal dont le monocristal possède un rapport d'anisotropie bien plus grand que celui du TATB. Le cristal que nous utilisons possède les mêmes modules que ceux du TATB « hexagonalisé », à l'exception de son module de cisaillement G_{zp} , divisé par 100 (soit 0,0104GPa). On voit alors apparaître plus clairement les deux régimes (8.14) et (8.16) (voir figure 8.5, trait plein, en noir). Le comportement limite de α_V^* s'obtient en utilisant l'équation (8.11)

lorsque $\eta \rightarrow \infty$:

$$\alpha_V^* = 3\alpha_{11}^h + \frac{\alpha_{33}^h - \alpha_{11}^h}{\sqrt{\eta}} \times \begin{cases} \sqrt{\frac{3(7+\nu_p)}{2E_p G_{33}}}, & \eta_0 \ll \eta \ll \eta_1, \\ \sqrt{\frac{9(7+\nu_p)}{2E_p(16G_{33}^2/G_{44}+3G_{33})}}, & \eta_1 \ll \eta, \end{cases} \quad (8.17)$$

Les deux régimes que nous avons identifiés concernant le module de compressibilités se retrouvent aussi sur le coefficient de dilatation thermique effectif, mais seulement dans le terme du second ordre, et non celui du premier ordre. Tout comme l'estimation auto-cohérente (SC'), la méthode (SC-TW) prédit une limite finie de la valeur de α_V^* . Sans surprise, on remarque que cette valeur est différente de celle du monocristal constitutif. En effet, le champs de contraintes dans le modèle de fissuration plan faible dépend directement de l'anisotropie du monocristal, à l'approche de la percolation. Par exemple, $\sigma_{33} \equiv 0$ dans un grain dont l'axe de symétrie est e_3 dans le repère du laboratoire.

Des simulations correspondantes ont été réalisées sur des microstructure de Voronoï. Les résultats sont représentés par les étoiles violettes sur la figure 8.5, et s'avèrent très proches des prédictions du modèles (SC-IW) jusqu'à $\eta \approx 2$. Cette valeur de η correspond au changement de régime prédit par le modèle auto-cohérent. Cependant, au-delà de cette valeur, lorsque $\eta \rightarrow \infty$, le module K^* tend vers une valeur différente de ce qui est prédit par le modèle auto-cohérent. Plus précisément, le module de compressibilité effectif prédit par la simulation semble tendre vers une valeur finie. Dans le cas d'un polycristal aussi anisotrope localement, il semble que les fortes contraintes se concentrent au niveau des joints de grains (non représenté). Cette observation, combinée avec l'équation 8.1, laisse à penser que le comportement asymptotique du coefficient de dilatation thermique serait alors du type $\alpha_V^* \rightarrow cst$ lorsque $\eta \rightarrow \infty$.

8.2.2 Modèles de microfissures intergranulaires corrélées

Les travaux précédents nous ont permis de mettre en lumière le lien qui existe entre l'orientation des microfissures transgranulaires et les propriétés thermoélastiques effectives. Nous proposons dans cette section d'étudier des modèles de microfissures intergranulaires construits sur la base de ces observations. Le but est d'essayer de transposer le comportement « plan faible » aux joints de grains. Nous nous baserons pour cela sur la désorientation entre grains adjacents, en faisant intervenir plusieurs paramètres tels que l'orientation des microfissures et l'orientation cristallographique des grains qu'elle sépare.

8.2.2.1 Génération des microstructures

Nous construisons deux modèles de microstructures dont les microfissures intergranulaires sont corrélées avec la microstructure locale. La première étape consiste à nouveau à lister toutes les interfaces existantes selon le même procédé que dans le cas des modèles (JM-I) et (V-I). En revanche, le choix des interfaces à fissurer ne se fait plus aléatoirement.

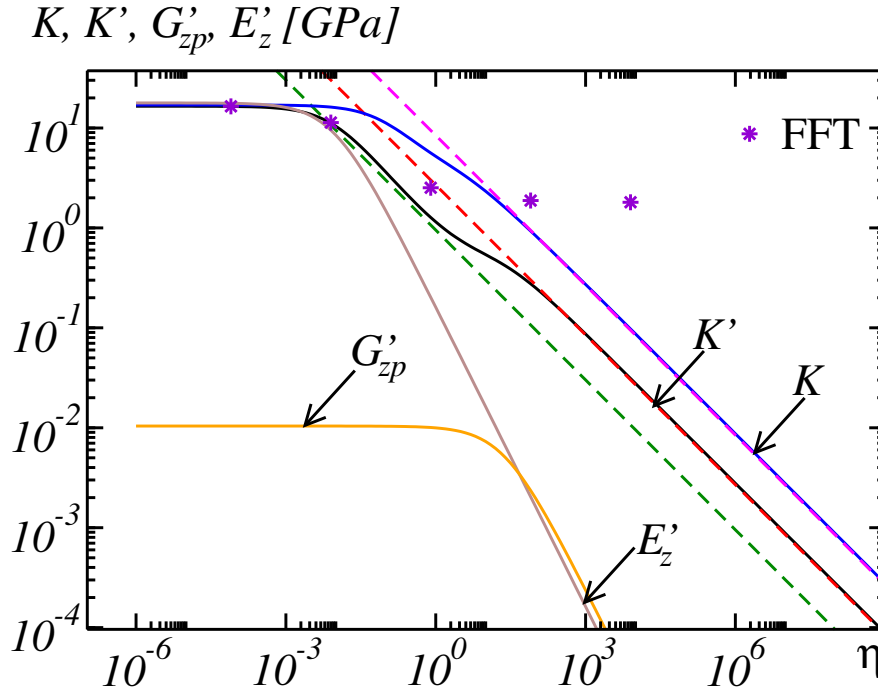


FIGURE 8.5 – Module de compressibilité d'un polycristal de TATB « hexagonalisé » contenant des microfissures intragranulaires orientées plan faible, en fonction de la densité de microfissures η . L'anisotropie du cristal est renforcée en prenant un module C_{44} cent fois plus petit que celui du TATB. En trait plein : prédiction du modèle auto-cohérent [96] (en orange), modèle de Berryman *et al.* [28] pour le module de compressibilité K' (en noir) d'un polycristal d'anisotropie amplifiée, et pour un polycristal de TATB (K , en bleu). Traits pointillés : développement limités (8.14) et (8.16) pour K' (en vert et en rouge) et développement limité du régime (8.16) pour K (en magenta). Etoiles : résultats de simulation pour le module de compressibilité K' d'un polycristal d'anisotropie amplifiée.

Dans un premier modèle, nous attribuons à chaque interface un « score » de désorientation représenté par le cosinus de l'angle entre les vecteurs d'orientation des grains qu'une interface sépare. Pour des questions de symétrie, il est toujours possible de ramener cet angle entre 0 et $\frac{\pi}{2}$ radian, ce qui nous permet d'obtenir des scores compris entre 0 et 1. Un score de 1 sera attribué à une interface dont les grains voisins ont strictement la même orientation cristallographique, tandis que deux interfaces d'orientations perpendiculaires auront un score de 0. En pratique, le score se calcule de la manière suivante :

$$M(I_{g_i, g_j}) = |\mathbf{e}_3^{g_i} \cdot \mathbf{e}_3^{g_j}| \quad (8.18)$$

où :

- M est notre score de désorientation,

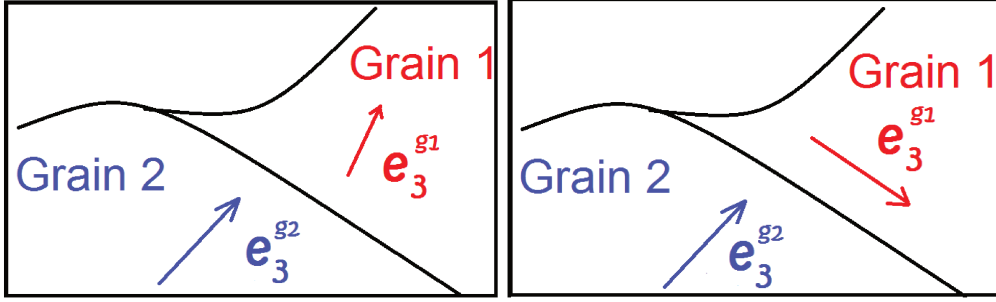


FIGURE 8.6 – Représentation schématique 2D du modèle IM. Les grains numéros 1 et 2 sont caractérisés par leur vecteur d'orientation \mathbf{e}_3^{g1} et \mathbf{e}_3^{g2} respectivement. À gauche, les grains présentent peu de désorientation (score de 1), l'interface sera fissurée en dernier. À droite, les grains présentent une forte désorientation (score de 0), et l'interface sera fissurée plus rapidement.

- I_{g_i, g_j} désigne l'interface entre les grains de labels i et j ,
- $|\cdot|$ désigne la valeur absolue et \cdot le produit scalaire euclidien dans \mathbb{R}^3 ,
- $\mathbf{e}_3^{g_i}$ désigne un vecteur unitaire normal au plan (\mathbf{a}, \mathbf{b}) du cristal de label i .

Une telle mesure de désorientation ne dépend pas de l'orientation des microfissures, mais elle permet de les classer par ordre de désorientation décroissant (c'est-à-dire par ordre croissant de score). Une fois la densité de microfissures fixée, nous remplaçons les n premières interfaces par des porosités planes. Nous appliquons ce modèle pour placer des microfissures intergranulaires dans un polycristal de Johnson-Mehl anisotrope et de Voronoï. Nous notons les microstructures associées (JM-IM) et (V-IM). Ce type de microfissuration est supposé être plus physiquement réaliste, puisqu'il a été observé que les microfissures apparaissent et se propagent généralement le long des joints de grains les plus désorientés [109–111].

La philosophie du second modèle (IC) est aux antipodes du modèles (IM) décrit ci-dessus. Nous cherchons cette fois à donner la priorité aux interfaces telles que les deux grains qu'elles séparent soient d'orientations les plus proches possible. Nous ajoutons une condition supplémentaire, selon laquelle la microfissure doit être de normale aussi proche que possible de cette direction partagée par les grains voisins. L'idée est de tenter d'obtenir l'équivalent de microfissures transgranulaires (car entourées de deux grains d'orientations très proches) plan faible (car l'interface se trouve alors dans leur plan faible commun). La fonction de « score » attribué à chaque interface se définit alors comme suit :

$$C(I_{g_i, g_j}) = \max(|\mathbf{e}_3^{g_i} \cdot \mathbf{e}_3^{g_j}|, |\mathbf{e}_3^{g_i} \cdot \mathbf{e}_3^I|, |\mathbf{e}_3^I \cdot \mathbf{e}_3^{g_j}|) \quad (8.19)$$

où :

- C est notre score de désorientation,
- $I_{g_i, g_j} = I$ désigne l'interface entre les grains de labels i et j ,
- $|\cdot|$ désigne la valeur absolue et \cdot le produit scalaire euclidien dans \mathbb{R}^3 ,

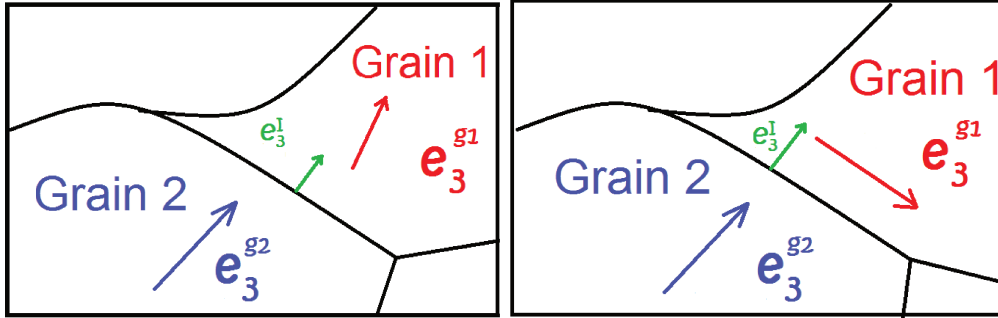


FIGURE 8.7 – Représentation schématique 2D du modèle IC. Les grains numérotés 1 et 2 sont caractérisés par leur vecteur d’orientation e_3^{g1} et e_3^{g2} respectivement. À gauche, les grains présentent peu de désorientation et la fissure possède une orientation de type « plan faible » (score de 1), l’interface sera fissurée rapidement. À droite, l’un des grains présente une forte désorientation avec l’interface et l’autre voisin (score de 0), et l’interface sera fissurée en dernier.

- $e_3^{g_i}$ désigne un vecteur unitaire normal au plan (\mathbf{a}, \mathbf{b}) du cristal de label i .
- e_3^I désigne la normale à l’interface I

Un tel modèle fait néanmoins appel à la notion d’orientation de la fissure. Dans le cas d’une microstructure de Johnson-Mehl, les joints de grains sont des portions de quadriques. Évaluer l’orientation d’une interface devient alors délicat. Pour des raisons de simplicité, nous n’avons implémenté ce modèle que sur une microstructure de Voronoï, dont les interfaces sont des hyperplans de \mathbb{R}^3 , faciles à caractériser en terme d’orientation. Un score proche de 1 signifie que les trois normales à l’interface et aux plans faibles des grains sont très proches, tandis qu’un score proche de zéro signifie qu’au moins un de ces trois vecteurs ne correspond pas aux deux autres. Une fois les mesures d’orientation calculées, nous classons cette fois les interfaces par ordre décroissant de score et nous les remplaçons par des microfissures jusqu’à atteindre la densité souhaitée. Ce modèle est appelé (V-IC) dans ce qui suit.

8.2.2.2 Résultats de simulation

Chacun des modèles décrits au paragraphe précédent est comparé avec les résultats obtenus dans le cas intergranulaire aléatoire (JM-I) et (V-I). Les mêmes conventions sont à nouveau appliquées. Les symboles représentent les résultats de simulation, les trait plein ceux des modèles auto-cohérents.

En ce qui concerne les modules élastiques, le modèle (IM) montre très peu de différences avec le modèle (I) (voir symboles rouges et noirs respectivement la figure 8.8). Les résultats en termes de comportement thermique effectif amènent à la même conclusion (voir la figure 8.9. On note cependant que le modèle (IC) entraîne une décroissance de α_V^* avec la densité de fissures η . Ce résultat confirme le lien entre l’orientation des

microfissures et celle des grains qui les entourent d'une part, et la chute du coefficient de dilatation thermique volumique effectif d'autre part. Plus précisément, les fissures devraient être orientées le long du « plan faible » local, s'il existe, dans un cristal ou, le cas échéant, le long de la frontière la plus faible (modèle (V-IC)).

Cependant, le modèle (V-IC) est difficile à justifier d'un point de vue physique, contrairement aux modèles (V-IM) et (JM-IM), à moins d'invoquer un argument concernant la dépendance de l'adhésion des interfaces grain-grain ou grain-liant en fonction de l'orientation du/des grains mis en jeu. Des travaux récents, réalisés par dynamique moléculaire [136] suggèrent cette piste bien que pour l'instant, le cas de microfissures transgranulaires plan faible reste le scénario le plus réaliste dont nous disposons pour interpréter les observations expérimentales.

8.3 Distributions des champs locaux dans un polycristal microfissuré

Nous proposons d'étudier plus en détails les distributions locales des champs de contraintes et de déformations au sein des différentes microstructures microfissurées. Nous nous restreignons au cas des densités de microfissures d'environ $\eta = 0.24$, puisqu'il s'agit de la densité nécessaire pour recouvrer les propriétés du matériau à l'état initial à l'aide de microfissures intergranulaires non corrélées (aléatoires). Nous portons la comparaison sur des champs extraits des modèles (JM-IB), (JM-I), (JM-T), (JM-TW), (JM-TS), et les comparons avec les champs obtenus dans le cas du polycristal parfait (JM). Les distributions des composantes de déformation ε_{eq} (au sens de Von Mises), ε_m , ε_{xx} et ε_{xy} dans les parties non fissurées sont tracées sur les figures 8.10 et 8.12 pour des chargements en compression hydrostatique ($\bar{\varepsilon}_m = 1$) et en cisaillement ($\bar{\varepsilon}_{xy} = 0.5$), respectivement. Les mêmes composantes en contrainte sont tracées sur les figures 8.11 et 8.13 pour des chargements en compression hydrostatique ($\bar{\varepsilon}_m = 1$) et en cisaillement ($\bar{\varepsilon}_{xy} = 0.5$), respectivement. Tous les histogrammes sont normalisés, et correspondent donc à des densité de probabilité.

Remarquons que sur la figure 8.10b, la moyenne de ε_m est égale à 1 dans le modèle (JM), mais est plus faible dans le cas des milieux fissurés, ce qui se traduit par une translation vers la gauche des histogrammes. Ceci est dû au fait que la déformation à l'intérieur d'une fissure ouverte n'a pas de sens physique, et n'est donc pas prise en compte. De façon analogue, nous ne prenons pas en compte les distributions de champs de contraintes et de déformations dans les zones entourées de fissures et donc complètement déconnectées de la matrice principale de grains.

La distribution des composantes de déformation au sein d'un milieu microfissuré dépend fortement de la nature des microfissures. En l'occurrence, on observe une distribution plus étroite pour le matériau non fissuré (JM) et pour le milieu biphasique microfissuré (JM-IB) (voir les figures 8.10a et 8.10b). On observe un point d'accumulation autour des valeurs $\boldsymbol{\varepsilon} = \mathbf{0}$ ou $\boldsymbol{\sigma} = \mathbf{0}$, et ce pour toutes les composantes des

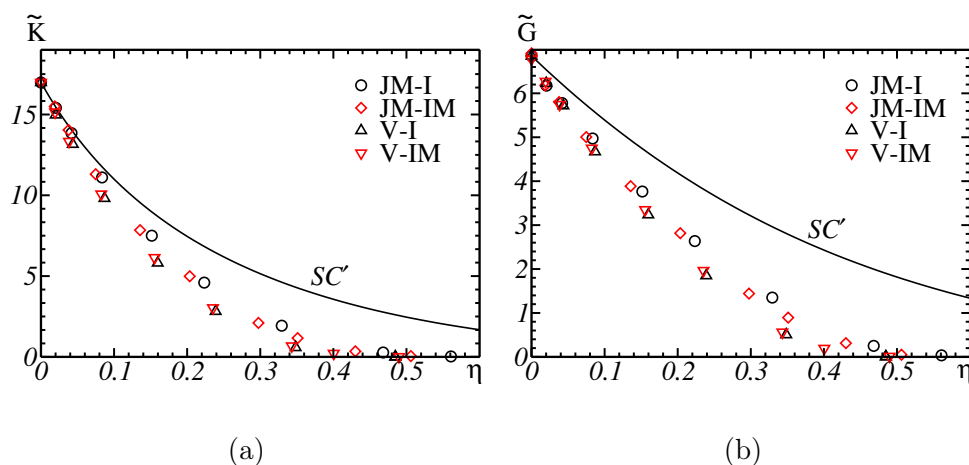


FIGURE 8.8 – Modules de compressibilité effectif K^* (a) et de cisailment effectif G^* (b) d'un polycristal contenant des microfissures intergranulaires en fonction de la densité de fissure η . Symboles noirs : microfissures décorréelées, symboles rouges : les fissures sont placées le long des grains les plus désorientés. Cercles et diamants : modèle de Johnson-Mehl, triangles : modèle de Voronoï. Traits pleins : estimation auto-cohérente SC' pour un polycristal à symétrie hexagonale microfissuré.

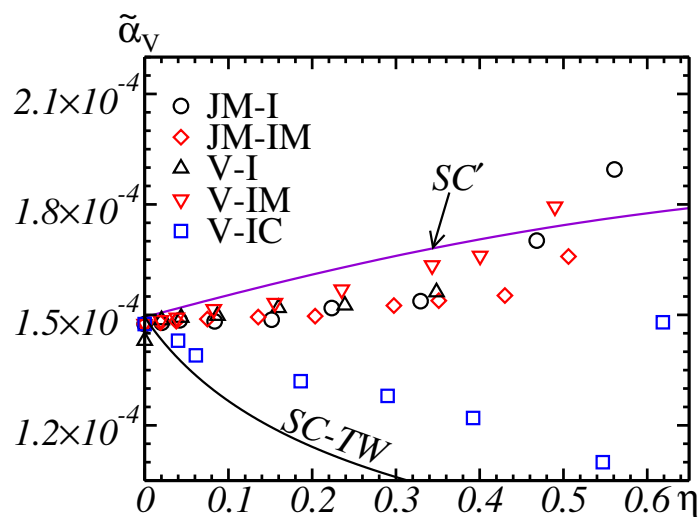


FIGURE 8.9 – Suite de la figure (8.8) : coefficient de dilatation thermique volumique effectif α_V^* . Trait continu : estimations auto-cohérentes. Carrés : modèle de Voronoï avec microfissures intergranulaires “corrélées” (V-IC).

déformations et des contraintes, et pour tous les modèles de microstructures microfissurées, mais pas pour le polycristal parfait. Cette singularité est caractérisée par une pente infinie en $\varepsilon_m = 0^+$ et $\varepsilon_m = 0^-$ (figure 8.10b) ou $\varepsilon_{xx} = 0^\pm$ (figure 8.10c), $\varepsilon_{xy} = 0^\pm$ (figure 8.10d), et une « bosse » en $\varepsilon_{eq} = 0^\pm$ (figure 8.10a, voir l'insert supérieur droit). Bien que le point d'accumulation soit plus marqué dans le cas des modèles (JM-IB) et (JM-I), et dans une moindre mesure, pour le modèle (JM-TW), il reste présent dans tous les modèles faisant intervenir des microfissures (voir par exemple l'insert en haut à gauche dans la figure 8.10d pour la composante ε_{xy}).

On remarque également un changement de pente pour la composante en déformation ε_m , qui prend une valeur finie pour le modèle (JM-TW) seulement (figure 8.10b, insert supérieur droit). La même remarque vaut pour les composantes des contraintes (figure 8.11). En outre, le même point d'accumulation apparaît clairement autour de la valeur $\boldsymbol{\sigma} = \mathbf{0}$ (voir par exemple la figure 8.11c sur la composante σ_{xx}). De façon analogue, des points d'accumulation autour des valeurs $\boldsymbol{\varepsilon} = \mathbf{0}$ et $\boldsymbol{\sigma} = \mathbf{0}$ dans les distributions obtenues en cisaillement $\bar{\varepsilon}_{xy} = 0.5$ (figures 8.12, 8.13 et 8.14).

Afin de nous assurer que ces points d'accumulation ne sont pas des artefacts numériques liés à une mauvaise qualité de convergence, nous avons mené une simulation complémentaire sous sollicitation hydrostatique, avec un critère d'erreur de 10^{-6} au lieu de 10^{-4} , et les résultats se superposent parfaitement.

De telles singularités dans les distributions sont habituellement liées aux régions où le gradient des champs est proche de zéro, et sont appelées des singularités de Van Hove. En particulier, des singularités non analytiques telles que des discontinuités, des lois de puissance, ou des lois logarithmiques sont obtenues dans les distributions de champs en fonction du comportement du champs local (par exemple la présence d'un point d'inflexion dans le champs) [137]. Cependant, l'observation de telles singularités dans un milieu aléatoire, dans le cadre de la mécanique des milieux continus n'est pas chose courante (voir par exemple [93] en électrostatique).

Afin de mieux comprendre l'origine de ces points d'accumulation en $\boldsymbol{\sigma} = \mathbf{0}$, nous étudions plus en détail le champ σ_{xy} dans le cas d'un chargement en cisaillement. La figure 8.16a représente une coupe du champ obtenu dans laquelle nous avons seuillé trois zones d'intérêt : les valeurs négatives $\sigma_{xy} < 0$ en bleu, les fortes valeurs de contrainte $\sigma_{xy} > 1$ en marron foncé, et enfin, les valeurs intermédiaires de la contrainte $0 < \sigma_{xy} < 1$ en jaune. Comme on pouvait s'y attendre, les zones contenant des valeurs négatives ou intermédiaires de contrainte se retrouvent la plupart du temps partiellement environnées de fissures.

Les régions contenant les singularités visibles de la figure 8.13d correspondent à des valeurs comprises dans un domaine bien plus restreint $|\sigma_{xy}| < 10^{-2}$. Ces régions sont indiquées en noir sur la figure 8.16b, par un seuillage du champ de contrainte de la figure 8.15a. Ces régions sont formées de fine bandes de voxels, ou de voxels isolés majoritairement situés dans les zones « mortes » environnées de microfissures et peu

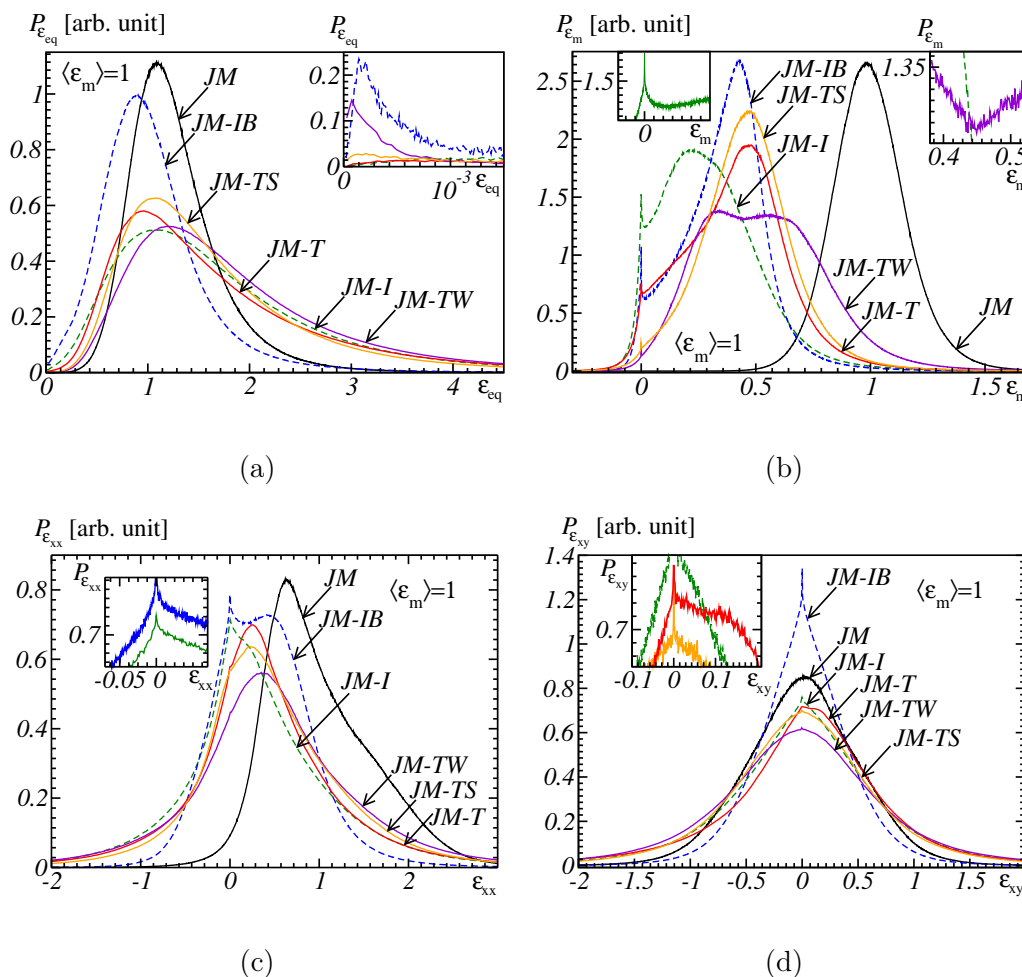


FIGURE 8.10 – Chargement hydrostatique : histogrammes des champs de déformation ϵ_{eq} (a), ϵ_m (b), ϵ_{xx} (c), ϵ_{xy} (d) dans une structure de type (JM). En noir : aucune fissure, ligne pointillée : microfissures intergranulaires dans des cristaux de TATB (en vert) ou dans une matrice (en bleu), traits pleins colorés : microfissures transgranulaires non-corrélées (rouge), plan faible (violet) et plan fort (orange). Insert : distribution des champs autour des singularités de Van Hove (seulement pour certains modèles de microstructures).

connectées au reste des grains. On s'attend à trouver un plus grand nombre de ces zones mortes dans le cas des modèles intergranulaires (JM-I) et (JM-IB) plutôt que dans les cas transgranulaires tels que (JM-T). Cependant, des régions « coincées » entre deux microfissures parallèles proches dans le cas du modèle (JM-TW) sont aussi de très bons candidats à l'apparition de telles zones mortes. Pour l'instant, la fraction volumique de ces zones mortes où $|\sigma_{xy}| < 10^{-2}$ reste trop faible pour pouvoir les caractériser géométriquement et mieux comprendre les distributions obtenues, et des simulations à fortes densités de microfissures sont requises.

8.4 Conclusion

La conclusion principale de ce paragraphe est que les modules élastiques diminuent systématiquement lorsque la densité de microfissures croît, indépendamment du type de microfissures considéré. En revanche, il en va tout autrement pour le coefficient de dilatation thermique volumique effectif, qui reste autour de sa valeur initiale de $1,5 \times 10^{-4} K^{-1}$ tant que les microfissures ne sont pas géométriquement corrélées avec l'orientation cristallographique locale, observation valable aussi bien dans le cas inter-granulaire transgranulaire. Ces conclusions viennent renforcer à nouveau le scénario établi pour le matériau à l'état initial : s'il contient des microfissures, celles-ci doivent alors nécessairement être *non-corrélées* avec la microstructure.

En ce qui concerne l'effet induit par des cycles thermiques, plusieurs conclusions peuvent être tirées. Tout d'abord, les deux seuls mécanismes d'endommagement pouvant expliquer la chute du coefficient de dilatation thermique pendant le refroidissement du matériau sont les microfissures transgranulaires dites « plan faible » (contenues dans le plan graphitique du cristal de TATB), et les microfissures intergranulaires d'orientation « corrélées » avec celle des grains qu'elles séparent.

Afin de fournir des éléments expérimentaux en faveur du scénario décrit ci-dessus, un échantillon de matériau a été refroidi à -100°C pendant 24 heures, puis ramené à température ambiante, coupé, poli, et observé au microscope électronique à balayage. La figure 8.17 est un exemple des résultats obtenus, dans laquelle certains des grains de TATB contiennent plusieurs fissures transgranulaires parallèles, ce qui est compatible avec le scénario de fissuration trans-granulaire plan faible que nous avons mis en évidence à l'aide des simulations. Ces observations sont trop exploratoires pour constituer une preuve. Des observations plus poussées sont menées actuellement, avec en particulier des comparaisons sur des échantillons non sollicités issus du même lot de fabrication. Notons à ce propos que si des microfissures se développent au cours du refroidissement de l'échantillon, elles doivent nécessairement se refermer une fois l'échantillon ramené à température ambiante, comme le suggère le fait que le matériau recouvre son coefficient de dilatation thermique volumique initial. Ceci explique en partie la finesse des microfissures observées et la difficulté à les repérer et les mettre en évidence. En particulier, le simple passage du faisceau d'électrons sur l'échantillon a suffi à réchauffer suffisamment l'échantillon pour que l'on puisse observer la fermeture de certaines de ces microfissures.

Qui plus est, les microfissures intergranulaires sont très difficile à discerner des joints de grains, ce qui empêche de conclure définitivement sur le type de microfissures incriminé. Le seul moyen de fournir des preuves définitives serait de réaliser des observations *in situ* au cours du refroidissement. De telles expériences sont actuellement en préparation.

Deuxièmement, l'endommagement observé à haute température (mais en dessous de la transition vitreuse du liant) ne peut être le résultat que d'un processus de microfissuration non corrélé, puisque celui-ci n'induit aucune variation du coefficient de dilatation thermique effectif. Un processus de microfissuration transgranulaire semble peu probable pour ces températures, pour lesquelles le liant se ramollit. Nous penchons plutôt pour un endommagement intergranulaire aléatoire.

Troisièmement, franchir la transition vitreuse du liant provoque une chute quasi-totale de la rigidité du liant, et peut même l'amener à fondre. Ainsi, d'un côté, le matériau n'est plus soumis à aucune contrainte, et la microfissuration transgranulaire n'est plus possible. D'un autre côté, la fusion du liant peut être interprétée comme une disparition des forces intergranulaires, le matériau se comportant alors comme s'il était entièrement doté de microfissures intergranulaires, ce qui revient à dire que l'on a atteint la percolation et que les modules élastiques sont quasiment nuls, tandis que le coefficient de dilatation thermique volumique augmente.

Evoquons pour terminer la question des données d'entrée décrivant le comportement du monocristal de TATB en dilatation thermique. Les travaux décrits plus haut ont utilisé les données de Sun *et al.* [52]. Mais si nous supposons que les données correctes sont celles de Kolb *et al.* [11], alors le polycristal parfait posséderait un coefficient de dilatation thermique volumique effectif d'environ $2.44 \times 10^{-4} K^{-1}$. Dans ce cas, et à la lumière des travaux ci-dessus, le matériau à l'état initial ne pourrait alors que contenir des microfissures corrélées, ce qui nécessiterait une forte densité de microfissures, et des propriétés élastiques effectives associées bien trop faibles. Dans l'état actuel de nos connaissances, un tel scénario est donc très peu probable. Il serait cependant utile de confirmer les données de Sun *et al.* [52], par de nouvelles mesures par diffraction X.

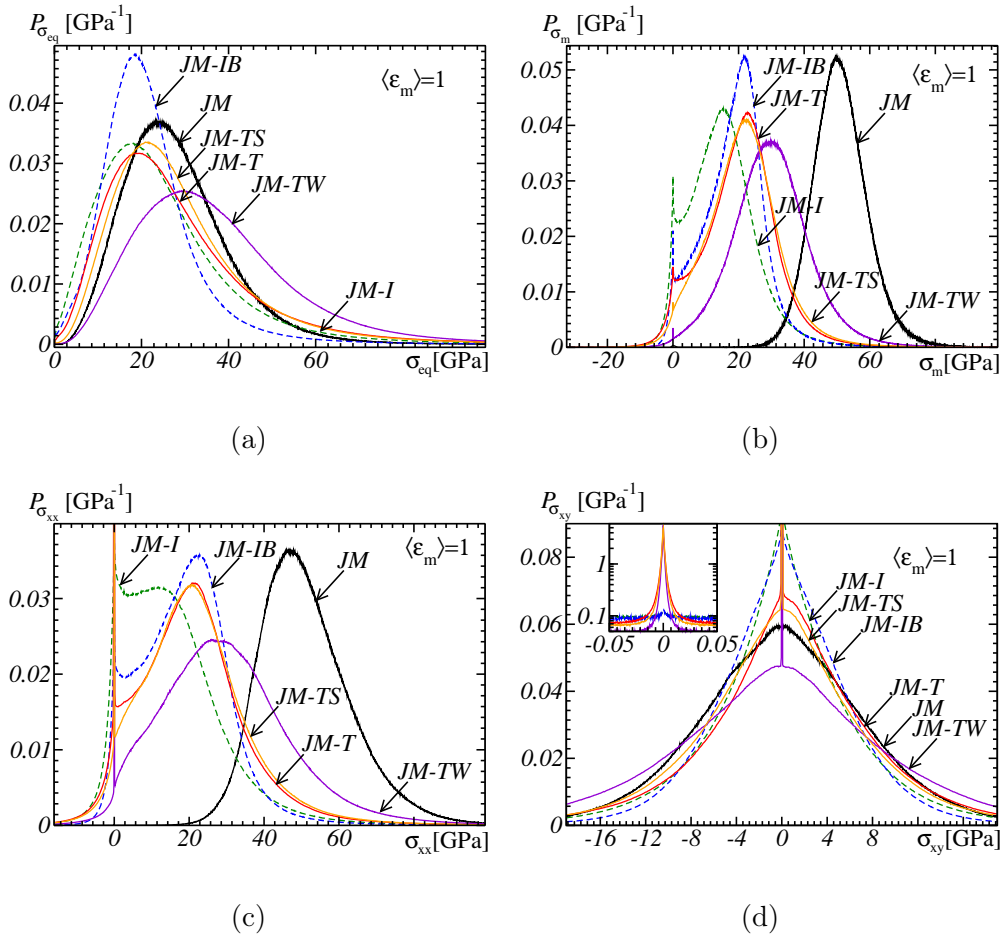


FIGURE 8.11 – Suite de la figure (8.10) : composante du champ de contrainte σ_{eq} (a), σ_m (b), σ_{xx} (c), σ_{xy} (d).

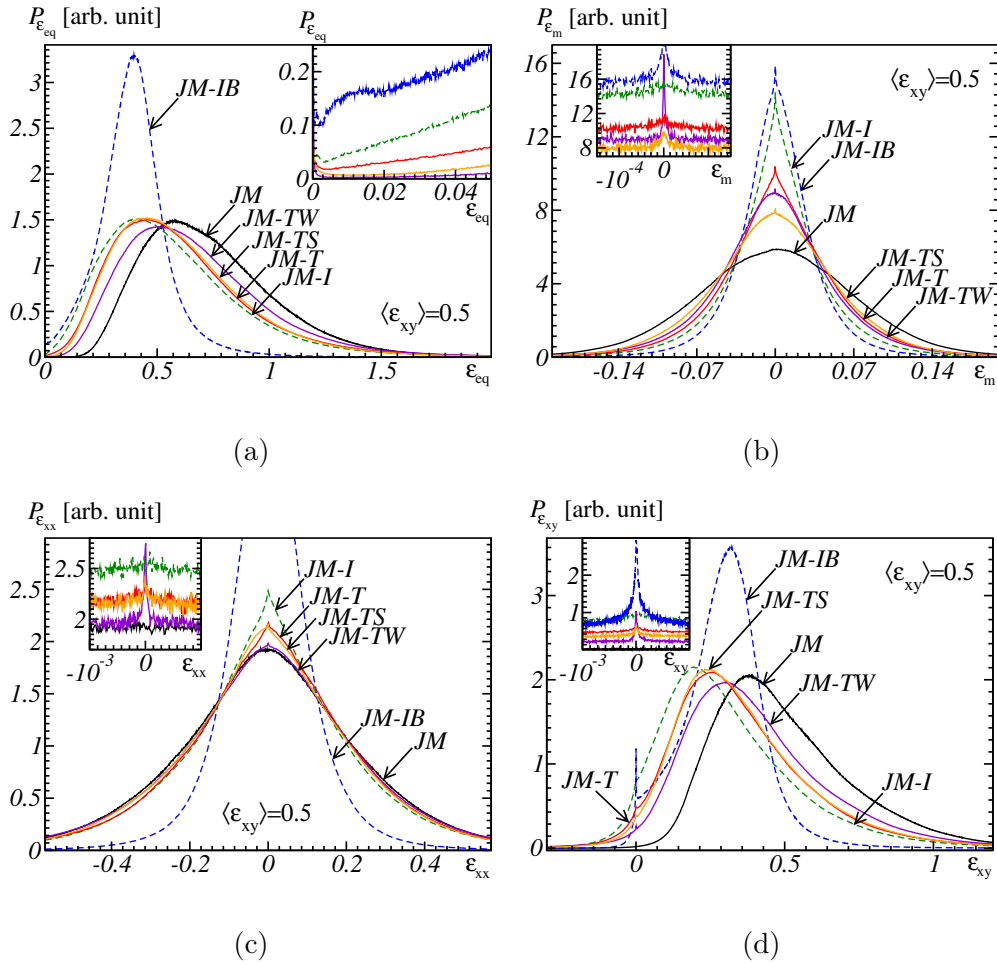


FIGURE 8.12 – Chargement en cisaillement : histogrammes des champs de déformation ε_{eq} (a), ε_m (b), ε_{xx} (c), ε_{xy} (d). pour une microstructure (JM). En noir : aucune fissure, ligne pointillée : microfissures intergranulaires dans des cristaux de TATB (en vert) ou dans une matrice (en bleu), traits pleins colorés : microfissures transgranulaires non-corrélées (rouge), plan faible (violet) et plan fort (orange). Insert : distribution des champs autour des singularités de Van Hove (seulement pour certains modèles de microstructures).

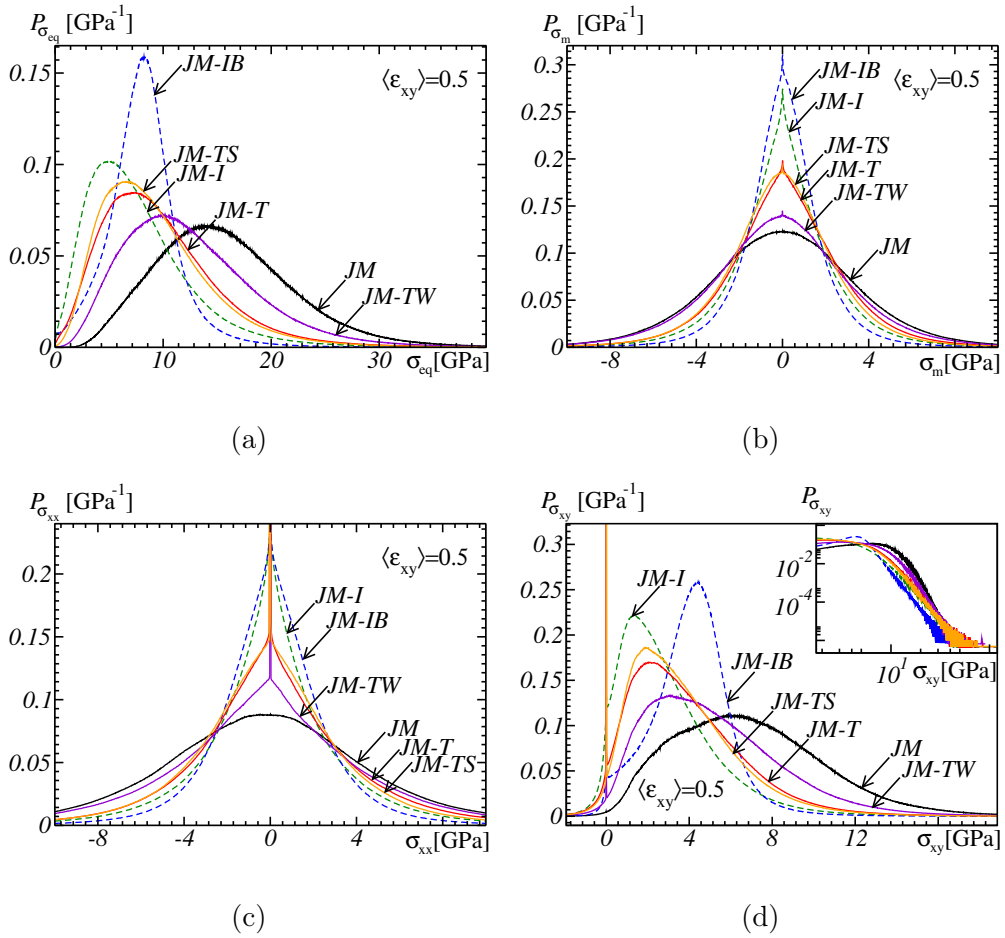


FIGURE 8.13 – Suite de la figure (8.12) : composantes en contrainte σ_{eq} (a), σ_m (b), σ_{xx} (c), σ_{xy} (d).

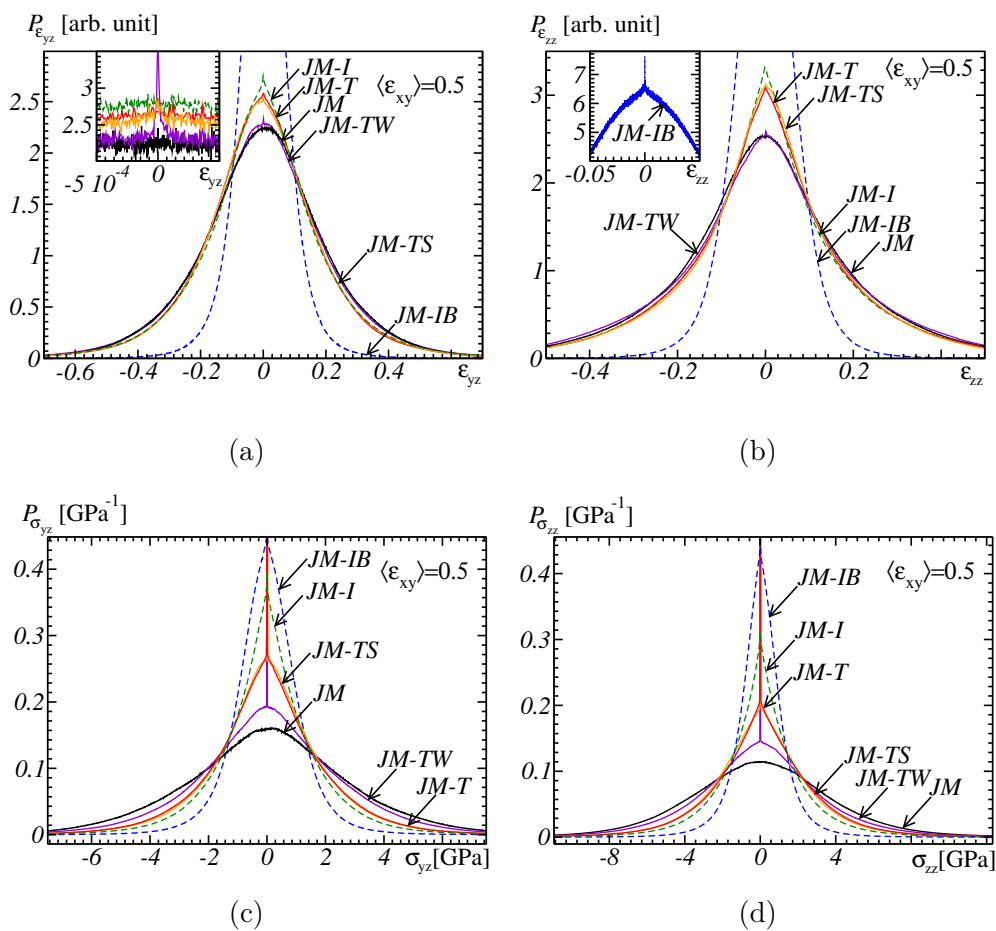


FIGURE 8.14 – Suite de la figure (8.13) : histogrammes en déformation et en contrainte, pour les composantes : ϵ_{yz} (a), ϵ_{zz} (b), σ_{yz} (c), σ_{zz} (d).

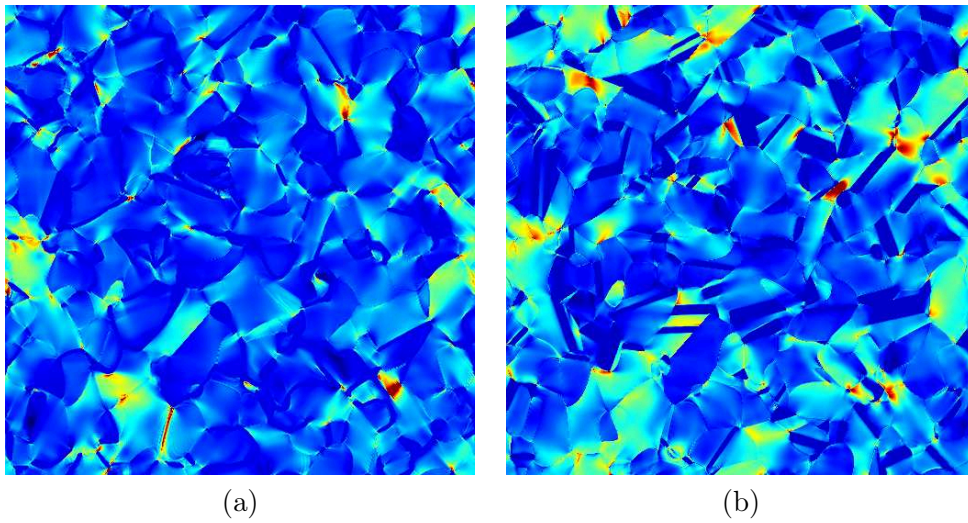


FIGURE 8.15 – Section 2D du champs de contraintes σ_{xy} dans le plan $(e_x; e_y)$ pour une structure de Johnson-Mehl avec fissure intergranulaire (JM-I, a) et des fissures transgranulaires “plan faible” (JM-TW, b) soumis à un chargement en déformation $\bar{\epsilon}_{xy} = 0.5$. Les champs sont représentés dans le plan (x,y) (voir la microstructure aux figure 7.19a et 8.2b). Afin de mieux visualiser le champ, 0.1% des valeurs extrêmes du champs ont été écrêtées (a) Bleu : $\sigma_{xy} \approx -2.4$ (plus faible valeur FFT : -9.4); Rouge : $\sigma_{xy} \approx 20.5$ (plus forte valeur FFT 45.0). (b) Bleu : $\sigma_{xy} \approx -1.8$ (plus faible valeur FFT : -10.0); Rouge : $\sigma_{xy} \approx 21.9$ (plus forte valeur FFT : 41.0).

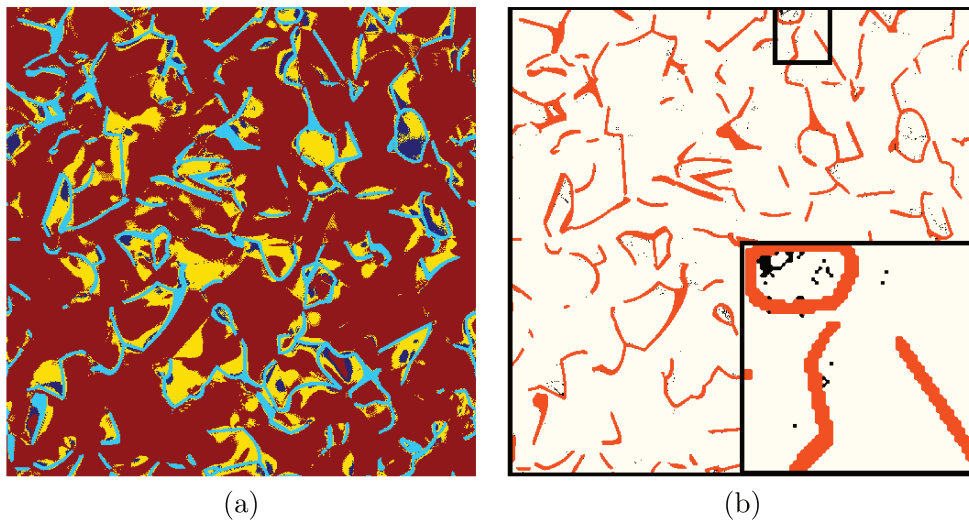


FIGURE 8.16 – Segmentation des différentes régions du champ σ_{xy} pour une structure de Johnson-Mehl (JM-I) (voir figure 8.15a). (a) : les fissures sont en cyan, les valeurs $\sigma_{xy} > 1$ en marron foncé, $0 < \sigma_{xy} < 1$ en jaune, $\sigma_{xy} < 0$ en bleu. (b) : fissures en orange, $|\sigma_{xy}| < 10^{-2}$ en noir ; $|\sigma_{xy}| > 10^{-2}$ en blanc (insert en bas à droite : zoom de la microstructure seuillée (x4)).

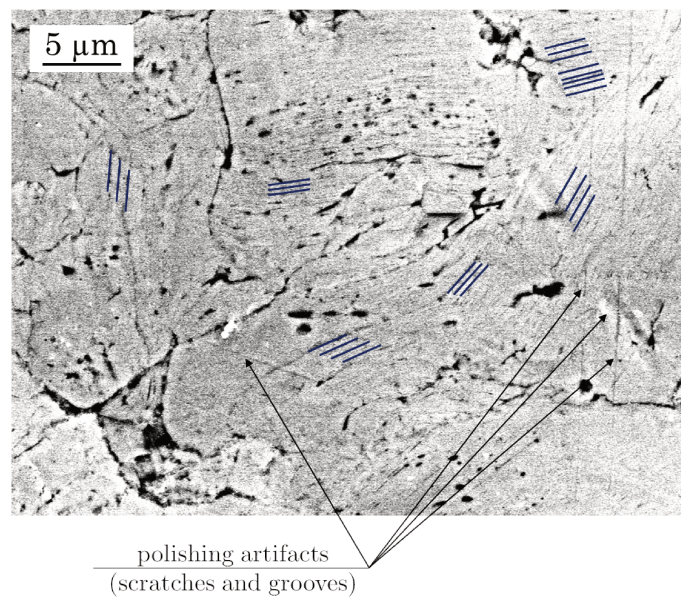


FIGURE 8.17 – Exemple d'une image MEB post-mortem sur un échantillon qui a subi un refroidissement à -100°C pendant 24 heures puis revenu à température ambiante. Remarquez les ensembles de fissures transgranulaires qui se dessinent légèrement, compatibles avec notre hypothèse de fissures dans le plan faible.

Chapitre 9

Conclusion

9.1 Bilan

L'objectif de cette thèse était de contribuer à mieux comprendre le comportement thermomécanique d'une classe de matériaux énergétiques, les explosifs comprimés à base de TATB, par l'étude des relations entre leur microstructure, leurs mécanismes physiques de déformation, et leur réponse macroscopique. La thèse s'est entre autres, focalisée sur l'interprétation du comportement macroscopique en dilatation thermique, connu pour être fortement irréversible.

Les travaux ont porté sur un matériau d'étude dont la réponse macroscopique était bien caractérisée, et dont les mécanismes de déformation étaient connus qualitativement. Ce matériau est un polycristal de TATB faiblement poreux, jointoyé par une faible fraction volumique d'un liant polymère. Sa microstructure n'était connue que partiellement, au travers d'investigations en microscopie optique et électronique à balayage, les tentatives d'imagerie tridimensionnelle à l'échelle du volume élémentaire représentatif n'ayant pas abouti à des images suffisamment contrastées.

Nous avons proposé une approche heuristique utilisant la combinaison d'une modélisation de la microstructure et des techniques d'homogénéisation en champs complets par méthodes de Fourier et en champs moyens par méthodes auto-cohérentes. La méthode a consisté à enrichir une microstructure de base de divers éléments microstructuraux, tels que le liant, la porosité ou des populations de microfissures, et à en déterminer les effets sur les propriétés thermoélastiques effectives à comparer, pour chaque étape de l'approche, avec les propriétés macroscopiques mesurées. Dans ce cadre méthodologique de « débroussaillage », nous avons décidé de nous limiter au cas macroscopiquement isotrope, et au domaine vitreux, quitte à relaxer ces contraintes ultérieurement.

La microstructure de base que nous avons choisie est le polycristal parfait de TATB, à grains homogènes et interfaces infiniment résistantes. Ce choix, qui implique de négliger porosité, liant, microfissures et d'autres défauts microstructuraux, considère que le mécanisme fondamental à prendre en compte est l'anisotropie de comportement des

grains, particulièrement forte pour le cristal de TATB. Pour représenter le polycristal, nous avons retenu une partition de l'espace dérivée du modèle de Johnson-Mehl, et le modèle classique de Voronoï, que nous avons identifiés par optimisation à l'aide d'outils de morphologie mathématique.

Les simulations en champs complets sur polycristal parfait ont montré une forte surestimation des modules élastiques effectifs, mais ont délivré une excellente évaluation des propriétés effectives de dilatation thermique. Bien que surprenants au premier abord, ces résultats ont pu être validés à l'aide de bornes et d'estimations analytiques issues de la littérature, notamment grâce à l'approximation de symétrie hexagonale, dont le cristal triclinique du TATB se rapproche fortement. Sans surprise, ces résultats sont très peu sensibles au détail morphologique de la microstructure. Par ailleurs, on a montré que le coefficient de dilatation thermique effectif du polycristal est nettement inférieur à celui du monocristal de TATB. Ce point, qui avait déjà été soulevé dans la littérature pour le TATB et pour le graphite, est dû à la très forte anisotropie de dilatation du cristal de TATB. Dans un contexte polycristallin d'orientations aléatoires, cela engendre des contraintes internes qui s'opposent partiellement à la dilatation thermique des grains, et réduit donc la dilatation macroscopique.

À ce stade de la thèse, il s'agissait donc désormais de comprendre pourquoi seuls les modules élastiques effectifs sont surestimés, en examinant l'impact de divers éléments microstructuraux, de façon à améliorer notre compréhension de l'état initial du matériau étudié. Il apparaît d'abord que si les modules élastiques effectifs réels sont beaucoup plus faibles que ceux du polycristal parfait, c'est qu'il existe un mécanisme d'inhibition partielle de la transmission des contraintes au sein du matériau. Restait à déterminer lequel.

Compte tenu du manque de données expérimentales, l'évaluation des rôles de la porosité et du liant nous a conduit à faire des hypothèses morphologiques fortes. D'une part, nous avons représenté les porosités comme des sphères de taille très petite par rapport à celle des grains de TATB. D'autre part, nous avons supposé que le liant enrobe tous les grains, formant ainsi une matrice continue de faible épaisseur, et agissant alors comme un réducteur de transmission de contrainte au travers des joints de grains. La résistance des interfaces grain-liant a été conservée infinie, permettant d'évaluer le rôle d'une interface « molle » sur les propriétés effectives du milieu.

L'épaisseur de liant étant inférieure à celle du voxel de simulations de taille raisonnable, cette étude a été conduite en faisant appel au concept d'interface imparfaite de type « molle », qui conduit à voir le liant comme une interphase dont les propriétés sont modulées par l'épaisseur. Sans être complètement négligeables, les rôles de la porosité et de l'élasticité du liant se sont avérés modestes, et ne permettent pas de retrouver les propriétés macroscopiques du matériau réel.

Il fallait donc invoquer un mécanisme inhibiteur plus efficace, et nous avons cherché à évaluer l'effet de populations de microfissures ouvertes, comme l'avait suggéré l'analyse

de l'essai de compression hydrostatique cyclique. Les résultats précédents montrent que l'hypothèse du liant vu comme matrice continue enrobant totalement les grains n'est pas valide. Il s'ensuit que le liant n'est pas présent partout, ce qui revient à considérer la présence de microfissures intergranulaires. Cependant, les images disponibles de la microstructure faisant état de (rares) microfissures transgranulaires, nous avons résolu d'étudier les deux mécanismes conjointement.

À notre connaissance, l'étude de structures microfissurées n'avait jamais été menée par FFT. Nous avons donc procédé à un certain nombre de validations, en représentant les microfissures (ouvertes) par des porosités planes d'épaisseur finie. La comparaison de résultats de simulations par FFT avec des résultats analytiques et des calculs par éléments finis ont d'abord permis de montrer que les méthodes FFT sont capables de décrire les champs singuliers en pointe de fissure avec un excellent degré d'approximation. On a ensuite montré qu'une microfissure discrétisée par une porosité d'épaisseur inférieure à deux voxels peut transmettre des contraintes, ce qui représente un important artefact. Enfin, une microfissure discrétisée par une porosité trop épaisse conduit à une réduction de modules effectifs proportionnelle à l'épaisseur, ce qui constitue également un artefact. Ces résultats ont permis de situer les conditions opératoires de l'étude.

À ce stade des travaux, il n'était pas envisageable d'utiliser un modèle de microfissuration. Nous avons en conséquence opté pour une étude paramétrique en thermoélasticité en faisant varier la densité de microfissures, dont l'objectif était d'évaluer la nature et la densité d'une population de microfissures permettant de restituer les propriétés thermoélastiques macroscopiques mesurées. À cet effet, nous avons généré des microstructures polycristallines dans lesquels des familles de microfissures étaient distribuées aléatoirement en position et en orientation, et n'étaient pas corrélées aux orientations cristallographiques des grains.

La quantification de la densité de microfissures est un point délicat. Dans le présent contexte d'endommagement isotrope, nous avons opté pour la mesure proposée par Budiansky et O'Connell [39]. Les simulations ont montré que seule une population de microfissures intergranulaires permet de recouvrer à la fois les modules de compressibilité et de cisaillement effectifs. Elles ont également montré que le coefficient de dilatation thermique effectif n'est pratiquement pas altéré. On en déduit qu'à l'état initial, le matériau contient vraisemblablement une population de microfissures intergranulaires aléatoire non corrélée, dont la densité a été évaluée à 0,2 environ. Cette population est à attribuer au processus de fabrication, et pourrait en particulier être dû à une mauvaise adhésion du liant sur le TATB.

Cette étude a également produit d'autres résultats. D'abord, le seuil de percolation est atteint pour une densité de microfissures intergranulaires d'environ 0,5, mais il n'a pas pu être atteint pour le cas transgranulaire. La percolation se traduit évidemment par une chute totale des modules élastiques, mais aussi par une importante augmentation du coefficient de dilatation thermique effectif, qui peut aller jusqu'à excéder celui du monocristal. L'étude correspondante des champs locaux n'a pas pu être menée à son

terme, mais elle constitue un domaine d'étude particulièrement vaste et prometteur. Ensuite, les modèles auto-cohérents disponibles ne permettaient pas de retrouver les résultats numériques, ce qui est dû à l'interférence de l'anisotropie cristalline et de l'hétérogénéité locale des propriétés thermoélastiques d'une part, à la non séparation des échelles entre grains et microfissures d'autre part. Un nouveau modèle a été construit pour surmonter ces deux obstacles, mais ne donne de bons résultats que dans le cas transgranulaire. Même si ce modèle ne fournit pas de prédictions très précises dans certains cas, il respecte néanmoins les tendances indiquées par la simulation, ce qui en fournit une validation partielle.

Ayant proposé une vision de l'état initial du matériau, nous nous sommes tournés vers l'endommagement induit par une sollicitation macroscopique. Pour des raisons de temps, nous avons décidé de nous cantonner à l'endommagement isotrope, ce qui limite le domaine d'investigations aux sollicitations thermiques. En particulier, le cas de cycles thermique à basse température se traduit par une baisse notable du coefficient de dilatation thermique, selon un processus macroscopique qui suggère un mécanisme de microfissuration au refroidissement et de refermeture des microfissures au chauffage. Il s'agissait donc de suggérer un mécanisme de dégradation du coefficient de dilatation thermique macroscopique.

Nous avons utilisé la formule de Hashin [84] pour guider notre démarche. Celle-ci prédit, pour le TATB, une chute de coefficient de dilatation lorsque l'anisotropie élastique augmente, ce qui revient à introduire des microfissures dans les plans graphitiques du TATB. Sur cette base de réflexion, nous avons proposé d'examiner des scénarios pour lesquels l'orientation des microfissures est corrélée aux directions cristallographiques du grain qui les contient, pour le cas transgranulaire, ou des grains adjacents, pour le cas intergranulaire.

Les simulations montrent effectivement que ce principe permet d'interpréter les résultats dilatométriques obtenus à froid. Parmi les scénarios proposés, la microfissuration transgranulaire dans le plan graphitique du TATB semble la plus vraisemblable. De plus, cette interprétation appliquée aux résultats à chaud suggère un mécanisme de microfissuration intergranulaire non corrélée. Invoquer deux mécanismes distincts n'est pas choquant a priori, compte tenu de la grande différence des manifestations observées à haute et à basse température.

L'ensemble de ces résultats illustre la force de l'approche micromécanique combinée avec la méthodologie heuristique. Nous avons proposé un certain nombre d'outils permettant d'interpréter les données disponibles, qu'il restera à valider expérimentalement. Les travaux décrits dans cette thèse se sont limités au cadre thermoélastique linéaire, faute de temps pour choisir, identifier et mettre en œuvre un modèle de microfissuration. La confrontation entre expérience et simulation s'est donc limitée aux modules thermoélastiques macroscopiques, et les champs locaux n'ont été étudiés que ponctuellement. Les travaux futurs s'intéresseront à des mécanismes dissipatifs, la plupart à seuil, dont le déclenchement sera essentiellement piloté par les valeurs maximales locales des champs,

dont l'étude deviendra de ce fait centrale.

9.2 Perspectives

Cette thèse a fonctionné sur la base d'allers et retours incessants entre expérience et simulation, la première permettant de nourrir la seconde en validant ou non les hypothèses faites à chaque étape de l'étude. Les perspectives ouvertes par cette thèse sont doubles. D'une part, tout un pan de savoir expérimental manque, qu'il serait intéressant d'approfondir afin de valider définitivement les scénarios proposés, et il reste un grand nombre d'idées à explorer. D'autre part, cette thèse a ouvert la porte au processus de microfissuration, dont il est maintenant nécessaire de décrire l'évolution, tout comme les autres processus irréversibles, de viscoélasticité et de plasticité notamment, qui n'ont fait l'objet que d'une brève étude exploratoire dans le liant.

9.2.1 Du côté expérimental

En premier lieu, et pour rester dans l'esprit du chapitre 8, il serait souhaitable de réaliser des expériences analogues à celle de la figure 2.5 à froid, ce qui permettrait d'ajouter des mesures de modules élastiques effectifs aux mesures faites en dilatométrie et de réaliser une confrontation thermoélastique complète du scénario proposé. Dans le même ordre d'idées, et pour préparer les travaux ultérieurs, on propose de réaliser des expériences de compression simple suivies de mesures de dilatométrie dans plusieurs directions, afin de corrélérer l'effet d'un endommagement anisotrope sur les propriétés élastiques et de dilatation thermique.

Sur un plan plus général, il faut rappeler que les données d'entrée relatives au comportement thermoélastique du monocristal de TATB qui ont été employées dans ce travail sont issues de la littérature. Le TATB étant très peu soluble dans les solvants connus, il est très difficile de faire croître un cristal de TATB de bonne qualité pour en étudier les propriétés mécaniques. De ce fait, les données élastiques disponibles ont été obtenues par calcul atomistique. Il paraît donc important d'acquérir de nouvelles données par voie expérimentale, au minimum pour valider les valeurs existantes des modules d'élasticité ou estimer leur incertitude. Les données de dilatation thermique sont très peu nombreuses et incohérentes entre elles. Nous avons proposé de retenir un jeu de valeurs préférentiellement à l'autre, mais il serait préférable de procéder à de nouvelles mesures sur le matériau d'étude.

On a vu que l'étude de la porosité et du liant ont nécessité le recours à des hypothèses morphologiques. Il serait très utile d'étudier ces détails de la microstructure, notamment pour préciser la forme des pores, dont on sait qu'ils sont partiellement remplis de liant. Notons par ailleurs que la présence de porosités, même pleines de liant, peut constituer des amorces de fissures dans les grains, jouant ainsi un rôle potentiellement non négligeable sur la microfissuration intra- et transgranulaire.

Pour ce qui concerne le liant, il sera toujours difficile d'identifier à coup sûr l'absence de liant à certains joints de grains. C'est pourquoi il est préférable de réaliser des expériences mécaniques sous microscope, optique aussi bien qu'électronique. À très faible niveau de chargement, l'ouverture de microfissures permettrait d'identifier les joints dépourvus de liant.

Les mêmes expériences à plus forts niveaux de charge permettraient obtenir des champs de déplacement locaux par corrélation d'images. Bien sûr, la comparaison directe des champs mesurés et calculés n'est pas possible, et il faudra recourir à une comparaison statistique, dont les modalités restent à définir.

Pour l'ensemble des travaux décrits dans ce mémoire, l'orientation cristallographique des grains de TATB a été définie par tirage aléatoire uniforme sur la sphère unité. Il serait très intéressant de procéder à des analyses par diffraction d'électrons rétro-diffusés (EBSD), au moins pour vérifier ce caractère aléatoire sur une section plane du matériau. Toutefois, de telles analyses sont compliquées par le caractère réactif du matériau considéré, ce qui nécessite un réglage fin des conditions d'observation.

Ce qui précède peut se généraliser au cas tridimensionnel. La microtomographie de laboratoire fait actuellement de gros progrès, et le recours à un synchrotron permettrait des observations de haute qualité et à plusieurs résolutions en microtomographie et en microdiffraction X.

Pour terminer, deux aspects microstructuraux ont été totalement écartés de la présente thèse. Il s'agit d'abord des bandes de déformation observées en microscopie optique (voir la figure 2.1). Elles témoignent du processus de déformation plastique subie par les grains durant la mise en forme du matériau. Ce processus devra être pris en compte dans les travaux futurs (voir plus bas). Cependant, la littérature ne porte trace d'aucune référence portant sur la plasticité du TATB. Des travaux fondamentaux sont actuellement en cours au Département de Physique Théorique et Appliquée du CEA, dans le cadre de la thèse de Paul Lafourcade [59], et devraient être poursuivis. En second lieu, on a jusqu'ici négligé la double échelle de la microstructure du matériau étudié. On a mentionné au chapitre 2 le fait que le matériau est granulé en « billes » millimétriques avant son pressage. Or, comme le montre la figure 2.3, le matériau en garde trace, sous la forme de « granulés vestigiaux ». Etant donné la taille millimétrique de ces granulés, une caractérisation microstructurale à grande échelle est requise, de même qu'une étude approfondie de la structure de ces granulés.

9.2.2 Du côté de l'investigation numérique

Comme on l'a dit plus haut, cette thèse a adopté une démarche de compréhension, pour laquelle le réalisme des microstructures simulées n'a pas été privilégié. De ce fait, de nombreuses pistes se dessinent, parmi lesquelles on peut distinguer des travaux destinés à compléter les résultats obtenus, et des travaux destinés à améliorer la représentativité

des simulations. Dans le premier de ces deux axes, la prise en compte des petits grains et de la rugosité des grains ont été laissées de côté. Ces deux aspects peuvent avoir leur importance, dans la mesure où nous savons désormais que les interfaces ont un rôle important, et que les petits grains se localisent souvent le long des joints ou aux points triples.

D'un autre côté, la prise en compte de la présence de granulés vestigiaux apparaît plus ardue sous deux aspects. D'une part, elle nécessite une caractérisation de la distribution spatiale des granulés vestigiaux, ainsi qu'une caractérisation de l'hétérogénéité de distribution de la porosité, du liant et des orientations géométriques et cristallographiques des grains au sein de chaque granulé. D'autre part, les simulations conduites dans cette thèse ont principalement porté sur des volumes élémentaires submillimétriques, qui représentaient déjà de l'ordre du quart de milliards de degrés de liberté. Prendre en compte un volume élémentaire de plusieurs millimètres, même en réduisant la résolution, implique des centaines de milliards de degrés de liberté au minimum, ce qui nécessiterait d'une part le recours à des super-ordinateurs, d'autre part des quantités énormes de mémoire vive. Il serait de ce fait préférable d'adopter une stratégie alternative, qui pourrait passer par une homogénéisation préalable du comportement des granulés vestigiaux.

Avant d'envisager de tels développements, d'autres étapes intermédiaires sont envisageables. D'une part, les divers éléments microstructuraux ont tous été considérés séparément. En l'état actuel de nos connaissances, et sans préjuger des futurs développements expérimentaux, une représentation améliorée de la microstructurale prenant en compte à la fois le polycristal et la population de microfissures induites par la mise en forme semble à portée de mains, et la porosité et le liant pourraient éventuellement y être ajoutés.

De même, les scénarios proposés se sont basés sur des volumes élémentaires de relativement basse résolution, et sur des résultats de simulation obtenus sur un faible nombre de réalisations. Ces deux aspects pourraient être améliorés, mais seulement au prix d'une augmentation significative de la charge de calcul. Il faut donc y réfléchir à deux fois dans le cadre d'une future thèse.

Comme on l'a dit plus haut, cette thèse s'est cantonnée au domaine linéaire d'une part, au domaine vitreux et de faible triaxialité des contraintes d'autre part. Une première façon d'élargir le domaine d'investigations pourrait consister à réitérer l'étude du rôle des populations de microfissures en relaxant l'hypothèse d'isotropie macroscopique. L'un des intérêts potentiels d'une telle étude pourrait résider dans l'étude de la définition de variables d'endommagement anisotrope adaptées à un emploi dans des modèles d'endommagement macroscopiques.

À court terme, cependant, il semble préférable d'entreprendre la modélisation de l'évolution de l'endommagement, qui autoriserait de tels travaux, tout en décrivant la dégradation progressive du matériau. Un modèle tel que celui proposé par Miehe *et*

al. [138], qui présente bon nombre d'avantages, comme celui de décrire l'apparition de microfissures aussi bien que leur propagation, de prendre en compte l'effet unilatéral, et de ne pas risquer d'instabilités numériques, a été envisagé dans cette thèse. Le projet a dû être abandonné, faute de temps, du fait qu'il aurait été nécessaire d'étendre le modèle en présence d'anisotropie locale. Le choix d'un modèle de ce type permettrait également de sortir du domaine des faibles triaxialités, en décrivant la refermeture progressive des microfissures.

La deuxième voie d'extension du domaine d'investigations est la prise en compte de la plasticité cristalline du TATB. Elle présente d'abord l'intérêt de déterminer si ce nouveau mécanisme se produit ou non dans les conditions ordinaires de basse triaxialité des contraintes. Il est d'autre part évident qu'une compétition est nécessairement à l'œuvre entre microfissuration et plasticité, dès lors que le niveau de triaxialité augmente, comme le suggèrent les résultats de compression triaxiale (voir la figure 2.6). Qui plus est, la plasticité est invoquée lors du processus de mise en forme (voir la figure 2.1), ce qui permet d'envisager sa prise en compte à terme.

Enfin, la troisième voie d'extension concerne les hautes températures. Le premier mécanisme à prendre en compte est la viscoélasticité du liant, actuellement en cours de caractérisation expérimentale. Il semble raisonnable, dans un premier temps, de traiter ce nouveau mécanisme en régime établi, de façon à comparer directement les spectres de relaxation du liant et du matériau. Le second mécanisme à prendre en compte est l'effet de la fusion du liant, qui conduit expérimentalement à un coefficient de dilatation thermique macroscopique très élevé, qui n'a pas encore pu être interprété.

Comme on le voit, les perspectives ne manquent pas. Comme l'illustre la démarche adoptée dans cette thèse, la complexité du matériau et de son comportement impose de définir une stratégie d'approche prudente. A court et moyen termes, les choix les plus prometteurs semblent concerner la prise en compte de l'évolution de la microfissuration et de la plasticité cristalline.

Annexe A

Propriétés thermiques d'un milieu poreux contenant du liant

Fraction de liant (%)	α^* ($10^{-4}K^{-1}$)
0,0000	1,4785
0,5000	1,4740
1,0000	1,4695
1,5000	1,4651
2,0000	1,4606
2,5000	1,4562
3,0000	1,4517
3,5000	1,4473
4,0000	1,4429
4,5000	1,4385
5,0000	1,4341
5,5000	1,4297
6,0000	1,4254
6,5000	1,4210
7,0000	1,4167
7,5000	1,4124
8,0000	1,4080
8,5000	1,4037
9,0000	1,3994
9,5000	1,3952
10,0000	1,3909

TABLE A.1 – Résultat de l'estimation auto-cohérente des propriétés thermique d'un matériau multiphasique contenant diverses proportions de liant, sans aucune porosité.

Fraction de porosité (%)	α^* ($10^{-4}K^{-1}$)
0	1.4785
1	1.4852
2	1.4919
3	1.4986
4	1.5052
5	1.5119
6	1.5185
7	1.5251
8	1.5317
9	1.5382
10	1.5447
12	1.5577
14	1.5705
16	1.5831
18	1.5955
20	1.6078
22	1.6198
24	1.6315
25	1.6373
30	1.6652
35	1.6913
40	1.7153
45	1.7373
50	1.7572

TABLE A.2 – Résultat de l'estimation auto-cohérente des propriétés thermique d'un matériau multiphasique contenant diverses proportions de porosité, mais aucun liant.

Fraction de liant (%)	α^* ($10^{-4}K^{-1}$)
1	1.4903
2	1.4852
3	1.4800
4	1.4747
4.5	1.4720
5	1.4693
6	1.4637
7	1.4581
8	1.4524
9	1.4467

TABLE A.3 – Résultat de l'estimation auto-cohérente des propriétés thermique d'un matériau multiphasique contenant diverses proportions de porosité, mais aucun liant.

Fraction de porosité (%)	α^* ($10^{-4}K^{-1}$)
0	1.4572
1	1.4631
2	1.4690
2.5	1.4720
3	1.4749
4	1.4808
5	1.4866

TABLE A.4 – Résultat de l'estimation auto-cohérente des propriétés thermique d'un matériau multiphasique contenant 4.5% de liant, et diverses fractions de porosité.

Bibliographie

- [1] W. R. Blumenthal, G. T. Gray, D. J. Idar, M. D. Holmes, P. D. Scott, C. M. Cady, D. D. Cannon, Influence of temperature and strain rate on the mechanical behavior of pbx 9502 and kel-f 800, in : Proc. Shock Compression of Condensed Matter, Snowbird (UT), USA, 1999.
- [2] D. G. Thompson, R. Deluca, G. W. Brown, Time-temperature analysis, tension and compression in pbxs, *J. Energetic Mat.* 30 (4) (2012) 299–323.
- [3] F. D. Murnaghan, Finite deformation of elastic solids., John Wiley and sons, New York, USA, 1951.
- [4] H. F. Rizzo, J. R. Humphrey, J. R. Kolb, Growth of 1,3,5-triamino-2,4,6- trinitrobenzene. ii. control of growth by use of high t_g polymeric binders., *Prop. Expl.* 6 (1981) 27–36.
- [5] J. C. Dallman, J. Wackerle, Temperature-dependent shock initiation of tatb-based high explosives., in : Proc. 10th Int. Symp. on Detonation, Boston (MA), USA., 1993.
- [6] P. A. Urtiew, C. M. Tarver, J. L. Maienschein, W. C. Tao, Effect of confinement and thermal cycling on the shock initiation of lx-17., *Combustion & Flame* 105 (1996) 43–53.
- [7] J. W. Forbes, C. M. Tarver, P. A. Urtiew, F. Garcia, The effect of confinement and temperature on the shock sensitivity of solid explosives., in : Proc. 11th Int. Symposium on Detonation, Snowmass (CO), USA., 1998.
- [8] R. N. Mulford, J. A. Romero, Sensitivity of the tatb-based explosive pbx-9502 after thermal expansion., in : Proc. Shock Compression of Condensed Matter 1997 (Schmidt, Dandekar, Forbes eds)., 1998.
- [9] R. Belmas, L. Gautier, C. David, D. Picart, C. Le Gallic, P. Lambert, Preheating sensitization of a tatb composition part three : Sensitization for various stimuli, interpretation and conclusions, *Prop. Expl. Pyrotech.* 30 (2) (2005) 101–104.
- [10] Mulford, D. C. R. N., Swift, Sensitivity of pbx-9502 after ratchet growth., in : Proc. Shock Compression of Condensed Matter 2011 (Elert, Buttler, Borg, Jordan, Vogler eds)., 2011.

- [11] H. F. Rizzo, J. R. Humphrey, J. R. Kolb, Growth of 1, 3, 5-triamino-2, 4, 6-trinitrobenzene (tatb). ii. control of growth by use of high tg polymeric binders, *Prop. Expl. Pyrotech.* 6 (2) (1981) 27–36.
- [12] B. Cunningham, R. Weese, P. Lewis, P. Harwood, T. Tran, Cte and ratchet growth measurements on lx17-1 and constituents, *Tech. Rep. UCRL-JC-147447*, Lawrence Livermore National Lab., CA (USA).
- [13] D. G. Thompson, G. W. Brown, R. DeLuca, S. Hagelberg, Pbx 9502 ratchet growth experiments on a dilatometer., in : *Proc. 28th Compatibility, Aging and Stockpile Stewardship Conf.*, Albuquerque (NM), USA., 2009.
- [14] P. C. Souers, P. Lewis, M. Hoffmann, B. Cunningham, Thermal expansion of lx-17, pbx 9502, and ultrafine tatb., *Propellants, Explos. Pyrotech.* 36 (4) (2011) 335–340.
- [15] D. G. Thompson, R. DeLuca, G. W. Brown, M. L. Sandstrom, S. I. Hagelberg, A. M. Giambra, Ratchet growth experiments on tatb and pbx 9502., in : *Proc. Shock Compression of Condensed Matter*, (Elert, Buttler, Borg, Jordan, Vogler eds), Chicago (IL), USA., 2011.
- [16] J. L. Maienschein, F. Garcia, Thermal expansion of tatb-based explosives from 300 to 566 k., *Thermochimica Acta* 384 (2002) 71–83.
- [17] C. B. Skidmore, T. A. Butler, C. W. Sandoval, The elusive coefficient of thermal expansion of pbx 9502., *Tech. Rep. LA-14003*, Los Alamos National Laboratory, USA. (2003).
- [18] T. M. Willey, T. van Buuren, J. R. I. Lee, G. E. Overturf, J. H. Kinney, J. Handly, B. L. Weeks, J. Ilavsky, Changes in pore size distribution upon thermal cycling of tatb-based explosives measured by ultra-small angle x-ray scattering., *Prop. Expl. Pyrotech.* 31 (2006) 466–471.
- [19] D. M. Willey, T. M. and Hoffman, T. van Buuren, L. Lauderbach, R. H. Gee, A. Maiti, G. E. Overturf, L. E. Fried, J. Ilavsky, The microstructure of tatb-based explosive formulations during temperature cycling using ultra-small-angle x-ray scattering., *Prop. Expl. Pyrotech.* 34 (2009) 406–414.
- [20] T. M. Willey, G. E. Overturf, Towards next generation tatb-based explosives by understanding voids and microstructure from 10 nm to 1 cm, in : *Proc. 40th International Conference of the Fraunhofer Institute for Chemical Technology : Energetic Materials : Characterization Modelling, and Validation*, 2009.
- [21] D. G. Thompson, G. W. Brown, B. Olinger, J. T. Mang, B. Patterson, R. DeLuca, S. Hagelberg, The effects of tatb ratchet growth on pbx 9502., *Prop. Expl. Pyrotech.* 35 (2010) 507–513.
- [22] T. M. Willey, L. Lauderbach, F. Gagliardi, B. Cunningham, K. T. Lorenz, J. R. I. Lee, T. van Buuren, R. Call, L. Landt, G. Overturf, Comprehensive characterization of voids and microstructure in tatb-based explosives from 10 nm to 1cm :

- effects of temperature cycling and compressive creep., in : Proc. 14th Int. Symp. on Detonation, Coeur d'Alene (ID), USA., 2010.
- [23] H. Zhang, J. Xu, Y. Liu, H. Huang, J. Sun, Effects of crystal quality and preferred orientation on the irreversible growth of compact tatb cylindrical explosives., *AIP Adv.* 3 (2013) 092101.
- [24] D. G. Thompson, R. B. Schwarz, G. W. Brown, R. DeLuca, Time-evolution of tatb-based irreversible thermal expansion (ratchet growth)., *Prop., Expl. Pyrotech.* 40 (2015) 558–565.
- [25] R. H. Gee, A. Maiti, L. E. Fried, Mesoscale modeling of irreversible volume growth in powders of anisotropic crystals, *Appl. Phys. Lett.* 90 (25) (2007) 254105.
- [26] A. Maiti, R. H. Gee, D. M. Hoffman, L. E. Fried, Irreversible volume growth in polymer-bonded powder systems : Effects of crystalline anisotropy, particle size distribution, and binder strength., *J. Appl. Phys.* 103 (2008) 053504.
- [27] D. J. Luscher, M. A. Buechler, N. Miller, Self-consistent modeling of the influence of texture on thermal expansion in polycrystalline tatb., *Modelling Simul. Mater. Sci. Engng.* 22 (2015) 075008.
- [28] J. G. Berryman, Bounds and self-consistent estimates for elastic constants of random polycrystals with hexagonal, trigonal, and tetragonal symmetries, *J. Mech. Phys. Solids* 53 (10) (2005) 2141–2173.
- [29] A. Hrennikoff, Solution of problems of elasticity by the framework method, *J. Appl. Mech.* 8 (4) (1941) 169–175.
- [30] R. W. Clough, The finite element method in plane stress analysis.
- [31] H. Moulinec, P. Suquet, A fast numerical method for computing the linear and non linear mechanical properties of the composites., *C.R. Acad. Sci. II* 318 (1994) 1417–1423.
- [32] D. J. Eyre, G. W. Milton, A fast numerical scheme for computing the response of composites using grid refinement, *Eur. J. Phys. : Appl. Phys.* 6 (1) (1999) 41–47.
- [33] J.-C. Michel, H. Moulinec, P. Suquet, A computational scheme for linear and non-linear composites with arbitrary phase contrast, *Int. J. Numer. Methods Engrg.* 52 (1-2) (2001) 139–160.
- [34] F. Willot, Fourier-based schemes for computing the mechanical response of composites with accurate local fields, *C. R. Méc.* 343 (3) (2015) 232–245.
- [35] A. Prakash, R. A. Lebensohn, Simulation of micromechanical behavior of polycrystals : Finite Elements versus Fast Fourier Transforms, *Model. Simul. Mat. Sci. Engrg.* 17 (6) (2009) 064010.
- [36] R. A. Lebensohn, Y. Liu, P. Ponte-Castaneda, On the accuracy of the self-consistent approximation for polycrystals : comparison with full-field numerical simulations, *Acta Mater.* 52 (18) (2004) 5347–5361.

- [37] M. Kachanov, Effective elastic properties of cracked solids : critical review of some basic concepts, *Appl. Mech. Rev.* 45 (8) (1992) 304–335.
- [38] A. Hoenig, Elastic moduli of a non-randomly cracked body, *Int. J. Solids Struct.* 15 (2) (1979) 137–154.
- [39] B. Budiansky, R. J. O’Connell, Elastic moduli of a cracked solid, *Int. J. Solids Struct.* 12 (2) (1976) 81–97.
- [40] V. V. Tvardovsky, Further results on rectilinear line cracks and inclusions in anisotropic medium, *Theor. Appl. Frac. Mech.* 13 (3) (1990) 193–207.
- [41] L. Delannay, P. Yan, J. F. B. Payne, N. Tzelepi, Predictions of inter-granular cracking and dimensional changes of irradiated polycrystalline graphite under plane strain, *Comput. Mat. Sci.* 87 (2014) 129–137.
- [42] J. Li, S. Meng, X. Tian, F. Song, C. Jiang, A non-local fracture model for composite laminates and numerical simulations by using the fft method, *Composites Part B : Engrg.* 43 (3) (2012) 961–971.
- [43] H. H. Cady, A. C. Larson, The crystal structure of 1, 3, 5-triamino-2, 4, 6-trinitrobenzene, *Acta Crystall.* 18 (3) (1965) 485–496.
- [44] D. Bedrov, O. Borodin, G. D. Smith, T. D. Sewell, L. L. Dattelbaum, D. M. and Stevens, A molecular dynamics simulation study of crystalline 1, 3, 5-triamino-2, 4, 6-trinitrobenzene as a function of pressure and temperature, *J. Chem. Phys.* 131 (22) (2009) 224703.
- [45] B. Olinger, H. Cady, The hydrostatic compression of explosives and detonation products to 10 gpa (100 kbars) and their calculated shock compression : results for petn, tatb, co2 and h2o, in : *Proc. 6th Symposium (Int.) on Detonation*, Coronado (CA), USA, 2011.
- [46] L. L. Stevens, N. Velisavljevic, D. E. Hooks, D. M. Dattelbaum, Hydrostatic compression curve for triamino-trinitrobenzene determined to 13.0 gpa with powder x-ray diffraction, *Propellants, Explos. Pyrotech.* 33 (4) (2008) 286–295.
- [47] L. Valenzano, W. J. Slough, W. Perger, Accurate prediction of second-order elastic constants from first principles : Petn and tatb, in : *Proc. Shock Compression of Condensed Matter*, (Elert, Buttler, Borg, Jordan, Vogler eds), Chicago (IL), USA., 2011.
- [48] N. Mathew, T. D. Sewell, Generalized stacking fault energies in the basal plane of triclinic molecular crystal 1,3,5-triamino-2,4,6-trinitrobenzene (tatb), *Phil. Mag.* 95 (4) (2015) 424–440.
- [49] A. A. Rykounov, Investigation of the pressure dependent thermodynamic and elastic properties of 1, 3, 5-triamino-2, 4, 6-trinitrobenzene using dispersion corrected density functional theory, *J. Appl. Phys.* 117 (21) (2015) 215901.

-
- [50] J. R. Kolb, H. F. Rizzo, Growth of 1, 3, 5 - triamino - 2, 4, 6 - trinitrobenzene (tatb) i. anisotropic thermal expansion, *Prop. Expl. Pyrotech.* 4 (1) (1979) 10–16.
- [51] A. Ambos, F. Willot, D. Jeulin, H. Trumel, Numerical modeling of the thermal expansion of an energetic material, *Int. J. Solids Struct.* 60 (2015) 125–139.
- [52] J. Sun, B. Kang, C. Xue, Y. Liu, Y. Xia, X. Liu, W. Zhang, Crystal state of 1,3,5-triamino-2,4,6-trinitrobenzene (tatb) undergoing thermal cycling process., *J. Energetic Mat.* 28 (2010) 189–201.
- [53] R. H. Gee, S. Roszak, K. Balasubramanian, L. E. Fried, Ab initio based force field and molecular dynamics simulations of crystalline tatb, *J. Chem. Phys.* 120 (15) (2004) 7059–7066.
- [54] D. E. Taylor, Intermolecular forces and molecular dynamics simulation of 1, 3, 5-triamino-2, 4, 6-trinitrobenzene (tatb) using symmetry adapted perturbation theory, *J. Phys. Chem. A* 117 (16) (2013) 3507–3520.
- [55] T. D. Sewell, Monte Carlo simulations of crystalline TATB, in : *Mater. Res. Symp. Soc. Proc.*, no. 482, 1996.
- [56] N. Rai, D. Bhatt, J. I. Siepmann, L. E. Fried, Monte carlo simulations of 1, 3, 5-triamino-2, 4, 6-trinitrobenzene (tatb) : Pressure and temperature effects for the solid phase and vapor-liquid phase equilibria, *J. Chem. Phys.* 129 (19) (2008) 194510.
- [57] J. D. Yeager, D. J. Luscher, S. C. Vogel, B. Clausen, D. W. Brown, Neutron diffraction measurements and micromechanical modelling of temperature dependent variations in tatb lattice parameters, *Prop. Expl. Pyrotech.*
- [58] N. Mathew, T. D. Sewell, Nanoindentation of the triclinic molecular crystal 1,3,5-triamino-2,4,6-trinitrobenzene : A molecular dynamics study), *J. Phys. Chem. C* 120 (2016) 8266–8277.
- [59] P. Lafourcade, C. Denoual, J.-B. Maillet, Dislocation core structure at finite temperature inferred by molecular dynamics simulations for 1,3,5-triamino-2,4,6-trinitrobenzene single crystal., *J. Phys. Chem. C* 121 (2017) 7442–7449.
- [60] E. M. Arruda, M. C. Boyce, Evolution of plastic anisotropy in amorphous polymers during finite straining, *Int. J. Plasticity* 9 (1993) 697–720.
- [61] A. Haas, G. Matheron, J. Serra, Morphologie mathématique et granulométries en place, *Annales des Mines* 11 (736-753) (1967) 7–3.
- [62] G. Matheron, *Éléments pour une théorie des milieux poreux.*
- [63] J. Serra, *Image analysis and mathematical morphology*, v. 1., Academic Press.
- [64] P. Soille, *Morphological image analysis : principles and applications*, Springer Science & Business Media.

- [65] J. Escoda, F. Willot, D. Jeulin, J. Sanahuja, C. Toulemonde, Estimation of local stresses and elastic properties of a mortar sample by fft computation of fields on a 3d image, *Cement Concrete Res.* 41 (5) (2011) 542–556.
- [66] A. Liebscher, D. Jeulin, C. Lantuéjoul, Stereological reconstruction of polycrystalline materials, *J. Microscopy* 258 (3) (2015) 190–199.
- [67] H. Altendorf, F. Latourte, D. Jeulin, M. Faessel, L. Saintoyant, 3d reconstruction of a multiscale microstructure by anisotropic tessellation models, *Image Anal. Stereol.* 33 (2) (2014) 121–130.
- [68] D. Jeulin, *Random tessellations and Boolean random functions*, Springer, Berlin Heidelberg Germany, 2013, pp. 25–36.
- [69] D. Jeulin, Random tessellations generated by boolean random functions, *Pattern Recog. Lett.* 47 (2014) 139–146.
- [70] J. B. Gasnier, F. Willot, H. Trumel, B. Figliuzzi, D. Jeulin, M. Biessy, A fourier-based numerical homogenization tool for an explosive material, *Mat. Tech.* 103 (3) (2015) 308.
- [71] E. N. Gilbert, Random subdivisions of space into crystals, *Annals Math. Stat.* 33 (3) (1962) 958–972.
- [72] R. E. Miles, The random division of space, *Adv. Appl. Prob.* (1972) 243–266.
- [73] J. Moller, Random johnson-mehl tessellations, *Adv. Appl. Prob.* 24 (4) (1992) 814–844.
- [74] C. Lautensack, S. Zuyev, Random laguerre tessellations, *Adv. Appl. Prob.* 40 (3) (2008) 630–650.
- [75] J. A. Nelder, R. Mead, A simplex method for function minimization, *The Comput. J.* 7 (4) (1965) 308–313.
- [76] D. Jeulin, Rough tessellations, Tech. Rep. N-04/15/MM, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (France).
- [77] M.-Z. Shao, N. Badler, Spherical sampling by archimedes' theorem.
- [78] T. Kanit, S. Forest, I. Galliet, V. Mounoury, D. Jeulin, Determination of the size of the representative volume element for random composites : statistical and numerical approach, *Int. J. Solids Struct.* 40 (13) (2003) 3647–3679.
- [79] C. Lantuéjoul, Ergodicity and integral range, *J. Microscopy* 161 (3) (1991) 387–403.
- [80] G. Matheron, *The theory of regionalized variables and its applications*, Vol. 5, École nationale supérieure des mines, 1971.
- [81] R. Hill, The elastic behavior of a crystalline aggregate, *Proc. Phys. Soc. A* 65 (1952) 349–354.

-
- [82] L. V. Gibiansky, S. Torquato, Thermal expansion of isotropic multiphase composites and polycrystals, *J. Mech. Phys. Solids* 45 (7) (1997) 1223–1252.
- [83] M. Sauzay, J. Liu, F. Rachdi, L. Signor, T. Ghidossi, P. Villechaise, *Adv. Mat. Res.* 891-892 (2014) 833–839.
- [84] Z. Hashin, Thermal expansion of polycrystalline aggregates : I. exact analysis, *J. Mech. Phys. Solids* 32 (2) (1984) 149–157.
- [85] J. D. Eshelby, The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems, *Proc. R. Soc. Lond. A* 241 (1957) 376–396.
- [86] R. Hill, A self-consistent mechanics of composite materials, *J. Mech. Phys. Solids* 13 (1965) 213–222.
- [87] R. Brenner, O. Castelnau, L. Badea, Mechanical field fluctuations in polycrystals estimated by homogenization techniques, *Proc. R. Soc. Lond. A : Math. Phys. Engrg Sci.* 460 (2004) 3589–3612.
- [88] M. Bobeth, G. Diener, Static and thermoelastic field fluctuations in multiphase composites, *J. Mech. Phys. Solids* 35 (2) (1987) 137–149.
- [89] P. Ponte Castaneda, P. Suquet, Nonlinear composites, *Adv. Appl. Mech.* 34 (1998) 171–302.
- [90] Z. Hashin, S. Shtrikman, A variational approach to the theory of the elastic behavior of polycrystals, *J. Mech. Phys. Solids* 10 (1962) 343–352.
- [91] Y.-O. Tu, The decomposition of an anisotropic elastic tensor, *Acta Cryst.* A24 (1968) 273–282.
- [92] M. Sauzay, Cubic elasticity and stress distribution at the free surface of polycrystals, *Acta Mater.* 55 (4) (2007) 1193–1202.
- [93] D. Cule, S. Torquato, Electric-field distribution in composite media, *Phys. Rev. B* 59 (18) (1998) R11829.
- [94] M. Barthélémy, H. Orland, Local field probability distribution in random media, *Phys. Rev. E* 56 (3) (1997) 2835.
- [95] H. Zhang, J. Sun, B. Kang, Y. Shu, X. Shu, Y. Liu, X. Liu, Crystal morphology controlling of tatb by high temperature anti solvent recrystallization, *Prop. Expl. Pyrotech.* 37 (2) (2012) 172–178.
- [96] I. Sevostianov, N. Yilmaz, V. Kushch, V. Levin, Effective elastic properties of matrix composites with transversely-isotropic phases, *International journal of solids and structures* 42 (2) (2005) 455–476.
- [97] Y. Benveniste, The effective mechanical behaviour of composite materials with imperfect contact between the constituents, *Mech. Mat.* 4 (1985) 197–208.
- [98] Z. Hashin, Thermoelastic properties of particulate composites with imperfect interface, *J. Mech. Phys. Solids* 39 (6) (1991) 745–765.

- [99] Y. Benveniste, T. Miloh, Imperfect soft and stiff interfaces in two-dimensional elasticity, *Mech. Mat.* 33 (2001) 309–323.
- [100] Y. Benveniste, A general interface model for a three-dimensional curved thin anisotropic interphase between two anisotropic media, *J. Mech. Phys. Solids* 54 (4) (2006) 708–734.
- [101] H. L. Duan, B. L. Karihaloo, Thermo-elastic properties of heterogeneous materials with imperfect interfaces : Generalized levin’s formula and hill’s connections, *J. Mech. Phys. Solids* 55 (2007) 1036–1052.
- [102] S. T. Gu, H. Q.-C., Interfacial discontinuity relations for coupled multifield phenomena and their application to the modeling of thin interphases as imperfect interfaces, *J. Mech. Phys. Solids* 59 (2011) 1413–1426.
- [103] F. Willot, D. Jeulin, Elastic behavior of composites containing boolean random sets of inhomogeneities, *Int. J. Engrg. Sci.* 47 (2) (2009) 313–324.
- [104] R. J. O’Connell, B. Budiansky, Seismic velocities in dry and saturated cracked solids, *J. Geophys. Res.* 79 (35) (1974) 5412–5426.
- [105] V. Grechka, I. Vasconcelos, M. Kachanov, The influence of crack shape on the effective elasticity of fractured rocks, *Geophys.* 71 (5) (2006) D153–D160.
- [106] J. G. Berryman, V. Grechka, Random polycrystals of grains containing cracks : Model of quasistatic elastic behavior for fractured systems, *J. Appl. Phys.* 100 (11) (2006) 113527.
- [107] P. Ponte-Castaneda, J. R. Willis, The effect of spatial distribution on the effective behavior of composite materials and cracked media, *J. Mech. Phys. Solids* 43 (12) (1995) 1919–1951.
- [108] Y. Huang, K. X. Hu, Elastic moduli of a microcracked composite with spherical inclusions of cubic anisotropy, *Compos. Sci. Technol.* 50 (2) (1994) 149–156.
- [109] D. C. Crawford, G. S. Was, The role of grain boundary misorientation in intergranular cracking of ni-16cr-9fe in 360 c argon and high-purity water, *Metall. Trans. A* 23 (4) (1992) 1195–1206.
- [110] A. King, G. Johnson, D. Engelberg, W. Ludwig, J. Marrow, Observations of intergranular stress corrosion cracking in a grain-mapped polycrystal, *Science* 321 (5887) (2008) 382–385.
- [111] B. B. Rath, I. M. Bernstein, The relation between grain-boundary orientation and intergranular cracking, *Metall. Trans.* 2 (10) (1971) 2845–2851.
- [112] I. M. Bernstein, The role of hydrogen in the embrittlement of iron and steel, *Mat. Sci. Engrg.* 61 (1) (1970) 1–19.
- [113] R. Brommesson, M. Ekh, C. Joseph, 3d grain structure modelling of intergranular fracture in forged haynes 282, *Engrg. Frac. Mech.* 154 (2016) 57–71.

-
- [114] F. Willot, Y.-P. Pellegrini, Fast Fourier transform computations and build-up of plastic deformation in 2d, elastic-perfectly plastic, pixelwise disordered porous media, arXiv preprint arXiv :0802.2488.
- [115] M. Williams, The bending stress distribution at the base of a stationary crack, *Trans. ASME* 79 (1957) 109–114.
- [116] B. Karihaloo, J. Wang, M. Grzybowski, Doubly periodic arrays of bridged cracks and short fibre-reinforced cementitious composites, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 44 (10) (1996) 1565–1586.
- [117] B. Karihaloo, J. Wang, On the solution of doubly periodic array of cracks, *Mechanics of materials* 26 (4) (1997) 209–212.
- [118] J. B. Gasnier, F. Willot, H. Trumel, D. Jeulin, J. Besson, Publication en cours de soumission, IJDM.
- [119] J. P. Watt, Hashin-Shtrikman bounds on the effective elastic moduli of polycrystals with monoclinic symmetry, *Journal of Applied Physics* 51 (3) (1980) 1520–1524.
- [120] R. J. O’Connell, B. Budiansky, Seismic velocities in dry and saturated cracked solids, *Journal of Geophysical Research* 79 (35) (1974) 5412–5426.
- [121] V. Grechka, M. Kachanov, Effective elasticity of rocks with closely spaced and intersecting cracks, *Geophysics* 71 (3) (2006) D85–D91.
- [122] P. N. Sævik, M. Jakobsen, M. Lien, I. Berre, Anisotropic effective conductivity in fractured rocks by explicit effective medium methods, *Geophysical Prospecting* 62 (6) (2014) 1297–1314.
- [123] P. N. Sævik, I. Berre, M. Jakobsen, M. Lien, A 3d computational study of effective medium methods applied to fractured media, *Transport in porous media* 100 (1) (2013) 115–142.
- [124] E. H. Saenger, O. S. Krüger, S. A. Shapiro, Effective elastic properties of randomly fractured soils : 3d numerical experiments, *Geophysical Prospecting* 52 (3) (2004) 183–195.
- [125] R. Rosenzweig, V. Mourzenko, J.-F. Thovert, P. Adler, Solid matrix partition by fracture networks, *Physical Review E* 90 (2) (2014) 022407.
- [126] Y. Yi, K. Esmail, Computational measurement of void percolation thresholds of oblate particles and thin plate composites, *Journal of Applied Physics* 111 (12) (2012) 124903.
- [127] F. Willot, Unpublished document.
- [128] F. Guerrero, I. Sevostianov, A. Giraud, On an arbitrarily oriented crack in a transversely-isotropic medium, *International Journal of Fracture* 148 (3) (2007) 273–279.

- [129] I. Sevostianov, M. Kachanov, Explicit cross-property correlations for anisotropic two-phase composite materials, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 50 (2) (2002) 253–282.
- [130] W. Mathematica, Wolfram research, Inc., Champaign, Illinois.
- [131] G. Jerauld, L. Scriven, H. Davis, Percolation and conduction on the 3d voronoi and regular networks : a second case study in topological disorder, *Journal of Physics C : Solid State Physics* 17 (19) (1984) 3429.
- [132] D. Jeulin, M. Moreaud, Percolation of random cylinder aggregates, *Image Analysis & Stereology* 26 (3) (2011) 121–127.
- [133] V. Levin, *Coefficients of temperature expansion of heterogeneous materials*, 1990.
- [134] B. W. Rosen, Z. Hashin, Effective thermal expansion coefficients and specific heats of composite materials, *International Journal of Engineering Science* 8 (2) (1970) 157–173.
- [135] Q.-C. He, Y. Benveniste, Exactly solvable spherically anisotropic thermoelastic microstructures, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 52 (11) (2004) 2661–2682.
- [136] J. Xiao, Y. Huang, Y. Hu, H. Xiao, Molecular dynamics simulation of mechanical properties of tatb/fluorine-polymer pbxs along different surfaces, *Science in China Series B : Chemistry* 48 (6) (2005) 504–510.
- [137] P. Meunier, E. Villermaux, Van hove singularities in probability density functions of scalars, *Comptes Rendus Mécanique* 335 (3) (2007) 162–167.
- [138] C. Miehe, F. Welschinger, M. Hofacker, Thermodynamically consistent phase-field models of fracture : Variational principles and multi-field fe implementations, *International Journal for Numerical Methods in Engineering* 83 (10) (2010) 1273–1311.

Résumé

Ce travail s'inscrit dans la thématique classique en mécanique de l'endommagement de milieux polycristallin. Il a pour but d'étudier et de modéliser le comportement thermique et mécanique d'un matériau énergétique. Ce matériau, dont le comportement en compression est quasi-fragile, présente en particulier un coefficient de dilatation thermique qui diminue lors de cycles de refroidissement-réchauffement.

L'étude repose sur un modèle morphologique de type Johnson-Mehl avec grains non convexes et une méthode numérique à champ complet par transformée de Fourier rapide. La précision de ces méthodes en termes de réponse effective et de champs en pointe de fissure est étudiée par comparaison avec des éléments finis. Plusieurs types de microstructures sont ensuite étudiés de façon heuristique par ordre croissant de complexité.

Le comportement élastique du polycristal non endommagé, calculé par méthode FFT, surestime celui observé expérimentalement. L'ajout de liant et de porosité dans le matériau n'expliquant pas le comportement mécanique expérimental, on étudie l'influence de différentes populations de fissures.

Seule l'ajout de fissures intergranulaires permet de rendre compte du comportement effectif du matériau à l'état initial. La chute du coefficient de dilatation thermique est prédite par méthode FFT dans le cas de fissures dans le plan graphitique des monocristaux, dont l'existence est confirmée par des images MEB.

Mots Clés

Polycristal fissuré, homogénéisation, thermoélasticité, TATB, méthodes de Fourier

Abstract

This work aims to study the thermal and mechanical behavior of an energetic polycrystal. This material displays a quasi-brittle behavior and its thermal dilation coefficient decreases when it undergoes cooling-heating cycles.

The study relies on the use of a Johnson-Mehl tessellation model which has non-convex grains, and a full-field numerical method based on the Fourier transform. The accuracy of such methods concerning cracked media are determined by comparison with Finite Elements computations. The numerical tool is then used to investigate different microstructural assumptions, from the simplest to the most sophisticated.

The first computation is that of an undamaged polycrystal, which overestimates the overall mechanical properties. The attempt to account for porosity and the presence of binder gives interesting results, but the latter are not enough to reproduce the experimental behavior.

Finally, different types of microcracks are investigated and two major conclusions are drawn. First, in its initial state, the material contains intergranular cracks, that are uncorrelated to the local microstructure. Such cracks can lower the elastic moduli and leave the thermal properties unaffected. To obtain a decrease in terms of thermal dilation coefficient, one must consider families of cracks which are correlated to the local crystal orientation, especially along the weak plane of the crystal.

Keywords

Cracked polycrystal, homogenization, thermoelasticity, FFT methods