



HAL
open science

Comportement mécanique à haute température d'un composite alumine/alumine

Antoine Débarre

► **To cite this version:**

Antoine Débarre. Comportement mécanique à haute température d'un composite alumine/alumine. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Paris sciences et lettres, 2021. Français. NNT : 2021UPSLM048 . tel-03608646

HAL Id: tel-03608646

<https://pastel.hal.science/tel-03608646v1>

Submitted on 15 Mar 2022

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 PSL

Préparée à MINES ParisTech

Comportement mécanique à haute température d'un composite alumine/alumine

Soutenue par

Antoine DEBARRE

Le 10 décembre 2021

Ecole doctorale n° 621

ISMME

Spécialité

Sciences et Génie des Matériaux

Composition du jury :

Thierry, CUTARD Professeur, IMT Mines d'Albi	<i>Président</i>
Anita, CATAPANO Maitre de conférences, I2M	<i>Rapporteuse</i>
Thierry, CHOTARD Professeur des universités, IRCER	<i>Rapporteur</i>
Zoheir, ABOURA Professeur des universités, UTC	<i>Examineur</i>
Aurélie, JANKOWIAK Ingénieure de recherche, ONERA	<i>Examinatrice</i>
Michel, BOUSSUGE Maître de recherche, MINES ParisTech	<i>Directeur de thèse</i>
Guillaume, PUJOL Ingénieur de recherche, DGA Ta	<i>Invité</i>
Jean-François, MAIRE Ingénieur de recherche, ONERA	<i>Invité</i>

Remerciements

Je souhaite tout d'abord remercier les membres de mon jury de thèse. Ainsi je remercie Anita Catapano et Thierry Chotard d'avoir pris le temps de rapporter mes travaux. Je souhaite également remercier Thierry Cutard d'avoir accepté de présider le jury et Zoheir Aboura d'avoir examiné mes travaux. Merci pour les échanges que nous avons pu avoir.

Je souhaite remercier Michel Boussuge, mon directeur de thèse qui malgré son statut de jeune retraité s'est rendu disponible pour répondre à mes questions. Je te remercie pour les échanges scientifiques que nous avons pu avoir et de m'avoir aidé à prendre du recul sur mes résultats.

Un grand merci à mes encadrants ONERA : Aurélie Jankowiak et Michel Parlier.

Aurélié, tu m'as accueilli dans l'unité lors de mon Projet de Fin d'Études quand je ne connaissais encore quasiment rien aux céramiques. Merci pour ton soutien aussi bien du point de vue scientifique que moral. C'est avec un grand plaisir que je continuerai de collaborer avec toi !

Michel, je vous remercie d'avoir su partager votre passion et votre grande expérience des céramiques et des composites.

Je tiens aussi à remercier Jean-François Maire pour le temps qu'il m'a accordé pour les aspects modélisation de la thèse. Merci notamment pour la patience que tu as eu pour m'expliquer les modèles d'endommagement pendant le confinement.

A la DGA Techniques aéronautiques, je remercie Guillaume Pujol et Philippe Gomez pour le suivi et les échanges tout au long de la thèse.

Ces travaux ont fait appel à de nombreuses techniques expérimentales pour lesquelles les personnes suivantes m'ont été d'une aide précieuse.

Je souhaite tout d'abord remercier Marie-Hélène Ritti. D'un point de vue scientifique tu m'as accompagné et formé à de nombreuses manip. Je retiendrai aussi ta grande gentillesse et nos discussions matinales.

Les essais mécaniques en température n'ayant pas été réalisés dans les locaux de l'ONERA, je n'aurais pas pu obtenir autant de résultats sans l'aide de Sylvain Gailliègue au Centre des Matériaux et de Grégory Lacoste à la DGA Ta. Sylvain, tu as toujours su te montrer disponible, même lors de mes visites « surprises » au Centre. Merci beaucoup pour ton aide. Grégory, je te remercie pour les nombreux essais de traction en température que tu as réalisés pour ma thèse avec une grande réactivité.

Remerciements

Les essais micromécaniques sous MEB sont chronophages et complexes, surtout quand on essaye de les mener en température. Je remercie l'équipe du labo MEB, Denis Bovin, Nicolas Horezan, Yves Renollet et Catherine Rio pour l'aide de la préparation des éprouvettes à la réalisation des essais.

Je tiens à remercier Céline Le Sinq, Anne Mavel et Pascal Paulmier de m'avoir formé et pour l'aide qu'ils m'ont apportée sur les essais mécaniques à l'ONERA.

Ces trois ans ont aussi été l'occasion de nombreux échanges, notamment au sein de l'unité EPIC. Je tiens donc à remercier Jean-Michel Roche, Ludovic Gaverina, Jean-François Justin, Johan Petit, Camille Trottier, Philippe Nunez, Bruno et Françoise Passilly et Katia Dennis. Je remercie aussi Théo Guérin pour la touche du sud qu'il transporte avec lui.

Je remercie aussi les doctorants avec qui j'ai partagé ces trois années : Thibaut Archer, Louise Sévin, Florence Saffar, Julie Odinot, Virginie Mathivet, Achraf Ben Fekih mais aussi les plus jeunes Lisa Audouard, Nathan Brard, Ines Hamadouche, Nina Kergosien et Zoé Borius.

Je tiens à remercier mes amis : la team Camille Guérin (Chloé P., Julie, Chloé L., Yann, Fabiola, Maxime) et les « Cancers Gentils » de l'ENSMA. Un merci tout particulier à Anthony Durand et Romain Lamotte pour ces nombreuses soirées pizza-foot qui ont rythmé ces trois années.

Enfin je tiens à remercier mes parents ainsi que mon frère et ma sœur qui m'ont toujours soutenu pendant ces nombreuses années d'études.

Je n'oublierai pas de remercier Christelle qui m'apporte au quotidien sa bonne humeur et son réconfort après des journées pas toujours faciles. Je t'aime.

Avant-propos

Ces travaux de thèse ont été réalisés entre Octobre 2018 et Décembre 2021, soit en partie pendant la période de confinement et de crise sanitaire. La répartition des travaux étant prévue sur trois sites, complémentaires au niveau des essais : ONERA Châtillon pour les essais mécaniques à froid et la simulation numérique, Centre des Matériaux de MINES-ParisTech et DGA Techniques aéronautiques pour les essais à chaud. Le contexte sanitaire limitant fortement les déplacements n'a pas facilité les interactions entre ces laboratoires. Les essais mécaniques, réalisés en deuxième partie de la durée de la thèse puisque nécessitant que le matériau soit fabriqué, ont particulièrement pâti de ces conditions aux limites. Seuls des essais de traction et de flexion à froid et à chaud ont pu être réalisés lors desquels le comportement mécanique du composite s'est avéré relativement simple, que ce soit à froid ou à hautes températures. A l'opposé, le télétravail et la présence quasi-permanente sur le site de Châtillon a favorisé le travail numérique et le développement de modèles de comportement. On ne peut que regretter que des validations plus robustes des modèles, par exemple par la réalisation d'essais hors-axes et d'empilements n'aient pu être menées à bien.

Nomenclature

Abréviations et sigles

CIN	Corrélation d'Images Numériques
CLT	« Classical Laminate Theory » - Théorie Classique des Stratifiés
CMC	Composites à Matrice Céramique
EA	Émission Acoustique
EF	Éléments Finis
MEB	Microscope Électronique à Balayage
ODM	Onera Damage Model
VER	Volume Élémentaire Représentatif

Conventions

x	Grandeur scalaire
\boldsymbol{x}	Tenseur d'ordre 2
\mathbb{X}	Tenseur d'ordre 4
$\langle x \rangle_+$	Partie positive de x
\dot{x}	Dérivée temporelle de x
Δx	Variation de x
x^0	Grandeur initiale
x^{eff}	Grandeur effective
Notation de Voigt	$(\epsilon_1 \ \epsilon_2 \ \epsilon_6) = (\epsilon_{11} \ \epsilon_{22} \ 2\epsilon_{12}) ; (\sigma_1 \ \sigma_2 \ \sigma_6) = (\sigma_{11} \ \sigma_{22} \ \sigma_{12})$
x_k	Grandeur associée au pli k dans le repère éprouvette
x_k^p	Grandeur associée au pli k dans le repère du pli
Grandeurs dans le repère du stratifié : indices xx,yy,xy	
Grandeurs dans le repère du plis : indices $11,22,12$	

Notations

E	Module d'Young
\mathbb{C}	Tenseur des rigidités
\mathbb{Q}	Tenseur des rigidités réduites
\mathbb{S}	Tenseur des souplesses
σ	Contrainte
ε	Déformation totale
ε^r	Déformation résiduelle
ε^{th}	Déformation thermique
ε^*	Déformation élastique
γ	Force motrice
ε_i^{se}	Déformation au seuil d'endommagement dans la direction i
d	Variable d'endommagement
\mathbb{H}	Tenseur des effets de l'endommagement
$\mathbb{T}(\theta)$	Matrice de rotation
N	Efforts de membrane
M	Moments
ε_0	Déformations de membrane
κ	Courbures
Q	Énergie d'activation du fluage
n	Exposant de contrainte
R	Constante des gaz parfaits
ξ	Écrouissage
ε^{vp}	Déformation viscoplastique
E^R	Module visqueux

Sommaire

Introduction générale	1
Chapitre 1 : État de l'art	5
1.1 Les composites à matrices céramiques (CMC).....	7
1.1.1 Structure et constituants des CMC.....	7
1.1.2 Les fibres oxydes.....	9
1.1.3 Composites oxyde/oxyde commerciaux à fibres N610	12
1.2 Endommagement des composites oxyde/oxyde.....	14
1.2.1 Propriétés à température ambiante	14
1.2.2 Comportement mécanique des composites oxyde/oxyde.....	15
1.2.3 Caractérisation de l'endommagement	17
1.2.4 Modélisation de l'endommagement.....	20
1.2.4.1 Modèles d'endommagement utilisés pour les composites.....	20
1.2.4.2 La famille des modèles ODM	21
1.3 Généralités sur le fluage.....	24
1.4 Effet de la température sur la microstructure et le comportement fibres N610	26
1.4.1 Vieillessement thermique des fibres N610.....	26
1.4.2 Fluage des fibres.....	29
1.4.3 Effet de l'atmosphère sur le fluage des fibres.....	31
1.4.4 Comparaison de la N610 à des fibres plus stables en température	32
1.5 Effet de la température sur le comportement mécanique des composites à fibres N610.....	35
1.5.1 Comportement sous sollicitations monotones	35
1.5.2 Comportement en fluage des composites	38
1.6 Modélisation du fluage des CMC.....	41
1.7 Résumé.....	42
Chapitre 2 : Matériel et méthodes.....	43
2.1 Élaboration du composite oxyde/oxyde.....	45
2.1.1 Procédé d'élaboration.....	45
2.1.2 Mesure de la porosité.....	47
2.2 Contrôles non destructifs (CND) des plaques élaborées	48
2.2.1 Techniques de contrôle par thermographie infrarouge.....	48
2.2.2 Techniques de contrôle par ultrasons.....	50
2.2.3 Contrôle des plaques.....	52
2.3 Mise en œuvre des essais mécaniques.....	54
2.3.1 Essais de traction en température.....	54
2.3.2 Essais de flexion 4 points	56
2.3.3 Essais de compression.....	59
2.4 Essais micromécaniques sous MEB.....	59
2.5 Mesure de dilatation thermique	62
Chapitre 3 : Étude expérimentale du comportement élastique-endommageable.....	65
3.1 Introduction.....	67
3.2 Propriétés élastiques et à rupture à température ambiante	67
3.2.1 Comportement en traction.....	67
3.2.2 Comportement en flexion 4 points.....	69
3.3 Endommagement à température ambiante.....	73
3.3.1 Enregistrement de l'émission acoustique en cours d'essai.....	73
3.3.2 Observation de l'endommagement.....	74

3.4	Effet de la température sur la microstructure et les propriétés du matériau.....	79
3.4.1	Effet de la température sur le matériau.....	79
3.4.2	Effet de la température sur le comportement.....	80
3.4.3	Comportement sous sollicitations monotones au-dessus de 1100 °C.....	84
3.4.4	Dépendance du module d'Young à la température.....	86
3.5	Analyse statistique de la rupture en flexion 4 points.....	87
3.5.1	Rappels sur la statistique de Weibull.....	87
3.5.2	Estimation de la loi de Weibull et fiabilité des paramètres.....	88
3.5.3	Fiabilité de l'estimation des paramètres.....	89
3.5.4	Effet de la température.....	91
3.6	Résumé et perspectives.....	92
Chapitre 4 : Modélisation du comportement thermomécanique des composites oxyde/oxyde 93		
4.1	Introduction.....	95
4.2	Simplification de la loi autorisée par le comportement observé.....	95
4.3	Description du modèle en condition uniaxiale.....	96
4.3.1	Expression de la loi de comportement.....	96
4.3.2	Implémentation de la loi de comportement.....	98
4.3.3	Introduction de l'effet de la température.....	100
4.3.3.1	Dilatation thermique.....	101
4.3.3.2	Dépendance des propriétés à la température.....	101
4.3.4	Influence des paramètres sur le comportement simulé.....	101
4.4	Identification et validation de la loi de comportement.....	103
4.4.1	Identification uniaxiale.....	103
4.4.2	Validation de la loi en flexion 4 points.....	106
4.5	Loi de comportement en contraintes planes.....	108
4.5.1	Écriture de la loi.....	108
4.5.2	Identification du comportement dans le plan.....	111
4.6	Développement d'une théorie non linéaire des stratifiés.....	113
4.6.1	La CLT en élasticité.....	114
4.6.2	Introduction de la thermoélasticité dans la CLT.....	117
4.6.3	Développement d'une CLT non linéaire.....	117
4.6.4	Implémentation de la CLT non linéaire.....	118
4.6.4.1	Calcul des efforts.....	118
4.6.4.2	Définition de la stratégie de résolution.....	119
4.7	Applications de la CLT.....	121
4.7.1	Étude de stratifications complexes.....	121
4.7.2	Étude du comportement en flexion par la CLT.....	122
4.8	Résumé et perspectives.....	124
Chapitre 5 : Etude expérimentale et numérique du fluage..... 125		
5.1	Introduction.....	127
5.2	Étude expérimentale du fluage.....	127
5.2.1	Caractérisation en traction.....	127
5.2.2	Caractérisation en flexion 4 points.....	128
5.3	Analyse du fluage en traction.....	130
5.3.1	Détermination et identification d'une loi de fluage stationnaire.....	130
5.3.2	Étude du fluage sous chargement variable.....	135
5.4	Proposition d'une loi de comportement en traction.....	138
5.4.1	Expression de la loi.....	138
5.4.2	Implémentation du modèle.....	140

5.4.3	Identification de la loi.....	142
5.5	Analyse du fluage en flexion.....	143
5.5.1	Analyse du fluage stationnaire en flexion	143
5.5.2	Étude de l'effet de la non-linéarité du comportement.....	144
5.5.3	Étude de l'effet de la dissymétrie du comportement.....	145
5.6	Utilisation de la CLT pour l'analyse du fluage.....	147
5.6.1	Implémentation de la CLT visqueuse.....	147
5.6.2	Simulation du fluage en flexion 4 points par la CLT	148
5.7	Résumé et perspectives.....	150
Résumé et perspectives.....		153
Références.....		157
Annexe 1 : Expression de la matrice tangente		165
Annexe 2 : Essais de fluage en traction		169
Annexe 3 : Essais de fluage en flexion 4 points		173
Annexe 4 : Généralisation de loi de fluage à un état de contraintes planes.....		177
A4.1	Généralisation de la loi de Norton aux chargements multiaxiaux	177
A4.2	Écriture d'une loi viscoplastique à écrouissage isotrope.....	178

Introduction générale

La réduction de l'empreinte carbone est un enjeu global mondial auquel l'industrie aéronautique participe activement. Le secteur contribue à hauteur de 2% des émissions de CO₂ à l'échelle mondiale. Si l'augmentation du trafic aérien connue avant la crise sanitaire se poursuit, cette proportion pourrait atteindre 3% à l'horizon 2050, selon les estimations du Groupe d'experts intergouvernemental sur l'évolution du climat (GIEC). Dans ce contexte, le secteur aéronautique s'est engagé à limiter l'impact du transport aérien. Notamment, l'Organisation de l'aviation civile internationale a fixé, en 2016, l'objectif de stabiliser les émissions de CO₂ au niveau qu'elles ont atteint en 2020. Au niveau européen, le Conseil consultatif pour la recherche aéronautique en Europe (ACARE) a fixé un premier objectif en 2001 consistant à réduire en 2020 de 50% les émissions de CO₂ par passager et par kilomètre par rapport à celles émises en 2000. Si cet objectif semble aujourd'hui atteint, une nouvelle cible plus ambitieuse a été dessinée dès 2011 dans le rapport « Flightpath 2050 » : les avions produits en 2050 devront rejeter 75% de CO₂ et 90% de NOx de moins que ceux produits en 2000.

La diminution de la consommation des aéronefs et, par conséquent, de l'émission de polluants réside notamment dans la modification des carburants, l'augmentation des rendements de combustion mais également dans l'allègement des structures. Sur ce dernier point, de nombreuses structures métalliques ont déjà été remplacées par des pièces en composites. L'A350 présenté par Airbus en 2013 est composé à 53% en masse de composites fibres de carbone/matrice organique, ce qui permet une réduction de la masse à vide de 20 %. Ces composites remplacent notamment les alliages d'aluminium dans le fuselage des appareils.

Le deuxième levier pour réduire les émissions de polluants est l'augmentation des rendements des moteurs, ce qui passe par une augmentation de la température des gaz issus de la combustion. Les alliages métalliques (superalliages base nickel avec barrière thermique) aujourd'hui utilisés dans les parties chaudes atteignent leur limite en termes de température d'utilisation. Ainsi, des travaux visent à développer de nouveaux alliages métalliques mais également à faire émerger de nouveaux matériaux plus réfractaires et notamment, les composites à matrice céramique (CMC). En effet, cette gamme de matériau est étudiée en raison de leurs propriétés mécaniques préservées jusqu'à des températures supérieures à 800°C. Cependant, leur introduction dans l'industrie reste aujourd'hui un challenge, les méthodes de dimensionnement aujourd'hui employées étant définies par rapport aux propriétés de matériaux métalliques : plasticité, viscoplasticité et sensibilité à la fatigue mécano-thermique. Pour les applications à des températures supérieures à 1200 °C, les composites à fibre de carbone ou de carbure de silicium (SiC) sont développés. Malgré des coûts de production encore élevés, ils possèdent des propriétés mécaniques intéressantes et, dotés de barrières environnementales, peuvent résister à des environnements chauds et oxydants. Ils permettent d'accéder à une gamme de températures très élevée. Pour des applications à des températures plus modérées (800-1000 °C), les composites oxyde/oxyde moins onéreux sont

envisagés. Ces matériaux sont constitués d'une matrice oxyde renforcée par des fibres elles-mêmes oxydes, ce qui contribue à leur résistance à l'oxydation à haute température. Ces matériaux sont notamment envisagés pour constituer les arrières-corps des moteurs d'avions civils. Ils permettent une réduction de la masse des moteurs ou une fonctionnalisation des pièces (réduction de la pollution sonore) pour une masse équivalente aux arrières-corps actuellement en service.

Le troisième axe, concernant les travaux sur le développement de nouveaux carburants plus « verts » ne sera pas évoqué dans le cadre de ces travaux.

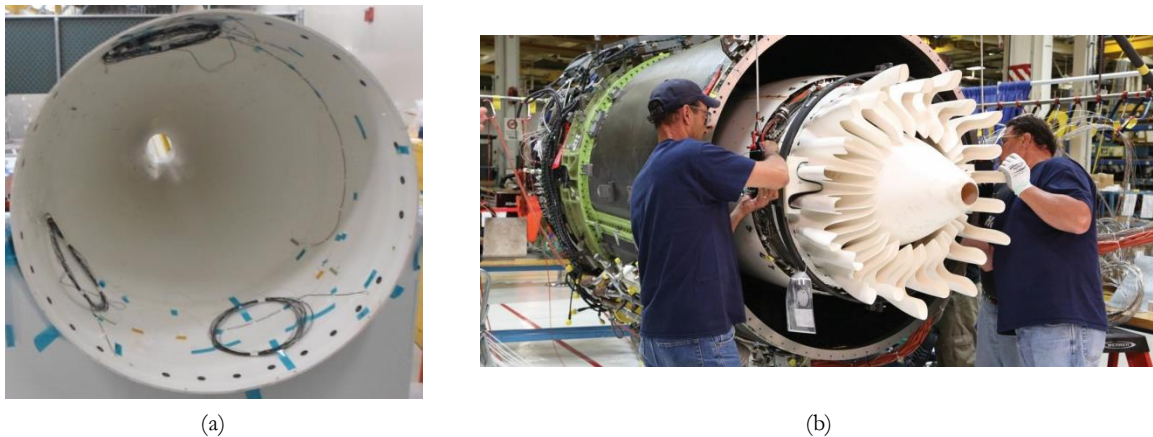


Figure 0.1 – Tuyère Boeing développée lors du projet CLEEN(a) et arrière-corps du moteur GE Passport 20 (b) [1], [2]

De nombreuses études se sont intéressées au comportement mécanique à température ambiante des composites oxyde/oxyde. Si deux natures de fibres sont majoritairement employées, ces composites se distinguent par la nature de leur matrice ainsi que par leur composition (taux de fibres et taux de porosité). Il en résulte donc des matériaux aux propriétés mécaniques (module d'élasticité, contrainte et déformation à rupture,...) très différentes [3]. Parmi ces composites étudiés, l'un d'entre eux est élaboré à l'ONERA, a notamment fait l'objet de la thèse de C. Ben Ramdane [4].

Le comportement mécanique des fibres oxydes, ainsi que celui des composites, ont été principalement étudiés entre 1000 et 1200 °C. A ces températures, des cinétiques de déformation visqueuse importantes ont été mesurées. Des maintiens prolongés à ces températures provoquent fréquemment une évolution de la microstructure du matériau. Il faut également noter que la majorité des essais à plus haute température n'a pas été réalisée avec le même renfort que celui utilisé à l'ONERA.

A l'opposé, peu d'études se sont intéressées au comportement de ce matériau dans la gamme de température d'intérêt pour une application aéronautique de longue durée, jusqu'à 700-1000 °C environ.

C'est dans ce contexte que s'inscrit ce travail de thèse. Il a principalement consisté à caractériser le comportement mécanique à haute température du composite oxyde/oxyde élaboré à l'ONERA

suivant le procédé défini par C. Ben Ramdane [4] et de développer des outils d'analyse spécifiques aidant à l'interprétation de ces essais.

Ce mémoire s'articule autour de cinq chapitres.

Le premier chapitre propose un état de l'art bibliographique sur les composites oxyde/oxyde. Après un rappel général sur les CMC, le comportement mécanique des composites oxyde/oxyde et sa modélisation à température ambiante sont présentés. Une seconde partie traite des effets de la température sur les composites ainsi que sur ses constituants. Des généralités sur le fluage permettent d'introduire le comportement des fibres oxydes en température et un bilan des caractérisations menées sur les composites oxyde/oxyde est réalisé. Ce chapitre se conclut sur les modélisations adaptées au fluage des CMC.

Le second chapitre présente le matériau de l'étude ainsi que les moyens de caractérisation employés. Le procédé, la microstructure des composites réalisés et les techniques de contrôle non destructifs appliquées sont détaillés. Les méthodes de caractérisations mécanique et thermique sont ensuite décrites.

Le troisième chapitre décrit l'étude expérimentale du comportement mécanique à haute température du composite oxyde/oxyde. Deux domaines ont pu être identifiés. Jusqu'à une certaine température, le matériau conserve un comportement élastique-endommageable qui est caractérisé. Après une identification des propriétés mécaniques par l'intermédiaire d'essais de traction et de flexion quatre points, l'endommagement à température ambiante est étudié par émission acoustique et essais micromécaniques. La dépendance des propriétés à la température est ensuite étudiée jusqu'à 1000 °C. Enfin, la rupture de type fragile observée en flexion quatre point est finalement analysée de manière statistique.

Le quatrième chapitre propose une modélisation du comportement mécanique observé. Un modèle d'endommagement γ est développé pas à pas. Après l'écriture d'une version uniaxiale permettant la mise en place des schémas de résolution, la loi de comportement est écrite en 2D sous l'hypothèse des contraintes planes, puis étendue à des sollicitations en température. Enfin, la loi est intégrée dans une théorie des stratifiés (CLT pour Classical Laminar Theory), en vue de pouvoir prendre en compte des sollicitations hors-plan et d'évaluer les effets de la stratification sur le comportement du matériau.

Le cinquième chapitre s'intéresse au comportement mécanique du matériau au-delà de son domaine élastique. Pour cela, une étude expérimentale du fluage est réalisée en traction et en flexion quatre points. Le fluage stationnaire fait l'objet d'une attention particulière. Une loi de comportement est ensuite développée et identifiée sur les essais en traction. Dans le but d'analyser les essais réalisés en flexion, une CLT, sur le principe de celle développée dans le Chapitre 4, est finalement proposée.

Finalement, les principaux travaux effectués et résultats obtenus sont résumés et des perspectives de travaux futurs sont proposées.

Chapitre 1 :

État de l'art

Ce chapitre a pour but de présenter, dans un premier temps, les composites à matrice céramique (CMC) avant de s'intéresser aux particularités des composites oxyde/oxyde pour des applications aéronautiques. Une synthèse des études concernant l'effet de la température sur les fibres N610 sera réalisée. Les travaux concernant l'observation et la modélisation de l'endommagement des composites oxyde/oxyde seront ensuite présentés. L'effet de la température sur les composites à fibres N610 sera analysé. Ce chapitre se conclura par la modélisation des aspects visqueux du comportement mécanique des CMC.

Sommaire

1.1	Les composites à matrices céramiques (CMC)	7
1.1.1	Structure et constituants des CMC.....	7
1.1.2	Les fibres oxydes	9
1.1.3	Composites oxyde/oxyde commerciaux à fibres N610	12
1.2	Endommagement des composites oxyde/oxyde	14
1.2.1	Propriétés à température ambiante.....	14
1.2.2	Comportement mécanique des composites oxyde/oxyde.....	15
1.2.3	Caractérisation de l'endommagement	17
1.2.4	Modélisation de l'endommagement	20
1.2.4.1	Modèles d'endommagement utilisés pour les composites.....	20
1.2.4.2	La famille des modèles ODM.....	21
1.3	Généralités sur le fluage	24
1.4	Effet de la température sur la microstructure et le comportement fibres N610	26
1.4.1	Vieillessement thermique des fibres N610	26
1.4.2	Fluage des fibres	29
1.4.3	Effet de l'atmosphère sur le fluage des fibres	31
1.4.4	Comparaison de la N610 à des fibres plus stables en température.....	32
1.5	Effet de la température sur le comportement mécanique des composites à fibres N610	35
1.5.1	Comportement sous sollicitations monotones.....	35
1.5.2	Comportement en fluage des composites	38
1.6	Modélisation du fluage des CMC	41
1.7	Résumé	42

1.1 Les composites à matrices céramiques (CMC)

Les applications aérospatiales demandent des matériaux aux propriétés mécaniques élevées, résistants à l'oxydation et stables en température. Les matériaux céramiques possèdent des propriétés intéressantes dans ce sens : une résistance mécanique et une rigidité élevées, une faible densité et des températures de fusion ou de dégradation très élevées. Cependant, les céramiques sont fragiles et peu tenaces. C'est notamment pour surmonter ces inconvénients majeurs que les Composites à Matrice Céramique (CMC) ont été développés. Cette synthèse se concentrera sur les matériaux renforcés par des fibres longues.

1.1.1 Structure et constituants des CMC

Les CMC ont été introduits dans le but d'améliorer la ténacité et la tolérance à l'endommagement des céramiques. Pour éviter la ruine catastrophique du matériau, la gestion de l'interface entre fibres et matrice est essentielle. En effet, le chargement doit être réparti le plus uniformément possible dans les fibres par le biais de contraintes de cisaillement interfaciales. Cependant, cette interface ne doit pas être trop résistante pour permettre la décohésion. F. W. Zok et C. G. Levi [5] décrivent les deux classes les plus communes : les composites à interphase faible (Figure 1.1-a) et les composites à matrice faible (Figure 1.1-b). La première, la plus courante, est basée sur l'ajout d'une interphase mécaniquement faible entre fibres et matrice. Il s'agit généralement de carbone ou de nitrure de bore (BN), dont l'arrangement atomique selon des plans reliés entre eux par des liaisons de Van Der Waals les rend facilement clivables. La faible résistance et la microstructure lamellaire de ce constituant en fait un site privilégié pour favoriser la bifurcation des fissures amorcées dans la matrice dense. Quand ce type de composite est utilisé en atmosphère oxydante, l'ajout d'une barrière environnementale est généralement nécessaire pour protéger l'interphase. Dans le cas d'applications où les fibres n'ont pas besoin d'être protégées de l'environnement extérieur, un autre concept a été plus récemment envisagé : les composites à matrice faible. L'introduction d'une porosité dans la matrice diminue l'énergie de propagation des fissures dans celle-ci relativement aux fibres. Cette structure favorise également la déviation des fissures aux interfaces fibre/matrice. Comparés à la première famille, ces composites possèdent l'avantage de ne pas nécessiter d'interphase mais sont en général moins réfractaires. Si quelques études ont été conduites sur l'ajout d'une barrière thermique et environnementale pour augmenter les températures d'utilisation du matériau [6], l'utilisation des composites oxyde/oxyde est réservée à des températures plus basse mais pour un coût d'élaboration plus bas que les non-oxydes.

Plus rarement rencontrée dans la littérature, une dernière méthode (Figure 1.1-c) consiste à déposer une interphase sur les fibres, puis à l'éliminer par un traitement thermique : c'est le principe de l'interphase fugitive. Quelle que soit la structure, une dissipation d'énergie par frottement est toujours recherchée à travers l'extraction des fibres.

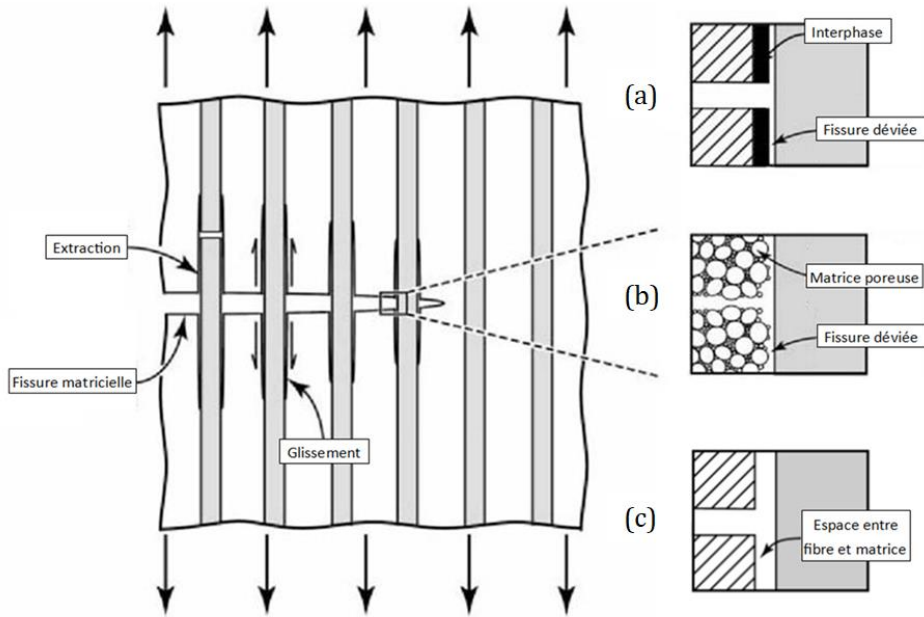


Figure 1.1 – Représentation schématique de la rupture des CMC [7]

Les principaux composites à matrice céramique (CMC) à interphase faible sont basés sur des couples fibres de carbone/matrice carbone (C_f/C) et fibres de carbone/matrice carbure de silicium (C_f/SiC). Ces matériaux sont d'ores et déjà utilisés dans le domaine aéronautique. Dès les années 1960, les composites C_f/C ont été utilisés comme protection thermique sur la navette spatiale américaine, disques de freins d'avions (F-15, Concorde...), ainsi que pour des applications militaires. Les avantages de ces matériaux résident dans leur résistance aux hautes températures et aux chocs thermiques, leur faible densité et d'une certaine tolérance au dommage. En atmosphère oxydante, leur tenue en température est toutefois limitée par leur sensibilité à l'oxydation, dès que la température excède 400 °C. Les applications envisagées se sont donc concentrées sur le secteur du spatial et les environnements non oxydants (fours fonctionnant sous atmosphère inerte, par exemple).

Une des solutions développées pour outrepasser cette limite des composites C_f/C consiste à substituer partiellement ou totalement le carbone constituant la matrice par du carbure de silicium (SiC). Vers la fin des années 1970, ces composites ont été développés pour des applications aéronautiques telles que des pointes avant de lanceurs réutilisables ou des bords d'attaque d'ailes d'avions. Une seconde amélioration consiste à remplacer les fibres de C par des fibres de SiC, l'aboutissement étant l'élaboration de composites composés d'une matrice de carbure de silicium renforcée par des fibres de carbure de silicium (SiC_f/SiC). L'utilisation de tels composites a été envisagée pour des bords d'attaque ou des zones très chaudes d'aéronefs.

Pour des applications à des températures très élevées et en environnement oxydant, des matériaux ultraréfractaires sont aujourd'hui étudiés pour réaliser la matrice, notamment les carbures et borures de Zirconium et d'Hafnium (HfC , ZrC , HfB_2 et ZrB_2). Ces céramiques ont de très bonnes propriétés mécaniques, des points de fusion très élevés (supérieurs à 3000 °C) et ont l'avantage de former des oxydes parmi les plus réfractaires connus.

Enfin, pour une gamme de températures plus modérée, néanmoins supérieure à celles de la plupart des alliages métalliques, les composites oxyde/oxyde (principalement composés de silice et/ou d'alumine) semblent trouver leur place. Les fibres oxydes ne requièrent pas de protection contre l'oxydation. L'élaboration de ces composites repose donc principalement sur le principe des matrices poreuses. La Figure 1.2 schématise les conditions permettant d'obtenir une bifurcation de fissure grâce à une matrice faible. Quelques interphases ont tout de même été développées : oxydes de zirconium, d'hafnium, de titane ou d'étain (ZrO_2 , HfO_2 , TiO_2 , et SnO_2), ainsi que des oxydes mixtes de type barite ($BaSO_4$), monazite ($LaPO_4$) et pérovskite ($CaTiO_3$) [8]. Cependant, leur introduction complique la production du matériau et en augmente le coût, pour un apport sur les propriétés mécaniques limité.

Ces composites oxyde/oxyde sont de plus en plus étudiés en raison de leurs propriétés à des températures intermédiaires (700-1000 °C) intéressantes et de leur coût plus faible que celui des composites SiC/SiC. Ce type de matériau a fait l'objet de notre travail. Le comportement mécanique des fibres, ainsi que celui des composites, seront détaillés dans la suite en fonction de la température et pour différentes atmosphères.

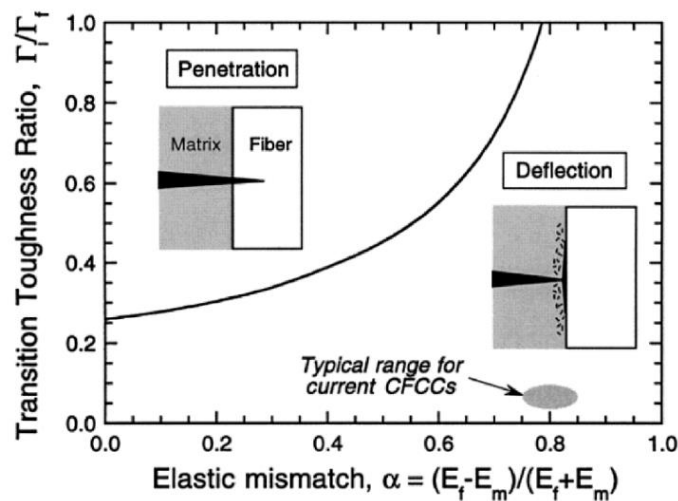


Figure 1.2 – Evolution de la propagation d'une fissure matricielle en fonction des propriétés mécaniques de la fibre, de la matrice et de l'interface (E_f : module d'Young des fibres, E_m : module d'Young de la matrice, Γ_f : ténacité de la fibre, Γ_I : ténacité de l'interface) [5]

1.1.2 Les fibres oxydes

Des céramiques techniques, l'alumine est l'une des plus intéressantes pour des applications mécaniques en température, en raison de ses propriétés spécifiques. En effet, sa contrainte à rupture et son module d'Young sont élevés pour une faible masse volumique. L'inertie chimique des fibres constituées essentiellement d'alumine et la conservation des propriétés entre la température ambiante jusqu'à des températures de l'ordre de 1000 °C font d'elles de bonnes candidates pour des applications en température dans des atmosphères oxydantes. Les fibres oxydes développées actuellement sont principalement constituées d'alumine ou d'alumine/silice.

Le développement des fibres oxydes date du début des années 1970 [9]. Parmi les fibres les plus étudiées, la gamme Nextel™, de la société 3M et notamment les fibres Nextel™ 610 (N610) et Nextel™ 720 (N720) sont majoritaires. Peu d'autres fournisseurs proposent des fibres oxydes matures. Les fibres ALF B2 et ALF D3 de la société Nitiny, qui ont des compositions proches des fibres N610 et N720 respectivement, ainsi que les fibres Altex, représentent les seules alternatives commerciales.

Les fibres N610 sont élaborées par un procédé sol-gel décrit dans le brevet EP0 294 208 [10]. Un polymère contenant des sels de fer est ajouté au précurseur d'alumine. L'ajout du fer permet la formation d'une structure d'alumine alpha dense après frittage à 1300 °C pendant 5 minutes (contre plus de 1500 °C sans additif), tout en conservant une microstructure fine (diamètre moyen des grains de 0,22 µm pouvant atteindre jusqu'à 0,5 µm pour les plus gros). La microstructure de la fibre, observée au Microscope Électronique en Transmission (MET), est illustrée par la Figure 1.3. L'ajout de silice permet de réduire de manière significative la taille des grains. Avec un taux de silice compris entre 0,5 et 2% en masse, la taille des grains diminue à 0,15 µm en moyenne, pour un maximum de 0,25 µm. Après mélange, la solution est concentrée avant que les fibres soient extrudées et calcinées. Dans ces conditions, la transition de phase $\gamma \rightarrow \alpha$ se déroule entre 900 et 1025 °C, un court traitement thermique à 1300 °C permettant enfin d'obtenir une fibre dense.

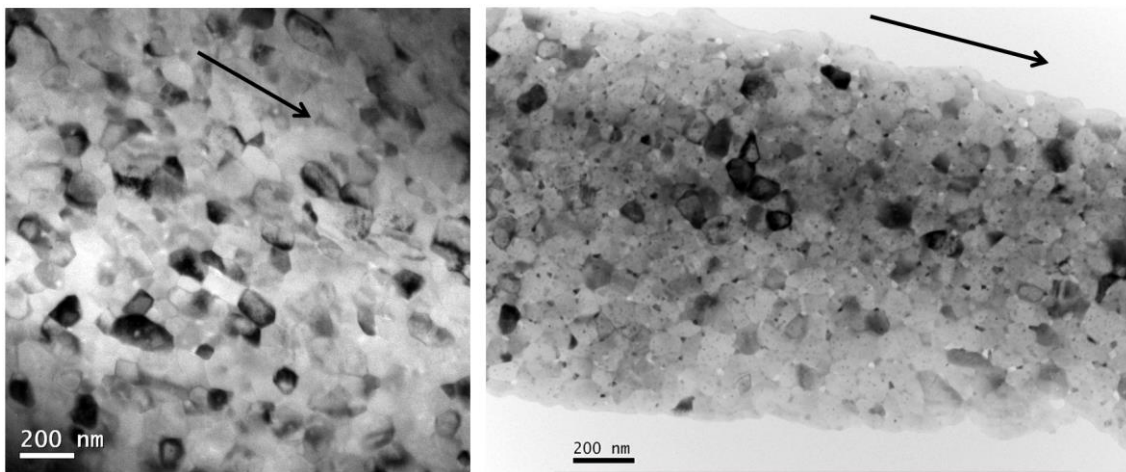


Figure 1.3 – Observation MET de la fibre N610 [11]. Les flèches indiquent la direction de la fibre

Les fibres N610 sont composées à 99% d'alumine alpha (Tableau 1.1) qui est responsable de leur module d'Young et de leur contrainte à rupture élevés (373 GPa et 3,63 GPa). La densité ($3,9 \text{ g.cm}^{-3}$) et le module d'Young des fibres sont plus faibles que ceux de l'alumine frittée dense ($3,98 \text{ g.cm}^{-3}$ et 400 GPa) en raison de la présence d'une faible porosité et d'autres espèces telles que la silice et l'oxyde de fer (Fe_2O_3). Ces différences ne semblent pas impacter le coefficient de dilatation thermique qui est proche de celui de l'alumine monolithique entre 25 et 1000 °C. A 1000 °C, D.M. Wilson [12] a noté une baisse de 70% de la contrainte à rupture en traction. Il a proposé un critère arbitraire permettant de définir une température maximale d'utilisation comme

étant la température de fluage sous air impliquant 1% de déformation après 1000 h sous une contrainte de 69 MPa. Cette température est de 1000 °C pour la fibre N610.

Les fibres N720 ont été développées pour améliorer la tenue mécanique à haute température. Elles sont composées de 85% d'alumine et de 15% de silice, en partie liée à l'alumine sous forme de mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$). La microstructure de cette fibre est illustrée par la Figure 1.4.

Comme pour la fibre N610, les grains d'alumine ont une orientation préférentielle suivant l'axe de la fibre. Les fibres N720, d'un diamètre légèrement supérieur à celui des N610, possèdent une contrainte à la rupture et un module d'Young à température ambiante plus faibles liés à la présence de silice.

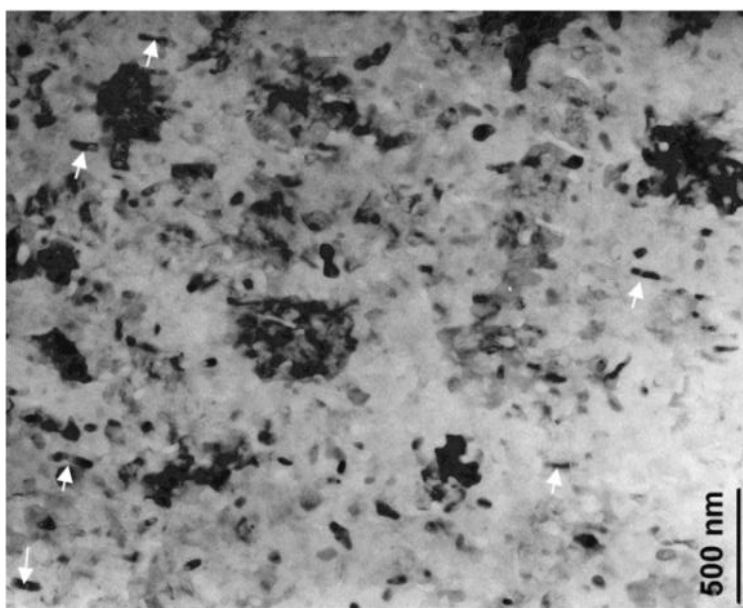


Figure 1.4 – Microstructure de la fibre N720 [11] (Des grains allongés d'alumine et orientés dans la direction de la fibre sont indiqués par les flèches)

Le critère appliqué aux fibres N610 permet à D. M. Wilson [12] de démontrer que les fibres N720 sont plus résistantes au fluage en calculant une température limite d'utilisation de 1150 °C, soit 150 °C de plus que celle des fibres N610. Ces fibres présentent une masse volumique et un coefficient de dilatation légèrement inférieurs. La présence de SiO_2 peut toutefois poser problème, notamment en présence d'alcalins [12]. Les propriétés des principales fibres Nextel™ sont regroupées dans le Tableau 1.1.

Dans la suite, nous nous intéresserons plus particulièrement aux fibres N610 qui ont été utilisées pour fabriquer notre matériau.

Les composites à matrices céramiques (CMC)

Propriétés	Nextel™ 610	Nextel™ 720
Diamètre moyen (μm)	11,52 \pm 0,22	12,22 \pm 0,23
Composition chimique (% massique)	>99% alumine 0,2 - 0,3% silice 0,4-0,7% oxyde de fer (Fe_2O_3)	85% alumine 15% silice
Phases cristallines	Alumine en phase alpha	Alumine en phase alpha et mullite
Contrainte à rupture (GPa)	2,8	1,94
Module d'Young (GPa)	373	260
Masse volumique (g.cm^{-3})	3,9	3,4
Coefficient de dilatation thermique (25-1000 °C) ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)	7,9.10 ⁻⁶	6.10 ⁻⁶
Température maximale d'utilisation continue [12] (°C)	1000	1150

Tableau 1.1 – Propriétés des principales fibres Nextel™ [12]–[14]

1.1.3 Composites oxyde/oxyde commerciaux à fibres N610

E. Volkman *et al.* [15] décrivent l'élaboration de trois composites oxyde/oxyde. L'UMOX est un composite développé chez EADS Innovation Works/Airbus Group Innovations. La matrice, formée à partir d'une poudre de mullite (environ 1 μm) et d'un précurseur polysiloxane (SiOC), est associée à des fibres N610 ensimées. La pyrolyse de l'ensimage lors du traitement thermique laisse un léger jeu entre fibre et matrice qui favorise la déviation des fissures. Un précurseur précéramique est déposé sur les torons qui sont ensuite bobinés. Les plis unidirectionnels sont ensuite disposés de manière symétrique à 0 et 90°. L'empilement est consolidé sous autoclave ($p < 10$ bars et $T > 100$ °C), puis le précurseur pyrolysé sous argon à une température supérieure à 1200 °C. Deux autres infiltrations de précurseur suivies de traitements thermiques sont réalisées. Le matériau final contient 50% de fibres, 12% de porosité ouverte et possède une masse volumique de 2,46 g/cm^3 .

Le WHIPOX est développé au Centre allemand pour l'aéronautique et l'astronautique (DLR) par enroulement filamentaire de fibres N610 dans une matrice en alumine pure. Les torons sont d'abord désensimés en température puis infiltrés par une suspension aqueuse d'alumine. La mèche infiltrée est alors partiellement séchée, puis enroulée sur un mandrin. Après mise en forme, le composite obtenu est fritté à 1300 °C sans charge. Des composites contenant 37% de fibres en volume sont ainsi réalisés avec une orientation des fibres à $\pm 30^\circ$. La porosité totale est de 28% en volume et la masse volumique de 2,72 g.cm^{-3} .

Le DLR développe un autre composite oxyde/oxyde : l'OXIPOL. Ce dernier est élaboré par un procédé d'infiltration et pyrolyse d'un polymère (Polymer Infiltration and Pyrolysis – PIP). Les plis de N610 sont revêtus de résine phénolique, séchés et traités à 175 °C pendant 2 h. Un empilement de ces plis et de poudre de résine est pressé puis imprégné par un précurseur polysiloxane (SiOC). Cinq cycles d'infiltration et de traitement thermique sont nécessaires pour densifier la préforme. Le composite final contient 15% de porosité et sa masse volumique est de 2,36 g.cm⁻³. Les fibres, orientées à 0/90°, représentent 43% du volume.

COIC développe des composites oxyde/oxyde de différentes natures. Les composites à fibres N610 sont réalisés avec une matrice d'alumine pure. Les plis sont imprégnés d'une suspension d'alumine puis empilés. Une étape de consolidation est alors réalisée par moulage en poche plastique. Ce formage, réalisé à faible température et faible pression, permet d'exfiltrer le liquide suspenseur et de mouler le matériau avant frittage naturel. Les composites élaborés à partir de préimprégnés ont généralement une microstructure telle qu'illustrée par la Figure 1.5. Des fissures apparaissent dans les plus grandes poches de matrice.

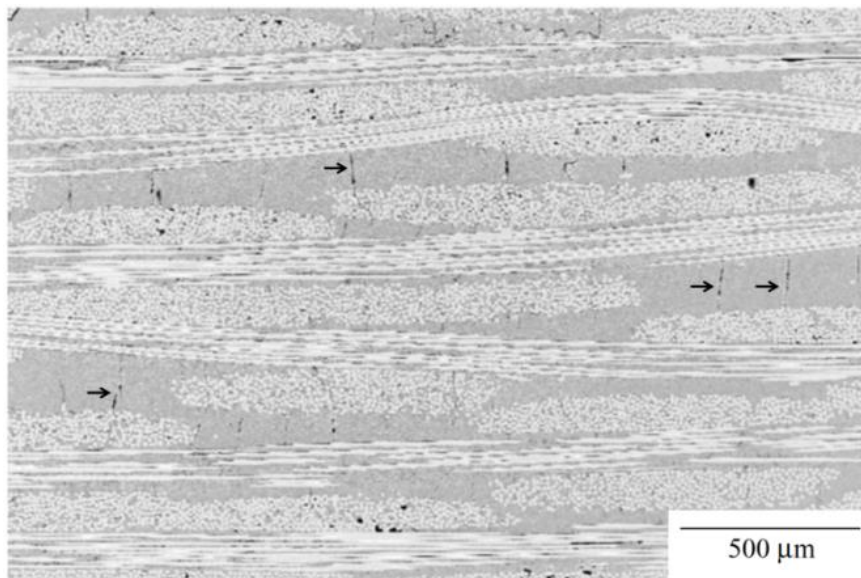


Figure 1.5 – Microstructure typique dans l'épaisseur de composites oxyde/oxyde à matrice faible [3]. Les flèches indiquent les fissures matricielles.

Enfin, les composites Keramikblech (FW12) sont élaborés par W. E. C. Pritzkow [16] à partir de fibres N610, imprégnées d'une matrice composée d'alumine et de zircone. Ils contiennent 35 à 45% de fibres en volume.

1.2 Endommagement des composites oxyde/oxyde

1.2.1 Propriétés à température ambiante

A température ambiante, plusieurs études se sont intéressées aux propriétés des composites en traction. Elles sont récapitulées dans le Tableau 1.2.

	Contrainte Max (MPa)	Déformation à la contrainte max (%)	Module d'Young (GPa)	Taux de fibres (%vol)	Taux de porosité (%vol)	Interphase
N610/Alumine ONERA [4]	260 ± 37	0,30 ± 0,09	134 ± 19	50	24 ± 2	Non
N610/Alumine-Mullite [17]	> 200	0,27	100	36 ± 4	Non communiqué	Non
N610/Alumine [18]	117	0,09	129	51,6	Non communiqué	Non
N610/Mullite [19]	290-310	0,25-0,32	104 - 110	48 ± 1	23 ± 1	Non
N610/Alumine-Silice [20]	366	Non communiqué	124	51	25	Non
N610/Monazite/Alumine [21]	105	0,2	64	37 ± 7	35	Monazite
Keramiklech FW12	257 ± 9	Non communiqué	97 ± 1	39	33	Non
UMOX (0/90°) [15]	181 ± 10	Non communiqué	98 ± 4	50	12	Fugitive
WHIPOX (30°) [15]	170 ± 10	Non communiqué	145 ± 15	37	28	Non
OXIPOL (0/90°) [15]	135 ± 11	Non communiqué	89 ± 1	43	15	Fugitive
N610/Alumine ONERA (+/- 45°) [4]	89 ± 19	0,19 ± 0,07	122 ± 28	50	24 ± 2	Non

Tableau 1.2 – Propriétés en traction à température ambiante de composites oxyde/oxyde à base de fibres N610

La comparaison des propriétés est difficile : en effet, le taux de fibres varie de 36 à 50%, ce qui conduit à des valeurs de module d'Young très différentes. Ces compositions et ces taux de porosité de la matrice très divers peuvent conduire à des écarts importants, notamment sur la résistance à rupture. Dans ce tableau, les propriétés du composites ONERA sont issues de la thèse de C. Ben Ramdane [4]. W. E. C. Pritzkow a récemment travaillé avec de nouveaux renforts produits par 3M [22]. Ces derniers possèdent des deniers plus élevés, qui ont permis de réaliser des satins de 4 (4HSW) et de 5 (5HSW). Des plis semi-unidirectionnels (SU) sont aussi disponibles. Ces tissus possèdent une résistance apparente plus faible, mais présentent néanmoins un intérêt. Comme indiqué par la Figure 1.6, des éprouvettes réalisées à taux de fibres et de porosité équivalents avec les nouveaux tissus possèdent, notamment en traction, des propriétés comparables à celles du matériau de référence (DF11-1500-8HS) fréquemment étudié dans la littérature. Les fibres représentant jusqu'à 70% du coût des composites oxyde/oxyde, une

réduction de leur coût sans un impact majeur sur les propriétés résultantes des matériaux est d'autant plus intéressante.

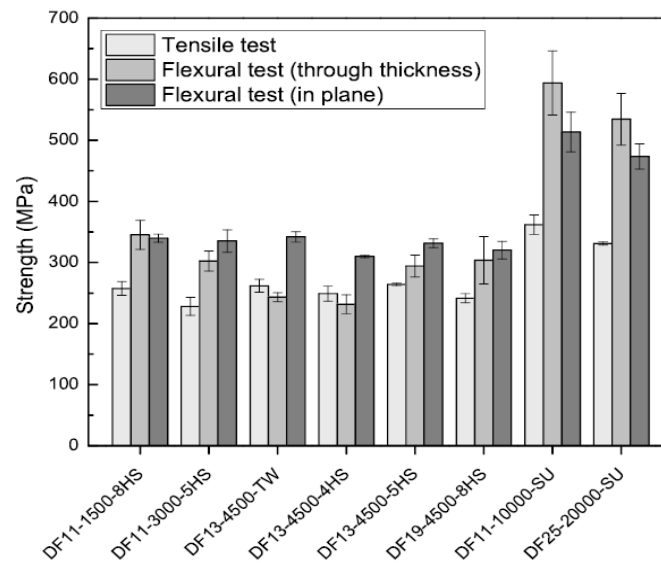


Figure 1.6 – Influence du tissage sur les propriétés des composites [22]

En compression, moins d'études sont disponibles. Le Tableau 1.3 reprend les données de P. R. Jackson *et al.* [21], ainsi que celles mesurées sur le composite ONERA [23].

	Contrainte Max (MPa)	Déformation à la contrainte max (%)	Module d'Young (GPa)	Taux de fibres (%vol)	Taux de porosité (%vol)
N610/Alumine ONERA (0°) [4]	-291 ± 69	-0,14 ± 0,04	161 ± 11	50	24 ± 2
N610/Monazite/Alumine [21]	-133	-0,19	72	37 ± 7	35
N610/Alumine ONERA (+/-45°) [4]	-149 ± 22	-0,14 ± 0,02	121 ± 13	50	24 ± 2

Tableau 1.3 – Propriétés en compression à température ambiante des composites oxyde/oxyde à fibres N610

Enfin, pour caractériser la résistance au cisaillement et notamment la résistance des poches matricielles observées entre les plis (Figure 1.5), quelques résultats d'essais de flexions trois points à appuis rapprochés sont relatés. R. A. Simon *et al.* [19] reportent des valeurs comprises entre 12,5 et 14 MPa sur des composites N610/mullite, tandis que la résistance du composite ONERA est de 20 ± 2 MPa.

1.2.2 Comportement mécanique des composites oxyde/oxyde

C. Ben Ramdane *et al.* [4], [23] ont été les premiers à mentionner l'existence d'un seuil d'endommagement sur les composites oxyde/oxyde. Ils ont notamment réalisé des essais en traction dans l'axe des fibres, à $\pm 45^\circ$, et en compression. La Figure 1.7 (a) reprend trois des essais conduits lors de cette étude. On y note un comportement linéaire jusqu'à environ 50 MPa,

suivi d'un changement de pente et d'une deuxième partie linéaire. En fin d'essai, une courbure plus ou moins prononcée apparaît sur certains essais. La transition entre les deux parties linéaires est considérée comme un seuil d'endommagement. Ce dernier a été attribué par diverses techniques (MEB, émission acoustique) à une multi-fissuration de la matrice.

Les résultats des essais de traction réalisés à $\pm 45^\circ$ de l'orientation des fibres sont représentés dans la Figure 1.7 (b). Outre un module d'Young et une contrainte à rupture plus faibles, on note l'apparition d'un comportement plus écarté de la linéarité.

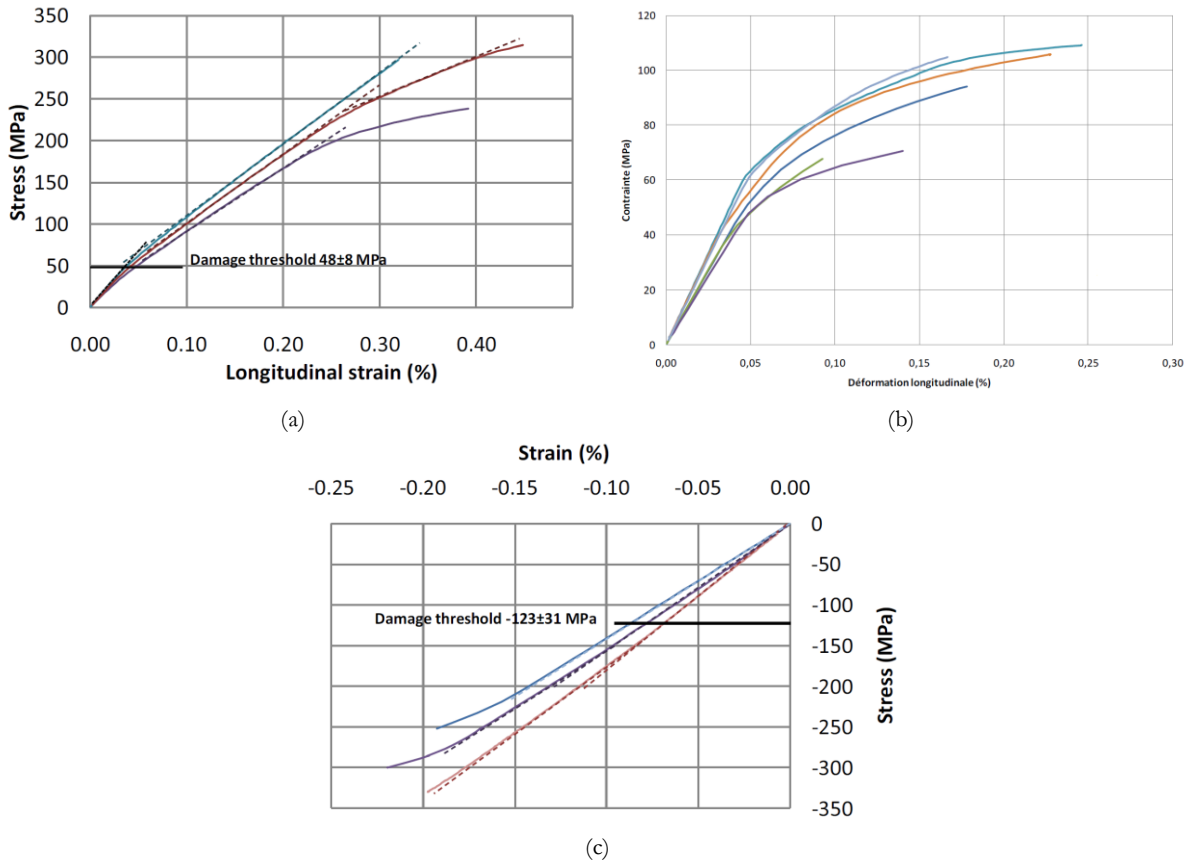


Figure 1.7 – Comportement en traction du composite oxyde/oxyde ONERA dans l'axe des fibre (a), à $\pm 45^\circ$ de l'orientation des fibres (b) et en compression dans l'axe des fibres (c) [4], [23]

La forte anisotropie observée fait des composites oxyde/oxyde des matériaux au comportement mécanique plus proche des composites à matrice organique que ceux des autres CMC à matrice dense (Figure 1.8). Ces matériaux pourraient donc nécessiter de travailler sur des stratégies d'empilement.

En compression, le comportement est linéaire jusqu'à une contrainte plus élevée qu'en traction. Une rupture de pente, moins marquée qu'en traction, annonce une deuxième partie quasi-linéaire.

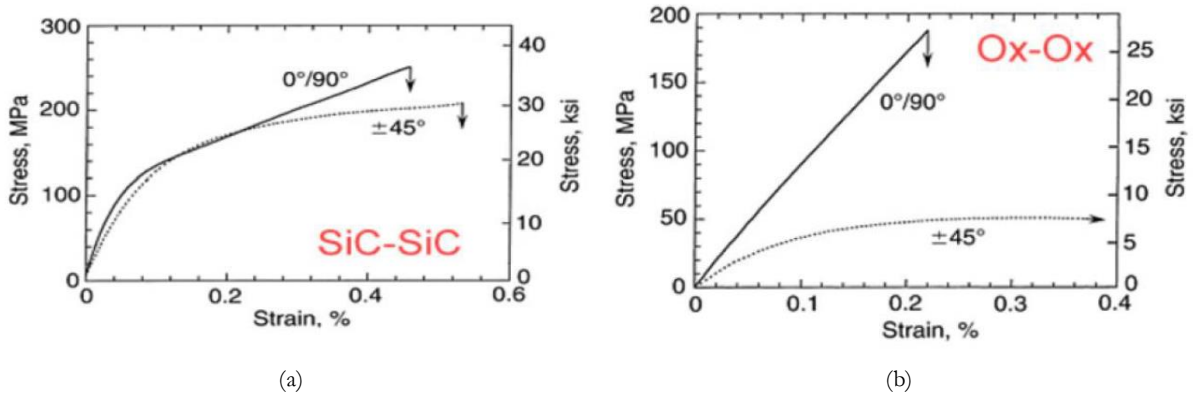


Figure 1.8 – Comparaison de l'anisotropie des SiC/SiC (a) et des oxyde/oxyde (b) [24]

1.2.3 Caractérisation de l'endommagement

La thèse de C. Ben Ramdane [4] a démontré les difficultés associées au suivi de l'endommagement sur ce type de matériaux. En effet, contrairement aux composites à matrice organique, il n'est pas possible de suivre la fissuration en microscopie optique. L'utilisation de techniques de mesures d'auto-échauffement s'est aussi révélée infructueuse. Elle a par contre prouvé l'intérêt de l'émission acoustique ainsi que des essais micromécaniques *in situ* sous MEB.

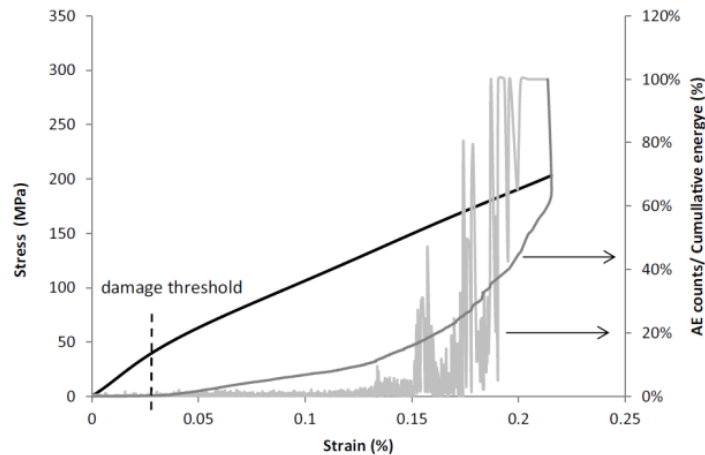


Figure 1.9 – Comportement du composite oxyde/oxyde ONERA en traction dans l'axe des fibres avec suivi de l'émission acoustique [4], [23]

La Figure 1.9 illustre l'évolution des coups mesurés par émission acoustique, ainsi que l'énergie cumulée. On y constate que le dégagement d'énergie démarre au seuil d'endommagement s'accélère jusqu'à la rupture. Le développement d'endommagement au-delà du seuil a été confirmé par des essais micromécaniques *in situ* sous MEB [23].

En traction, le scénario proposé est le suivant : (1) création de fissures matricielles, ouverture des fissures de retrait (Figure 1.10 a, b), (2) propagation et multiplication des fissures matricielles, (3) décohésions entre torons et matrice (Figure 1.10 c), (5) décohésions intra-torons et (6) rupture des fibres et rupture du matériau (Figure 1.10 d) [23].

V. Kostopoulos *et al.* [25] ainsi que N. Guel [26] ont procédé à une analyse plus poussée de l'émission acoustique. En effet, en utilisant des algorithmes de reconnaissance de motifs, ils ont pu trier les événements enregistrés. Le tracé de l'activation de ces classes en fonction de la contrainte, associé à des observations MEB, permet d'associer avec plus ou moins de précision ces classes à des mécanismes d'endommagement.

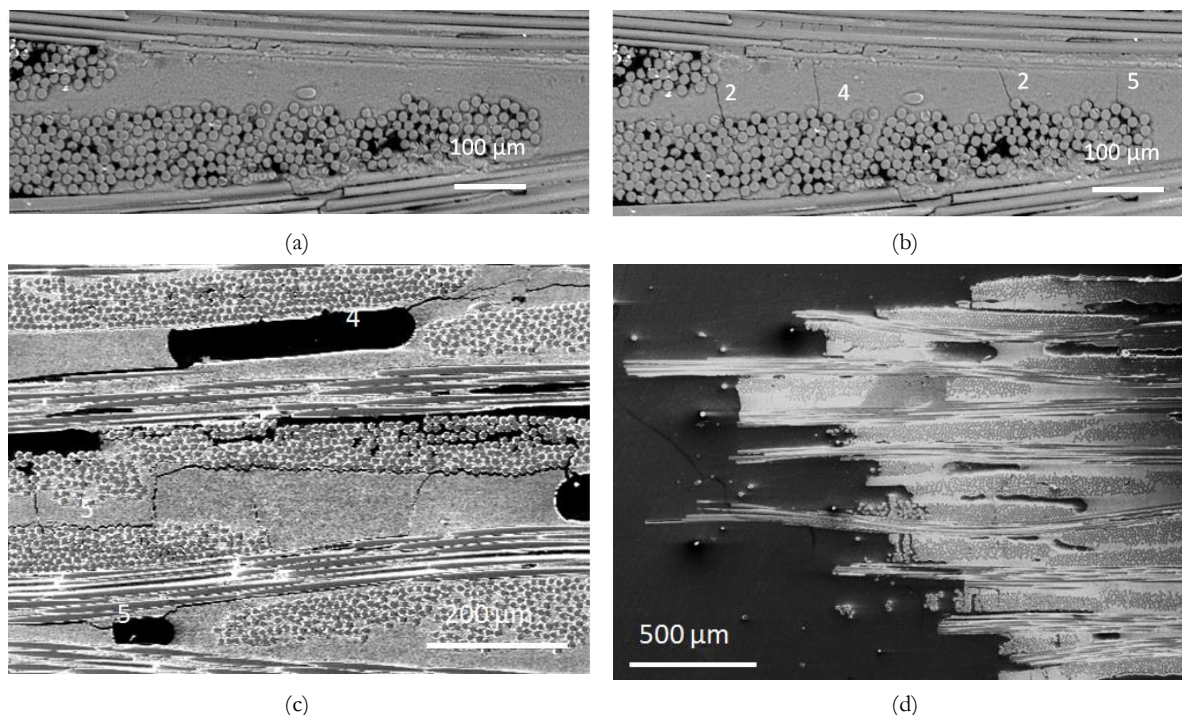


Figure 1.10 – Observation de l'endommagement dans un composite oxyde/oxyde : création de fissures matricielles lors d'un essai *in situ* sous MEB (a,b), délaminage (c) et rupture (d) [23]

N. Guel a étudié en traction trois types de composites oxyde/oxyde fabriqués avec le même renfort associé à une matrice d'alumine pour deux d'entre eux. La matrice du troisième est élaboré à partir d'une suspension bimodale de poudre aluminosilicate.

Ces derniers, élaborés à partir de procédés différents, possèdent également des différences au niveau de la microstructure dont dépendent les mécanismes d'endommagement. Le composite dont la nature est la plus proche de celui élaboré à l'ONERA obéit à un scénario d'endommagement schématisé par la Figure 1.11. Celui-ci semble transposable au composite ONERA.

Les événements ont été catégorisés en 4 classes, en fonction de l'énergie du signal et de sa fréquence. Dans le premier domaine, peu d'événements sont notés. Ils dégagent une faible énergie et concernent l'ouverture des fissures de retrait, la création de fissures matricielles (classe 1) et l'apparition de décohésions à l'intérieur des torons. Le deuxième domaine (état B et C) présente ces mêmes phénomènes, avec une intensification des décohésions entre les torons et des premiers délaminages qui apparaissent à la fin. De manière plus ou moins brutale, la propagation de ces délaminages et la rupture des fibres, caractérisés par des événements à forte énergie et haute fréquence conduisent finalement à la ruine du matériau.

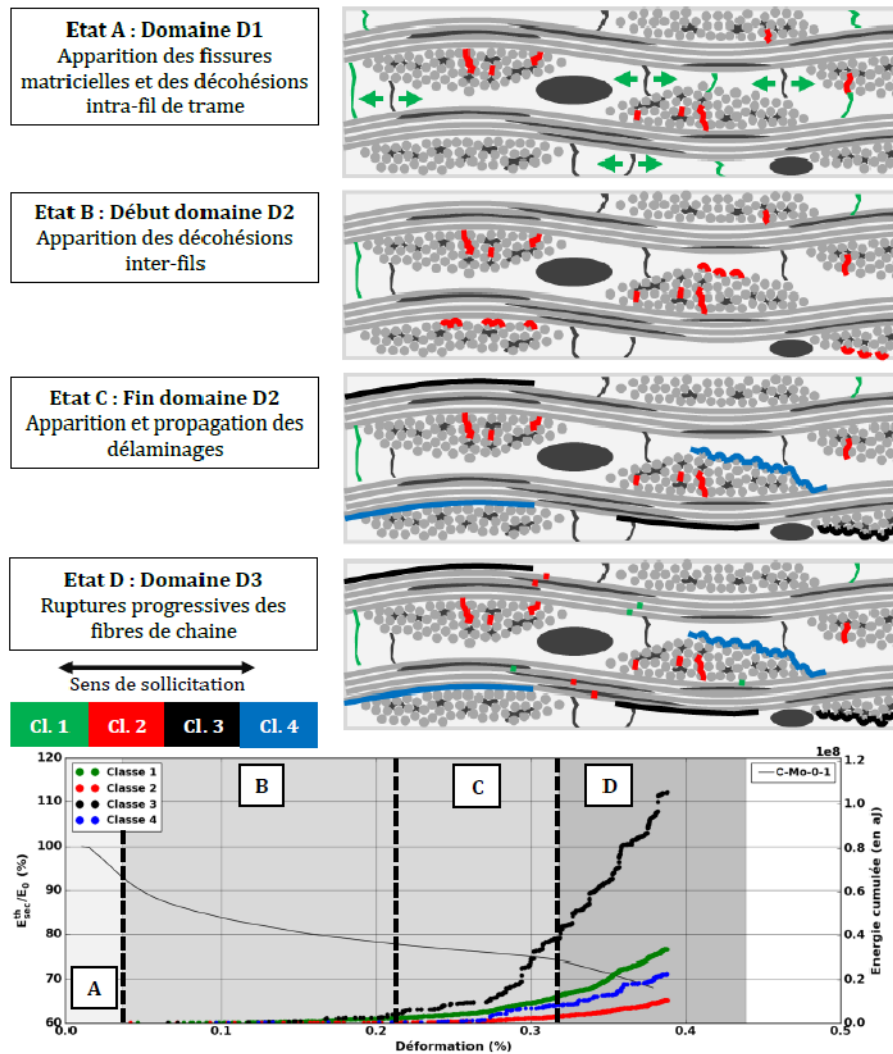


Figure 1.11 – Scénario d'endommagement d'un composite oxyde/oxyde en traction dans l'axe des fibres [26]

En dehors des axes de renfort, différentes études révèlent un changement drastique de comportement. C. Ben Ramdane [4], N. Guel [26] et O. Sally [27] ont tous trois observé un endommagement orienté par la microstructure. La micrographie réalisée après un essai de traction à 45° des axes des renforts présentée dans la Figure 1.12 (b) illustre ce phénomène. Cette dernière confirme l'orientation de l'endommagement par le réseau de fibres, y compris lors d'un essai sur des éprouvettes sollicitées à un angle de $22,5^\circ$ du sens trame.

Sur un type de composite proche de celui de l'ONERA, N. Guel a pu déterminer le scénario d'endommagement suivant : jusqu'à la contrainte maximale à environ 0,2% de déformation, peu de mécanismes opèrent : quelques fissures matricielles et des décohésions à l'intérieur des torons apparaissent. Au-delà de cette valeur et jusqu'à la rupture, une intensification de l'émission acoustique est notée avec la création et la propagation de délaminages. Ce scénario est schématisé par la Figure 1.12 (a). La direction de sollicitation par rapport aux axes du matériau ainsi que la microstructure de ce dernier ont une grande importance sur le comportement. Le comportement adoucissant observé lors de la deuxième partie de l'essai de N. Guel n'apparaît pas lors des essais à $\pm 45^\circ$ sur le composite ONERA. D'après lui, ce seraient les macropores qui auraient tendance à

favoriser les délaminages et qui entraîneraient une chute brutale des propriétés lors des essais hors axes. Ainsi, la présence de porosité dans les torons conduirait à un endommagement plus précoce et une diminution des contraintes maximales atteintes.

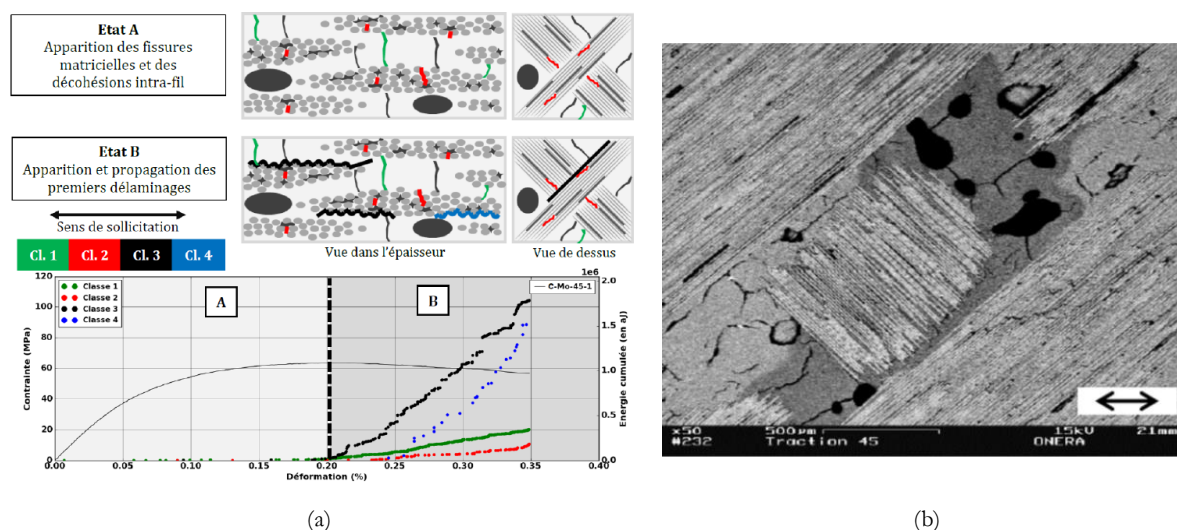


Figure 1.12 – (a) Scénario d’endommagement d’un composite oxyde/oxyde en traction à $\pm 45^\circ$ des fibres [26], (b) observation de la fissuration matricielle lors d’un essai de traction à $\pm 45^\circ$ [4]

1.2.4 Modélisation de l’endommagement

1.2.4.1 Modèles d’endommagement utilisés pour les composites

Différents modèles d’endommagement définis à l’échelle du pli sont proposés dans la littérature. Une première famille de modèle est basée sur l’observation expérimentale de l’endommagement (densité de fissures, taille de la zone endommagée). Ces modèles sont principalement développés pour des composites à plis unidirectionnels (UD) [28]–[32], dont les mécanismes d’endommagement sont relativement simples et bien connus. G. Couégnat [33] a proposé un modèle adapté à un composite à tissage 2,5D. L’identification de ce type de modèle peut être complexe et ceux-ci ne semblent pas toujours adaptés aux CMC dont les fissures matricielles sont bien plus petites que celles observées dans les CMO.

L’autre famille de modèles a recours à des variables qui ne caractérisent plus directement les mécanismes d’endommagement du matériau et traitent directement de l’effet de l’endommagement sur le comportement du matériau. Les mécanismes d’endommagement dictent le choix des variables. Il faut alors distinguer deux cas de figures. L’orientation de l’endommagement peut être définie par la microstructure (orientation des fissures dictées par le réseau de fibres) ou par le chargement (fissures généralement orthogonales à la direction du chargement).

Dans le cas d’un endommagement orienté par le chargement, les variables d’endommagement choisies sont des tenseurs d’ordre 2 ou 4. P. Ladeveze [34] propose l’écriture de la variable d’endommagement par des tenseurs d’ordre 4, alors que J.-F. Maire et J.-L. Chaboche [35], [36]

proposent une approche mixte. Celle-ci consiste à décrire l'endommagement à l'aide de variables scalaires ou de tenseurs d'ordre 2, et de prendre en compte son effet à l'aide d'un tenseur d'ordre 4. Cela rend notamment l'identification du modèle plus facile.

Pour les matériaux dont l'endommagement est contrôlé par la microstructure, de simples variables scalaires sont utilisées. Différents modèles ont été développés en fonction du renfort considéré, particulièrement pour les composites unidirectionnels. On peut notamment citer « ONERA Progressive Failure Model » de F. Laurin *et al.* [37] ou encore le méso-modèle d'endommagement pour stratifiés de P. Ladeveze et E. Le Dantec [38]. Différentes stratégies ont été appliquées pour développer des modèles adaptés aux tissés 2D. P. Maimi *et al.* [39] ont développé une approche 2D sous l'hypothèse de contraintes planes. C. Hochard *et al.* [40] ont proposé une adaptation du modèle de P. Ladeveze et E. Le Dantec [38] aux composites tissés 2D. Dans leur modèle, chaque pli est considéré comme la superposition d'un pli UD à 0° et d'un autre à 90° , sollicité avec la même déformation. Une illustration de leur méthode est proposée par la Figure 1.13.

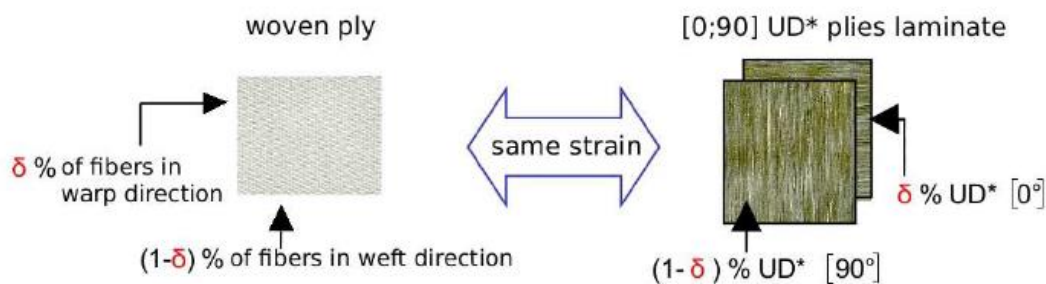


Figure 1.13 – Principe du modèle d'endommagement adapté aux tissés 2D [41]

Dans ce modèle, trois variables d'endommagement ont été choisies pour représenter les endommagements dans les sens trame, dans le sens chaîne et la diminution du module de cisaillement.

L. Marcin [42] a développé un modèle de type ODM pour les CMO tissés 3D (ODM-CMO). Un modèle adapté aux composites oxyde/oxyde a également été développé à l'ONERA lors de la thèse de C. Ben Ramdane [4]. Ce modèle a été étendu aux essais de fatigue par O. Sally [27].

Enfin, un modèle d'endommagement a été proposé par H. Liu *et al.* [43] pour un composite constitué de fibres N610 renforçant une matrice $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-ZrO}_2$. L'évolution de l'endommagement du matériau sous des charges multiaxiales cycliques a été étudiée.

Le modèle développé à l'ONERA utilisé dans ce travail fera l'objet d'une description plus détaillée dans le paragraphe suivant.

1.2.4.2 La famille des modèles ODM

La famille de modèles développée à l'ONERA (dits ONERA Damage Model, ODM) [44], est définie dans le cadre de la mécanique des milieux continus (ou thermodynamique des processus irréversibles), à l'échelle macroscopique. Le matériau est donc considéré comme « homogène

équivalent», c'est à dire que dans tout élément de volume considéré le matériau est défini comme homogène. Ces modèles sont écrits sous l'hypothèse d'état local : les variables d'état définies en un point sont considérées comme indépendantes de celles définies en tout autre point. Ces modèles sont aussi formulés dans le cadre de la mécanique continue de l'endommagement (CDM pour Continuous Damage Mechanics). Cette théorie repose sur l'utilisation d'une variable continue pour décrire un endommagement diffus et progressif dans le matériau. Cet endommagement à l'échelle microscopique se répercute à l'échelle macroscopique par une réduction de la rigidité du matériau (Figure 1.14). Bien que moins proche de la physique qu'une approche discrète de l'endommagement, elle possède l'avantage d'être plus facilement intégrable dans les codes de calcul.

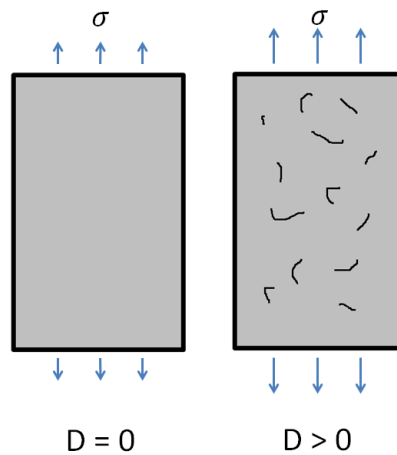


Figure 1.14 – Schématisation de l'endommagement dans le cadre de la CDM : réduction de la rigidité du matériau (D est la variable d'endommagement)

Ils sont aussi thermodynamiquement admissibles. Les équations de la mécanique des milieux continus sont donc respectées et la représentation des phénomènes se produisant dans le matériau est assurée. L'admissibilité thermodynamique se vérifie avec l'équation de Clausius-Duhem :

$$\boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} - \rho(\dot{\Psi} + s\dot{T}) - \vec{q} \cdot \frac{\overrightarrow{\text{grad}}(T)}{T} \geq 0 \quad (1-1)$$

où $\boldsymbol{\sigma}$ est le tenseur des contraintes, $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}$ la vitesse de déformation, ρ la masse volumique, Ψ l'énergie libre spécifique, s l'entropie spécifique, T la température, et \vec{q} le flux de chaleur reçu.

L'évolution du matériau et, plus particulièrement, la dégradation de ses propriétés est décrite par des variables internes : les variables d'endommagement. Elles peuvent être définies comme des variables scalaires (associées à une direction) ou des variables tensorielles (d'ordre 2 ou 4) [35]. De plus, comme dans la plupart des modèles d'endommagement, ce dernier est irréversible.

Dans les modèles ODM, le potentiel thermodynamique utilisé est l'énergie libre de Helmholtz (Ψ). Le choix de ce potentiel s'accompagne du choix des variables d'état suivantes :

- Le tenseur des déformations $\boldsymbol{\varepsilon}$
- Les 3 variables internes d'endommagement $d_i, \forall i = 1,2,3$
- La température T

La variation de l'énergie libre d'Helmholtz s'écrit donc :

$$\dot{\Psi} = \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} + \sum_i \frac{\partial \Psi}{\partial d_i} \dot{d}_i + \frac{\partial \Psi}{\partial T} \dot{T} \quad (1-2)$$

ce qui permet d'écrire :

$$\left(\boldsymbol{\sigma} - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} \right) : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} - \rho \sum_i \frac{\partial \Psi}{\partial d_i} \dot{d}_i - \rho \left(s + \frac{\partial \Psi}{\partial T} \right) \dot{T} - \vec{q} \cdot \frac{\overrightarrow{\text{grad}}(T)}{T} \geq 0 \quad (1-3)$$

Pour une transformation élastique, réversible, isotherme, sans modification des variables d'endommagement l'expression précédente s'écrit :

$$\boldsymbol{\sigma} = \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} \quad (1-4)$$

Le tenseur des contraintes, qui correspond donc à la force thermodynamique associée au tenseur des déformations, est obtenu par dérivation du potentiel.

On peut définir de manière analogue les forces thermodynamiques y_i associées aux variables internes d_i :

$$y_i = -\rho \frac{\partial \Psi}{\partial d_i} \quad (1-5)$$

Ainsi, pour une transformation réversible à température homogène, sans modification des variables internes, l'expression (1-3) se réécrit :

$$s = -\frac{\partial \Psi}{\partial T} \quad (1-6)$$

On peut donc relier à chaque instant les variables d'état $(\boldsymbol{\varepsilon}, d_i, T)$ aux variables associées $(\boldsymbol{\sigma}, y_i, s)$. A partir des lois d'évolution des variables internes, le terme de dissipation est défini dans (1-7). Celui-ci doit être positif pour que l'inégalité de Clausius-Duhem soit vérifiée :

$$\phi = \sum_i y_i \dot{d}_i - \vec{q} \cdot \frac{\overrightarrow{\text{grad}}(T)}{T} \geq 0 \quad (1-7)$$

Soit, pour une transformation isotherme :

$$\sum_i y_i \dot{d}_i \geq 0 \quad (1-8)$$

Le potentiel thermodynamique utilisé dans les modèles ODM est le suivant :

$$\Psi = \frac{1}{2\rho} ({}^t \boldsymbol{\varepsilon}^* : \mathbb{C}^{eff} : \boldsymbol{\varepsilon}^*) - \Psi^0 - \Psi^r - \Psi^s \quad (1-9)$$

où :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^* = \boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^{th} - \boldsymbol{\varepsilon}^0 \quad (1-10)$$

et :

$$\begin{cases} \Psi^0 = \frac{1}{2\rho} ({}^t \boldsymbol{\varepsilon}^* : \mathbb{C}^0 : \boldsymbol{\varepsilon}^0 + {}^t \boldsymbol{\varepsilon}^0 : \mathbb{C}^0 : \boldsymbol{\varepsilon}^*) \\ \Psi^r = \frac{1}{2\rho} ({}^t \boldsymbol{\varepsilon}^* : \mathbb{C}^0 : \boldsymbol{\varepsilon}^r + {}^t \boldsymbol{\varepsilon}^r : \mathbb{C}^0 : \boldsymbol{\varepsilon}^*) \\ \Psi^s = \frac{1}{2\rho} ({}^t \boldsymbol{\varepsilon}^* : \mathbb{C}^0 : \boldsymbol{\varepsilon}^s + {}^t \boldsymbol{\varepsilon}^s : \mathbb{C}^0 : \boldsymbol{\varepsilon}^*) \end{cases} \quad (1-11)$$

avec :

- $\boldsymbol{\varepsilon}$ Tenseur des déformations totales
- $\boldsymbol{\varepsilon}^*$ Tenseur des déformations élastiques
- $\boldsymbol{\varepsilon}^{th}$ Tenseur des déformations dues à la dilatation thermique
- $\boldsymbol{\varepsilon}^0$ Tenseur des déformations correspondant à la fermeture des fissures
- $\boldsymbol{\varepsilon}^r$ Tenseur des déformations résiduelles
- $\boldsymbol{\varepsilon}^s$ Tenseur des déformations stockées
- \mathbb{C}^0 Tenseur des rigidités élastiques initiales
- \mathbb{C}^{eff} Tenseur des rigidités effectives

Le tenseur des rigidités effectives est l'inverse du tenseur des souplesses associé :

$$\mathbb{C}^{eff} = \mathbb{S}^{eff} = (\mathbb{S}^0 + \Delta\mathbb{S}^{eff}) \quad (1-12)$$

avec $\Delta\mathbb{S}^{eff}$ la variation de souplesse causée par l'endommagement de la matrice.

On obtient finalement la loi de comportement dans le cadre des modèles ODM appliqués aux CMC :

$$\boldsymbol{\sigma} = \mathbb{C}^{eff} : (\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^{th} - \boldsymbol{\varepsilon}^0) - \mathbb{C}^0 : (\boldsymbol{\varepsilon}^r + \boldsymbol{\varepsilon}^s - \boldsymbol{\varepsilon}^0) \quad (1-13)$$

1.3 Généralités sur le fluage

La réponse mécanique d'une céramique frittée lors d'un essai de fluage est souvent décrite par une courbe en trois étapes comme illustré par la Figure 1.15. Suite à l'application d'une charge à haute température, la déformation élastique est suivie d'un premier domaine non linéaire lors duquel la vitesse de fluage décroît avec le temps. Une partie des mécanismes de déformation est alors viscoélastique, c'est-à-dire que la déformation est partiellement réversible. Les mécanismes microstructuraux associés sont essentiellement intergranulaires : les grains se repositionnent grâce à une redistribution réversible de la phase intergranulaire (glissement intergranulaire).

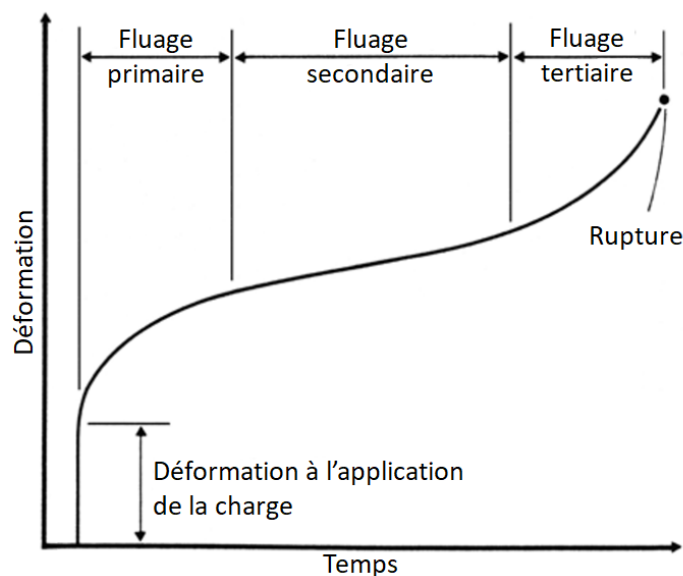


Figure 1.15 – Représentation schématique d'une courbe de fluage

Le troisième stade de fluage est parfois observé dans les céramiques et se caractérise par une augmentation de la vitesse de déformation. Il est associé à l'endommagement du matériau : plus le matériau flue, plus les déformations s'accommodent par cavitation qui endommage le matériau. La contrainte effective vue par le matériau augmente alors jusqu'à la rupture. Il s'agit d'un domaine peu intéressant car de courte durée et précédant de peu la rupture.

Le stade II, ou fluage stationnaire, voit la déformation croître à une vitesse constante contrôlée par des mécanismes de diffusion. Il s'agit du domaine dans lequel les matériaux passent généralement la plus grande partie de leur durée de vie, donc la plus intéressante du point de vue des applications. Dans son expression la plus générale, la vitesse de fluage s'écrit :

$$\dot{\epsilon}_{II} = K \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1-14)$$

avec K la constante de proportionnalité (en s⁻¹), b la norme du vecteur de Burgers (en μm), d la taille de grain (en μm), p l'exposant de taille de grain, σ la contrainte appliquée (en MPa), G le module de cisaillement (en MPa), n l'exposant de contrainte, Q l'énergie d'activation du mécanisme de fluage (en J.mol⁻¹), R la constante des gaz parfait (8,31 J.mol⁻¹.K⁻¹) et T la température (en K). D'autres expressions sont utilisées dans la littérature [45].

De nombreux travaux ont traité du fluage des alliages métalliques et de l'identification des mécanismes de fluage. Ceux-ci ont par la suite été transposés aux céramiques. Le fluage opère principalement par l'intermédiaire de deux mécanismes : le fluage par mouvement (généralement montée) de dislocations, à l'intérieur des grains et indépendant de leur taille (p = 0) et le fluage par diffusion (p ≠ 0). W. R. Cannon propose un résumé des mécanismes mis en jeu [46].

Pour les céramiques, les mécanismes contrôlant le fluage sont généralement le glissement aux joints de grains, les diffusions et les montées de dislocations, impliquant des exposants de contrainte proches de 1.

Deux familles se distinguent alors en fonction de la déformabilité ou non des grains, respectivement : glissement de Ratchinger ou de Lifshitz. En pratique, notamment sur les matériaux composites, plusieurs mécanismes opérants simultanément sont responsables de la déformation macroscopique mesurée.

Les vitesses de fluage stationnaires sont extraites (plus ou moins aisément) des courbes de fluage et une loi exprimant leur dépendance à la contrainte et à la température est déterminée. Il s'agit souvent d'une loi de type Norton (1-15) associée à un terme d'Arrhenius. Trois paramètres sont alors à déterminer : l'exposant de contrainte n, l'énergie d'activation Q et la constante de proportionnalité A.

$$\dot{\epsilon} = A \sigma^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1-15)$$

1.4 Effet de la température sur la microstructure et le comportement des fibres N610

La microstructure très fine des fibres N610 est à l'origine de leur résistance mécanique élevée. Ces microstructures fines ne sont malheureusement pas souvent stable thermodynamiquement et sont susceptibles d'évoluer en fonction de la température. C'est cette stabilité thermique que nous nous proposons d'investiguer dans la suite de ce paragraphe, en comparaison avec d'autres fibres oxydes.

1.4.1 Vieillessement thermique des fibres N610

M. Schmücker et P. Mechnich [47] ont étudié le grossissement des grains de fibres N610 traitées pendant 2h à 1400 °C. Le grossissement des grains d'une fibre isolée a été comparé à celui d'une fibre enrobée d'une matrice en alumine : la Figure 1.16 révèle des microstructures à cœur similaires, mais un grossissement plus important des grains périphériques quand la fibre est enrobée.

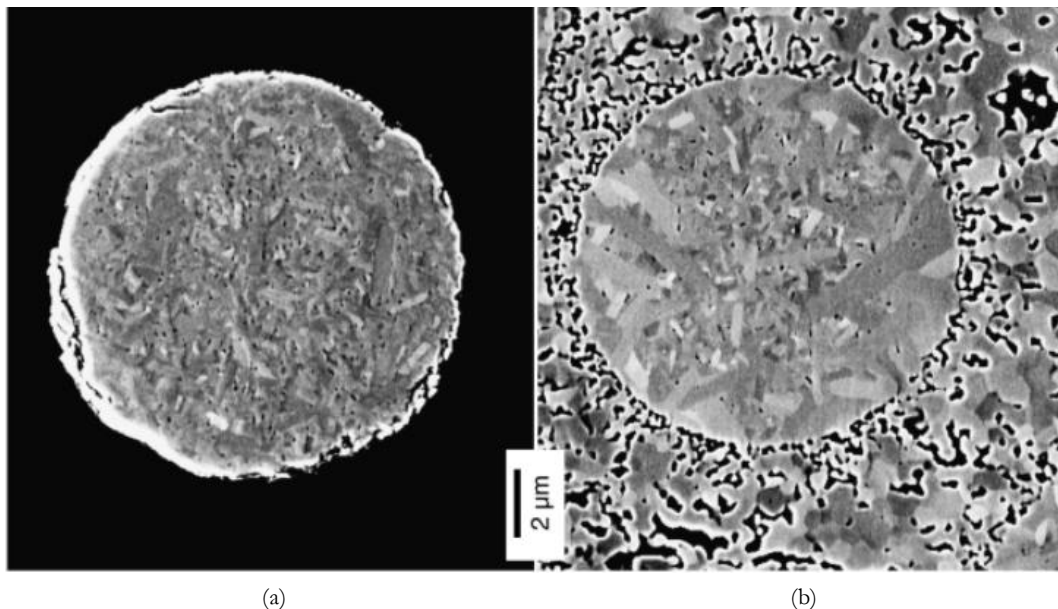


Figure 1.16 – Fibre N610 après traitement à 1400 °C pendant 2h : (a) fibre seule, (b) fibre enrobée de matrice d'alumine [47]

L'analyse à la microsonde de Castaing (EPMA) de la fibre enrobée de matrice révèle une forte diffusion du silicium (sous forme de silice) des fibres vers la matrice, tandis que l'oxyde de fer ne diffuse que très peu (Figure 1.17).

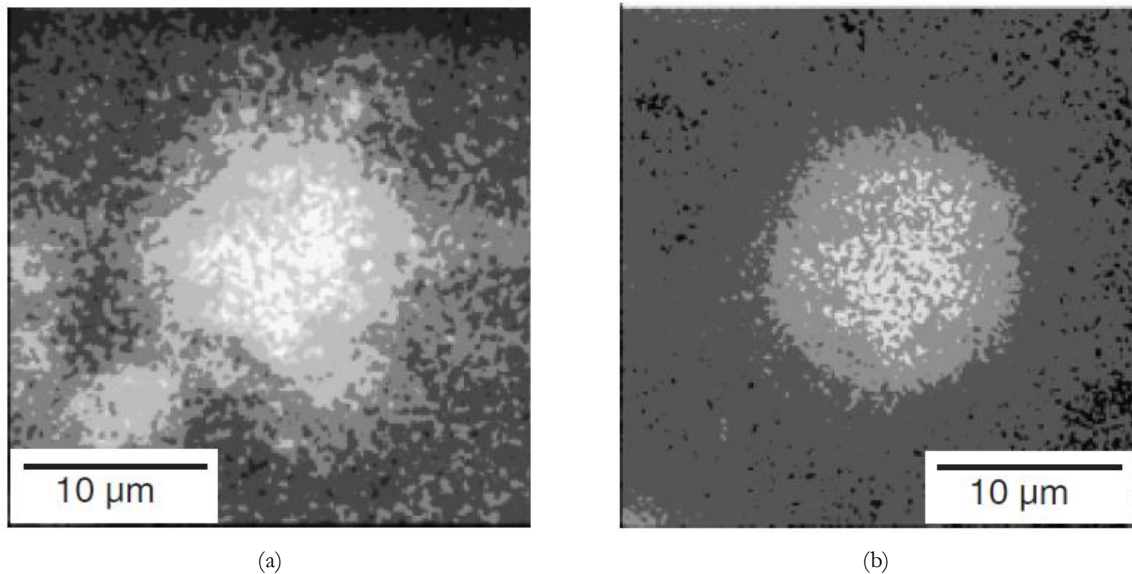


Figure 1.17 – Cartographie élémentaire du silicium (a) et du fer (b) observée sur une fibre enrobée d'une matrice d'alumine pure après 2h à 1400 °C [47]

Le même traitement thermique a été réalisé sur une fibre enrobée de matrice dans laquelle 1% en masse de SiO_2 a été ajouté. Dans ce cas, la microstructure de la fibre devient similaire à celle d'une fibre traitée seule et le gradient de taille de grain disparaît. Le dopage en silice, même en faible quantité, conduit également à la diminution des cinétiques de frittage de la matrice [47]. Par ailleurs, N. Louet *et al.* ont mis en évidence que l'ajout de SiO_2 en faible quantité pouvait ralentir les cinétiques de frittage de l'alumine en limitant la diffusion de l'oxygène [48]. L'oxyde de fer, qui constitue environ 0,5% de la masse des fibres, n'a pas beaucoup d'influence sur le grossissement des grains. Si le grossissement est moins marqué que dans le cas d'une matrice en alumine pure, il est toujours présent avec une matrice dopée en Fe_2O_3 . H. Song et R. L. Coble [49] proposent que la présence de certains couples de cations, par la formation d'une phase silicatée liquide, va faire croître les grains sous forme de plaquettes. Deux conditions sont toutefois nécessaires :

- un des cations doit avoir une valence supérieure à Al^{3+} et l'autre une valence inférieure ;
- un cation doit avoir un rayon ionique inférieur à celui de Al^{3+} et l'autre supérieur.

Les couples $\text{Ca}^{2+}/\text{Si}^{4+}$, $\text{Na}^+/\text{Si}^{4+}$, souvent présents dans les poudres d'alumine commerciales, respectent les conditions précédentes et pourraient donc expliquer cette croissance.

E. Vokmann *et al.* [50] ont comparé l'impact de la composition de la matrice et des conditions d'élaboration sur la taille des grains des fibres N610. Ils ont traité pendant 5 h à 1300 °C quatre composites commerciaux : WHIPOXTM, Keramikblech[®] type FW12, UMOXTM et OXIPOL. Des quatre matériaux considérés, le WHIPOXTM est le seul qui possède une matrice d'alumine pure. C'est aussi le seul dont les grains à cœur des fibres sont plus petits que ceux en périphérie : ratio entre cœur et périphérie de 0,78. Les trois autres composites voient les grains en périphérie grossir de manière préférentielle (ratios de 1,28 ; 1,19 et 1,22). Les matrices de ces composites contiennent de la silice (FW12 et OXIPOL) ou de la zircone stabilisée à l'yttrine (UMOX). Ces composés, connus pour limiter la taille de grains de l'alumine, pourraient diffuser de la matrice

vers les fibres. La périphérie perdrait donc les éléments qui empêchent le grossissement des grains.

Sous une contrainte de traction de 100 MPa, après vieillissement pendant 100 h à 1100 °C, C. J. Armani *et al.* [51] ont noté un faible grossissement des grains d'une fibre isolée. La taille moyenne des grains passe de 78 nm à 88 nm (sous air) ou à 97 nm (sous vapeur d'eau). La teneur en vapeur d'eau a un effet non négligeable sur la croissance des grains. L'observation des fibres traitées ne révèle pas de grossissement exagéré des grains. Ceci est confirmé par R. S. Hay *et al.* [52] qui ont quantifié le grossissement des grains des fibres N610. Des essais de vieillissement ont été réalisés à des températures comprises entre 1100 et 1500 °C, ce pour des temps compris entre 1 et 100 h. Un diamètre équivalent est utilisé pour comparer la taille de ces grains non sphériques. Son évolution est présentée Figure 1.18.

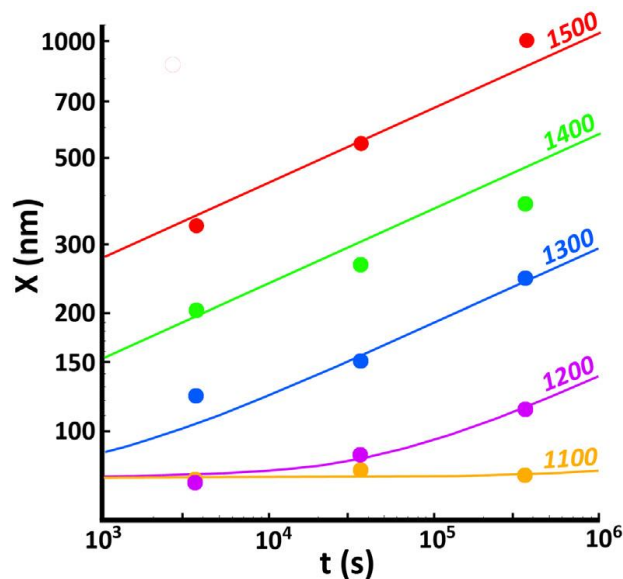


Figure 1.18 – Diamètre équivalent des grains après des traitements de 1 à 100h à des températures variant entre 1100 et 1500 °C [52]

Un traitement thermique prolongé à 1100 °C ne semble pas causer une augmentation excessive de la taille des grains. Toutefois, lorsque la température de traitement s'approche de la température d'élaboration (environ 1300 °C), même un faible temps de traitement conduit à une forte augmentation de la taille des grains.

R. S. Hay *et al.* [53] ont réalisé des essais de traction sur des mèches ayant subi des traitements analogues. La Figure 1.19 présente les contraintes à rupture expérimentales mesurées sur ces fibres traitées dans les coordonnées très spécifiques de Weibull. L'abscisse représente le logarithme de la contrainte appliquée, l'ordonnée croissant avec la probabilité de rupture.

On observe donc que les traitements thermiques tendent à diminuer globalement les contraintes à la rupture. L'évolution des pentes des courbes (caractéristiques de la dispersion des résistances à la rupture, module de Weibull) prouve que la sévérité du traitement thermique tendrait à augmenter la dispersion des résistances à la rupture.

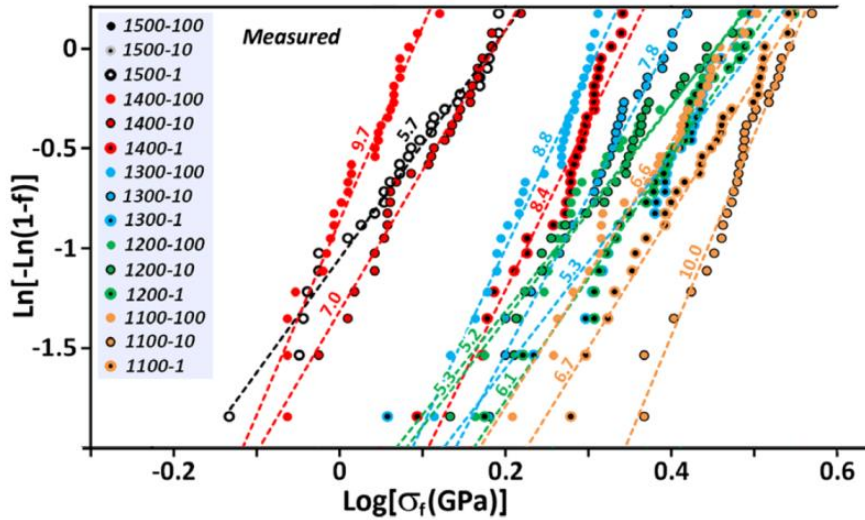


Figure 1.19 – Contrainte à rupture des fibres N610 après différents traitements thermiques dans les coordonnées de Weibull [53]

1.4.2 Fluage des fibres

Différentes études ont été conduites sur le fluage des fibres N610. Elles témoignent aussi de l'évolution de la fibre entre les années 1990 et aujourd'hui.

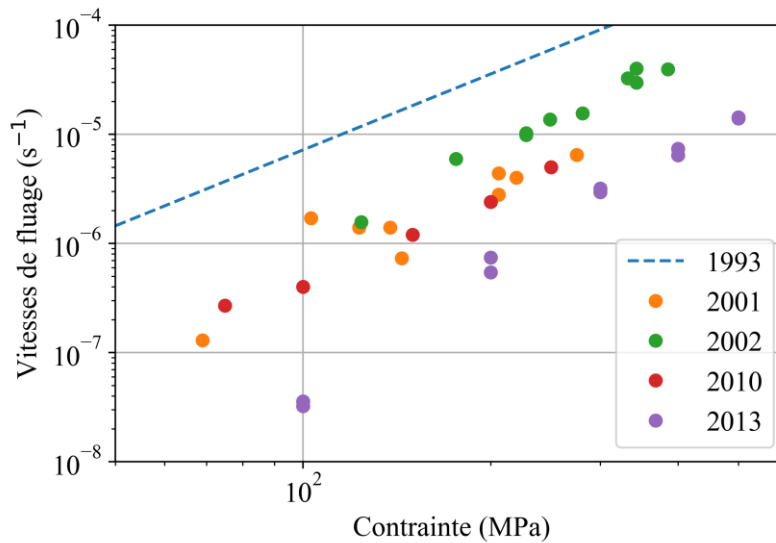


Figure 1.20 – Comparaison des cinétiques de fluage de la fibre N610 à 1100 °C [51], [54]–[57]

L'étude de H. M. Yun et C. Goldsby a été publiée en 1993 [54]. Elle a été réalisée entre 800 et 1050 °C. Leurs résultats ont été extrapolés afin de comparer les cinétiques de fluage stationnaire mesurées à 1100 °C sur des torons par V. H. Hammond et D. M. Elzey en 2002 [55], par S. Hackeman *et al.* en 2010 [56] et par C. J. Armani *et al.* en 2013 [51]. Contrairement aux autres études, D. M. Wilson et L. R. Visser [57] ont réalisé leurs essais en 2001 sur des monofilaments. La Figure 1.20 récapitule les résultats de ces essais. On peut constater qu'en vingt ans, les cinétiques de fluage ont été réduites de plus d'un ordre de grandeur !

Cette évolution de la fibre (qui a conservé le même nom commercial) est par ailleurs également remarquée sur les propriétés à rupture de la fibre à température ambiante dans l'article de D. M. Wilson et L. R. Visser [57]. On note une augmentation quasiment linéaire de la contrainte à rupture entre 1989 et 1999 (Figure 1.21). Il convient donc d'être particulièrement vigilant lors de l'utilisation de résultats expérimentaux issus de la littérature.

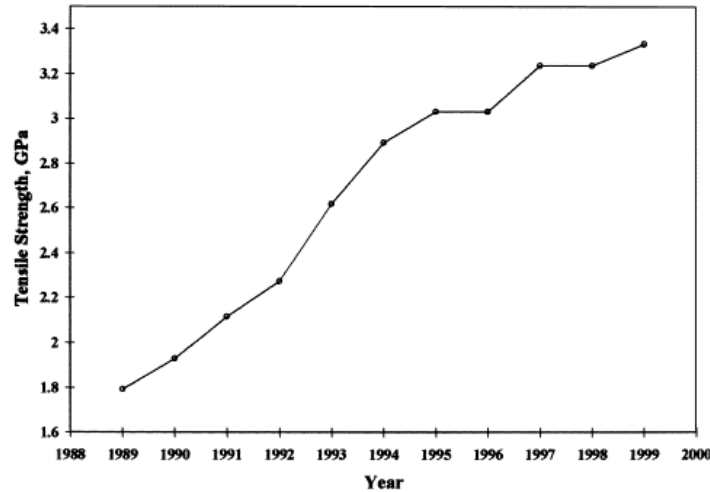


Figure 1.21 – Evolution de la contrainte à rupture de la fibre commerciale N610 entre 1989 et 1999

De ces résultats d'essais de fluage, il est possible de calculer un exposant de contrainte (n) qui intervient dans l'équation de Norton-Bailey (1-16) :

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n \quad (1-16)$$

où $\dot{\epsilon}$ est la vitesse de déformation en régime stationnaire (s^{-1}), σ la contrainte appliquée (MPa) et A ($s^{-1} \cdot MPa^{-n}$) le coefficient multiplicateur.

Les valeurs extraites de ces essais sont résumées dans le Tableau 1.4.

Yun et Goldsby 1993	Wilson et Visser 2001	Hammond et Elzey 2002	Hackeman <i>et al.</i> 2010	Armani <i>et al.</i> 2013
2,3	2,9	2,9	2,5	3,4

Tableau 1.4 – Valeurs des exposants de contrainte des fibres N610 calculés pour des essais à 1100 °C

De ces cinq études, malgré l'incertitude associée à la méthode de détermination de la vitesse de fluage secondaire, on peut retenir que les évolutions de la fibre ont abouti à une diminution des vitesses de fluage ainsi qu'une possible augmentation de la dépendance à la contrainte appliquée. C. J. Armani *et al.* ont mesuré des déformations de plusieurs pourcents, avec un maximum de 16,9 % à 1100 °C. Les céramiques, et plus particulièrement l'alumine, ont été étudiées pour leur comportement superplastique : il ne semble donc pas étonnant que la fibre puisse atteindre ces niveaux de déformation. L. A. Xue et I-W. Chen [58] ont noté l'apparition de ce comportement sur une alumine pure à grains fins (0,5 μm) à des température de 1250 °C.

De nombreuses études reprises dans [59] ont prouvé que le fluage de l'alumine se caractérisait par un exposant de contraintes inférieur à deux. Des mécanismes de montées de dislocations associés

au glissement intergranulaire contrôlent majoritairement le fluage de l'alumine monolithique. En raison de sa microstructure très particulière, la fibre N610 présente un exposant plus élevé, de l'ordre de 3. R. S. Hay *et al.* suggèrent que le fluage est gouverné par le glissement de dislocations [52].

La résistance au fluage peut être améliorée par des traitements thermiques à des températures proches de celles d'élaboration des fibres. S. Hackeman *et al.*[56] ont tracé la vitesse de fluage stationnaire de mèches de fibres après traitement thermique, en fonction de la contrainte appliquée (Figure 1.22). Les vitesses de fluage diminuent avec l'augmentation du temps et de la température de traitement. Cette réduction est de manière classique associée à une augmentation de la taille des grains. Simultanément, on observe une diminution de la contrainte à rupture. A 1100 °C et sous 200 MPa, la déformation à rupture diminue de 9,5% à respectivement 2 et 1,1 % sur les fibres traitées à 1300 et 1350 °C.

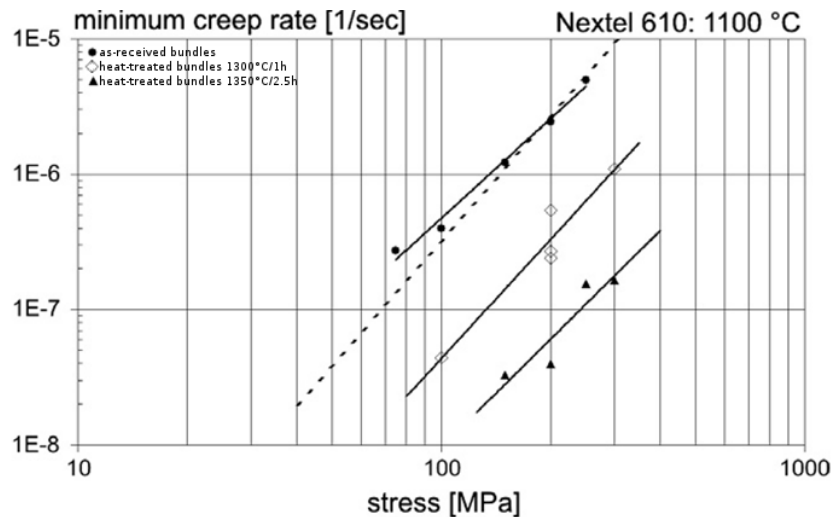


Figure 1.22 – Vitesses estimées de fluage stationnaire des fibres N610 après différents traitements thermiques [56] (pointillés : essais sur mèches sans traitement thermique issus de [57])

J. C. Goldsby *et al.* [13] ont réalisé des traitements à plus faible température mais plus longs (1100 °C pendant 100 h). Ils obtiennent une réduction significative des cinétiques de fluage lors d'essais à 980 °C. Dans ces conditions de traitement, la taille de grain ne semble pas être modifiée. L'augmentation de la résistance au fluage est alors attribuée à la modification de la morphologie et de la chimie des joints de grains qui va diminuer la capacité du glissement.

1.4.3 Effet de l'atmosphère sur le fluage des fibres

C. J. Armani *et al.* ont aussi étudié le fluage des fibres N610 sous vapeur d'eau. La Figure 1.23 illustre l'effet de la vapeur d'eau sur les cinétiques de fluage de la fibre N610. On constate que, malgré la stabilité chimique théorique de l'alumine en atmosphère oxydante, une ambiance de vapeur d'eau peut conduire à une augmentation d'un facteur 10 des cinétiques de fluage.

L'étude de R. S. Hay *et al.* [52] révèle les différents mécanismes de déformation activés. Sous vapeur d'eau, 10 à 20% de la déformation viscoplastique provient de la cavitation et les grains

tendent à rester équiaxes (non déformés). Deux mécanismes opèrent donc simultanément : le glissement aux joints de grains et la cavitation.

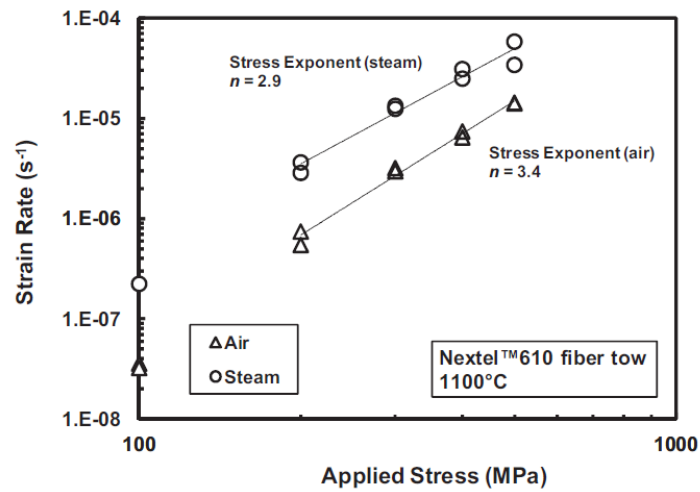


Figure 1.23 – Cinétiques de fluage stationnaire des fibres N610 sous air et sous vapeur d'eau à 1100 °C en fonction de la contrainte appliquée [51]

1.4.4 Comparaison de la N610 à des fibres plus stables en température

Les fibres N610 sont connues pour leurs propriétés mécaniques élevées, mais qui décroissent malheureusement assez rapidement lorsque la température augmente. 3M a donc développé deux autres variétés plus réfractaires : les fibres N720 (§1.1.2) et les fibres N650. Cette dernière, qui n'est plus commercialisée, était composée de 90% massique d'alumine et de 10% massique de zirconie yttrée qui permettait un allongement à rupture plus important et limitait le grossissement des grains d'alumine.

La Figure 1.24, issue d'une étude de D. M. Wilson [12], compare les évolutions des contraintes à rupture des fibres N610, N650 et N720 en fonction de la température.

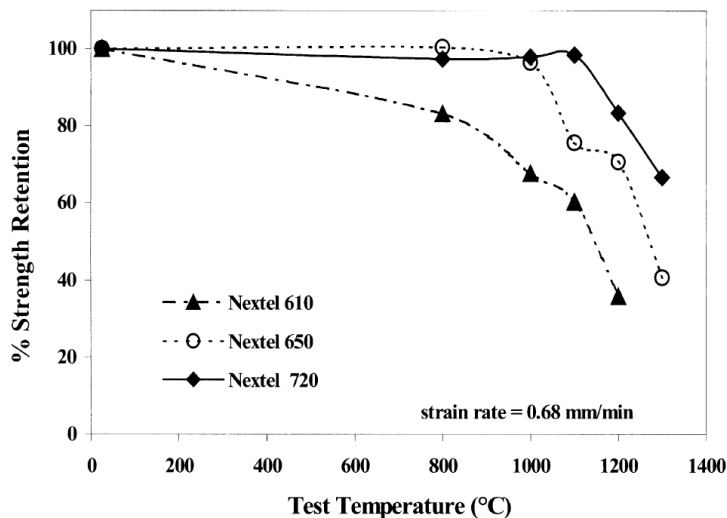


Figure 1.24 – Pourcentage de contrainte à rupture résiduelle en fonction de la température pour les fibres N610, N650 et N720 [12]

Ces résultats confirment la meilleure stabilité de fibres N650 et N720 puisqu'à 1000 °C, leurs résistances sont équivalentes à celles mesurées à l'ambiante tandis que les fibres N610 ont perdu 40% de leur résistance. Cependant, malgré cette dégradation thermique, la fibre N610 conserve une résistance élevée. On note respectivement, pour les fibres N610, N650 et N720 à 1000 °C, une contrainte à rupture de 2,2, 2,7 et 2,5 GPa.

Outre la stabilité en température, pour de nombreuses applications, il est important que les cinétiques de fluage restent faibles. Une étude du fluage de ces fibres a été menée à l'ONERA en 2003 [60], suivant la méthode développée par G. N. Morscher et J. A. DiCarlo [61], qui consiste à chauffer des boucles de fibres de rayons différentes. Après traitement thermique, la boucle est libérée et le rayon de courbure résiduel est mesuré. Il est alors possible de calculer le taux de relaxation m qui vaut 0 lorsque la contrainte est totalement relaxée (courbure inchangée) et 1 quand la fibre ne s'est pas relaxée (la fibre redevient rectiligne). La Figure 1.25 permet de comparer la relaxation de différentes fibres oxyde traitées 1 h à des températures comprises entre 900 et 1700 °C. La gamme Nextel est comparée aux fibres développées par Dupont, la FP (en alumine pure) et la PRD 166 (alumine/zircone), ainsi qu'à la fibre Saphikon de Saint-Gobain (alumine monocristalline sous forme de saphir).

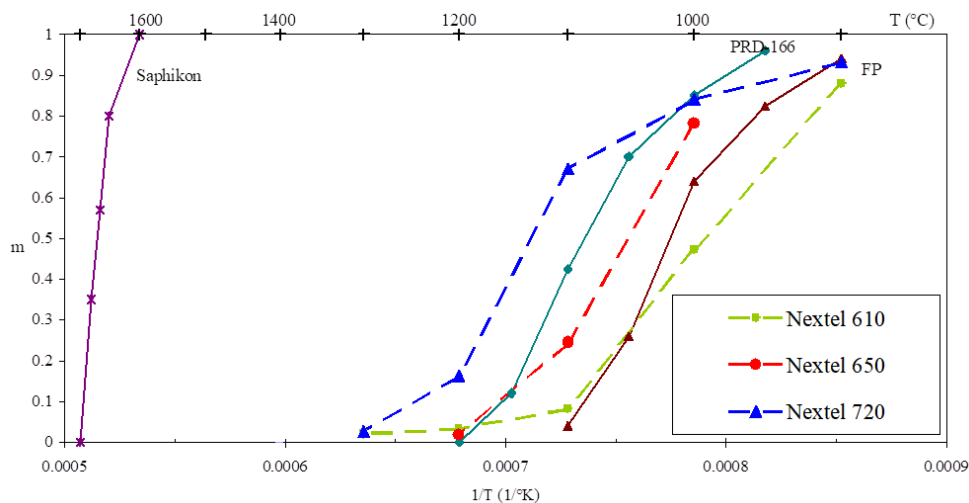


Figure 1.25 – Comparaison du taux de relaxation de différentes fibres après un traitement thermique d'une heure [60]

Comparé à la fibre N610, la microstructure fine composée de zircone et d'alumine submicronique de la fibre N650 limite la relaxation de contrainte. La fibre N720, composée de grains de mullite de plus grandes dimensions, présente la valeur de m la plus élevée et donc la meilleure résistance au fluage.

Cette figure permet aussi de noter l'importance de la texturation des fibres N610 illustrée par la Figure 1.3. Les fibres N610 et les fibres FP (elles aussi en alumine pure), malgré des grains 5 fois plus petits pour les premières, possèdent des taux de relaxation équivalents.

Ces observations sont confirmées par l'étude du fluage réalisée en 2004 par A. Poulon-Quintin *et al.* [62]. Les résultats de fluage entre 1100 et 1300 °C des trois fibres de la gamme Nextel, ainsi que la fibre FP et la fibre PRD-166 sont récapitulés dans la Figure 1.26.

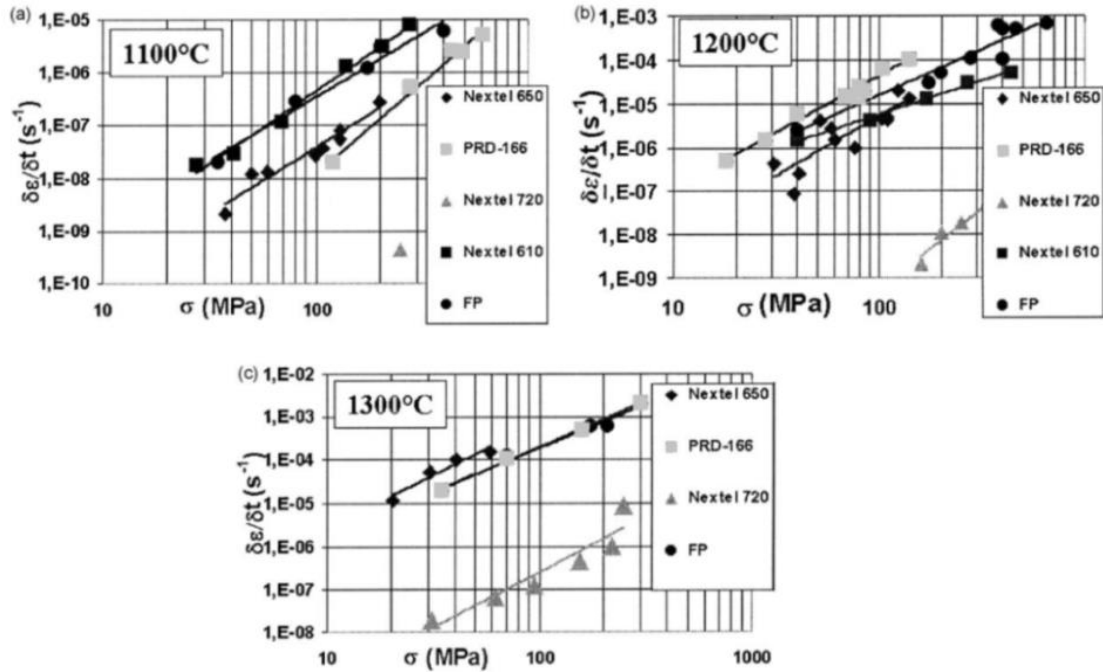


Figure 1.26 – Comparaison des cinétiques de fluage des fibres N610, N650, N720, FP et PRD-166 entre 1100 et 1300 °C [30]

Le développement d'une nouvelle fibre oxyde (CeraFib 75) est en cours en Allemagne. Cette fibre possède un diamètre compris entre 10 et 12 μm et est composée de 75% en masse d'alumine et de 25% de silice [63]. Contrairement à la fibre N720 qui possède un squelette de mullite avec des petits grains d'alumine, cette fibre est constituée de plus de 96% en masse de mullite.

A température ambiante les deux fibres se caractérisent par des modules d'Young similaires : 225 ± 25 GPa pour la fibre CeraFib 75 contre 221 ± 16 GPa pour la N720. Cependant, cette nouvelle fibre ne peut pas être considérée comme mature car possédant trop de défauts de taille inacceptable pénalisant sa résistance à la rupture.

Lors d'une augmentation de température, les propriétés de la fibre Cerafib sont mieux conservées : 21% de la contrainte à rupture de référence à 1400 °C contre 11% pour la N720. Cette fibre de mullite possède toutefois une cinétique de fluage légèrement supérieure à 1200 °C. L'effet du vieillissement a aussi été étudié par des traitements d'une durée de 25 heures à des températures comprises entre 1000 et 1400 °C [64]. Après ces traitements, une augmentation du module d'Young a été noté pour les deux fibres, respectivement à partir de 1200 °C et 1300 °C pour les fibres N720 et CeraFib. Cette rigidification a été attribué à une augmentation de la teneur en alumine α .

1.5 Effet de la température sur le comportement mécanique des composites à fibres N610

L'effet de la température sur les fibres N610 a été étudié, principalement à des températures supérieures à 1000 °C où une modification de leur microstructure a été observée. De plus, elles possèdent des cinétiques de fluage élevées dès 1100 °C.

1.5.1 Comportement sous sollicitations monotones

M. B. Ruggles-Wrenn *et al.*, ainsi que P. R. Jackson *et al.*, ont proposé une étude des propriétés de composites à fibres N610 incorporées à une matrice d'alumine après avoir été revêtues, ou non, de monazite [18], [21], [65].

Il faut tout d'abord noter que les composites n'ont pas tous été élaborés de la même manière. En effet, les plaques réalisées pour les deux premières publications [18], [21].ont été réalisées par enroulement filamentaire. Les fibres désensimées puis revêtues d'un précurseur de monazite ont été infiltrées par un bain contenant un mélange de précurseur d'alumine et de poudre d'alumine. Les bandes unidirectionnelles ont alors été placées dans un moule suivant un empilement constitué de 8 plis, les 4 premiers étant orientés à 0/90/0/90 et les 4 suivants en symétrie miroir (noté par convention [(0/90)_{2s}]). L'empilement a été ensuite séché sous vide puis fritté à 1200 °C sous air pendant 5h.

Les plaques utilisées dans la dernière étude [65] ont été réalisées suivant un procédé de filtration sous pression. Un empilement de tissus analogue au précédent a été imprégné par une suspension d'alumine sous pression. Les empilements ont ensuite été séchés puis traités à 1200 °C pendant 5h. Les éprouvettes découpées dans ces plaques seront repérées par un astérisque (*). Les résultats d'essais de traction sur ces matériaux entre la température ambiante et 1200 °C sont répertoriés dans le Tableau 1.5.

Température (°C)	Contrainte Max (MPa)	Déformation à rupture (%)	Module d'Young (GPa)	Taux de fibres (%vol)	Taux de porosité (%vol)
N610/Monazite/Alumine (N610/M/A)					
23 (*)	105	0,20	64	29	35
900	180	0,31	83	45	34
900 (*)	107	0,19	55	29	35
1000	162	0,28	78	43	36
1100	157	0,34	76	40	37
1200	130	1,52	50	44	35
N610/Alumine (N610/A)					
23	117	0,09	129	52	25
900 (*)	75	0,07	75	35	30
1100	105	0,11	116	52	25
1200	95	0,46	49	47	27

Tableau 1.5 – Propriétés en traction en température de composites oxyde/oxyde à fibres N610 [18], [21], [65]

En traction, pour des températures inférieures à 1100°C, les composites N610/A présentent un comportement quasi-linéaire jusqu'à rupture. La température conduit globalement à une diminution du module d'Young et de la contrainte à rupture, pour une déformation à rupture quasiment constante. Les faciès de rupture sont quasiment plan ce qui indique une densification de la matrice. Un comportement similaire est observé pour les composites N610/M/A jusqu'à une déformation de 0,1%. A partir de ce niveau de déformation, l'endommagement diffus permis par l'interphase provoque une courbure. Pour les deux natures de composites, le comportement change drastiquement à 1200 °C (Figure 1.27).

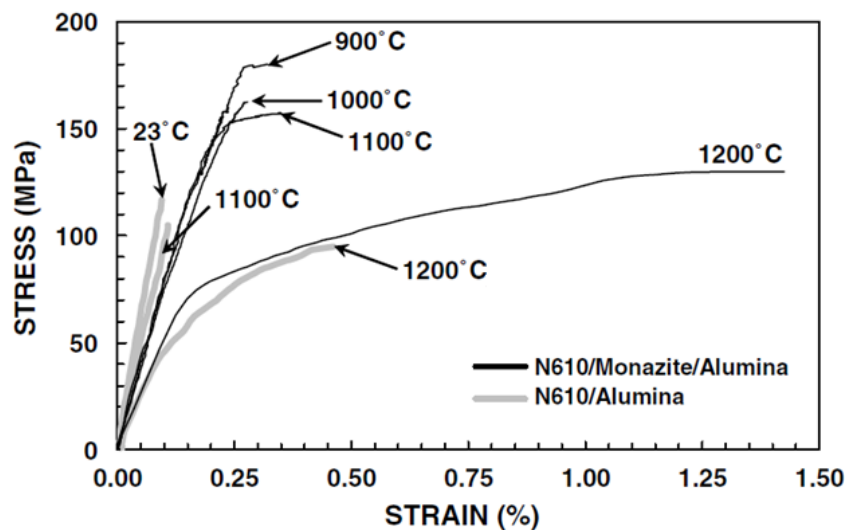


Figure 1.27 – Evolution du comportement mécanique de composites N610/Alumine avec et sans interphase en fonction de la température [18]

Le module d'élasticité chute de plus de 30% et les déformations à rupture deviennent 4 à 5 fois plus importantes qu'à 1100 °C.

P. R. Jackson *et al.* ont étudié le comportement de ces composites avec et sans interphase, en compression, jusqu'à 1100 °C [21]. Dans cette étude, toutes les éprouvettes ont été élaborées par filtration sous pression. La Figure 1.28 illustre la dissymétrie du comportement en traction et en compression, à l'ambiante comme à haute température.

En température, le module d'élasticité en compression des composites N610/A, est plus important que celui en traction. A température ambiante et à 900 °C, les courbes sont quasiment linéaires et atteignent des contraintes et des déformations à rupture plus importantes en compression qu'en traction. Ce phénomène est également observé à 1100 °C mais la diminution de pente associée à l'élévation de la contrainte est plus marquée, aboutissant presque à un plateau. Les auteurs expliquent que l'endommagement du composite en compression est lié au microflambage des fibres suivant l'axe la sollicitation.

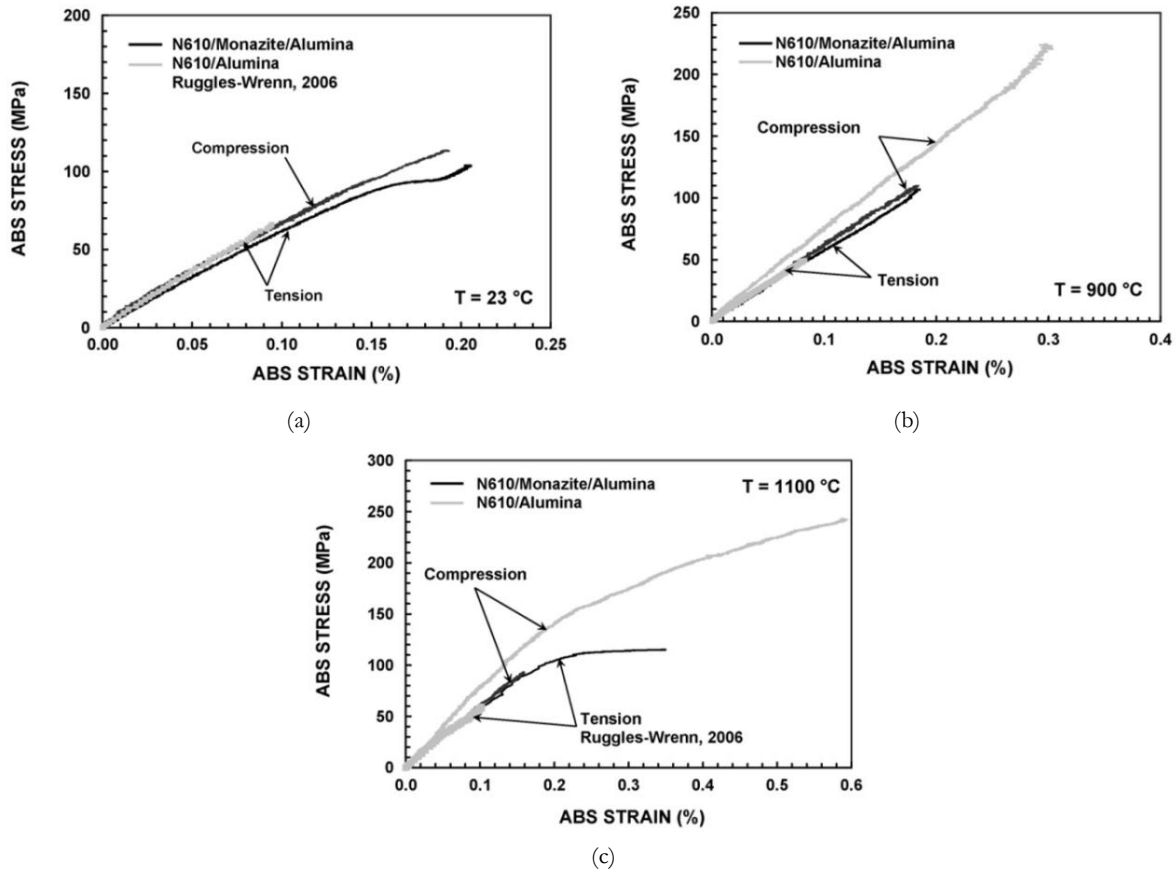


Figure 1.28 – Courbes contrainte/déformation des composites N610/M/A et N610/A en traction et compression à différentes températures [21]

Les composites dont l'élaboration a été décrite par E. Volkman (cf. §1.1.3, référence [15]) ont été testés en traction à différentes températures. Le Tableau 1.6 résume les principales caractéristiques de ces composites. La composition de la matrice influe sur la chute des propriétés mécaniques (module d'Young, contrainte à rupture) en fonction de la température d'essai pour les trois matériaux. Le WHIPOX subit une dégradation progressive de ses propriétés avec l'augmentation de la température avec des chutes respectives d'environ 30 et 70% du module à 1000 et 1200 °C. A ces températures, la contrainte à rupture est 40% plus faible qu'à température ambiante.

	UMOX	WHIPOX	OXIPOL
Elaboration	PIP	Enroulement filamentaire	PIP
Empilement	0/90° (unidirectionnels)	Enroulement ± 30°	0/90° (tissé)
Matrice	Mullite/SiOC	Alumine	SiOC
Interphase	Fugitive	x	Fugitive
Taux de fibre	50	37	43
Taux de porosité	12	25	15

Tableau 1.6 – Principales caractéristiques des composites élaborés par Volkman [15]

L'OXIPOL, avec sa matrice en SiOC, subit une dégradation en deux étapes, à 1000 et 1200 °C. La contrainte à rupture est divisée par deux entre l'ambiante et 1000 °C tandis que son module d'Young reste inchangé. A 1200 °C, c'est le module qui est diminué d'un facteur deux, alors que

la contrainte à rupture reste proche de celle mesurée à 1000 °C. Enfin, sur l'UMOX, on note une diminution progressive du module d'élasticité avec la température et, comme pour l'OXIPOL, une chute de la contrainte de l'ordre de 40% à 1000 °C, qui reste stable jusqu'à 1200 °C. On notera que ces deux matériaux se caractérisent par leur faible taux de porosité (<15%) [66]. La Figure 1.29 compare les faciès de rupture des différents matériaux. Elle illustre la fragilisation des WHIPOX et OXIPOL induite par la température. L'UMOX ne révèle que très peu d'extractions des fibres.

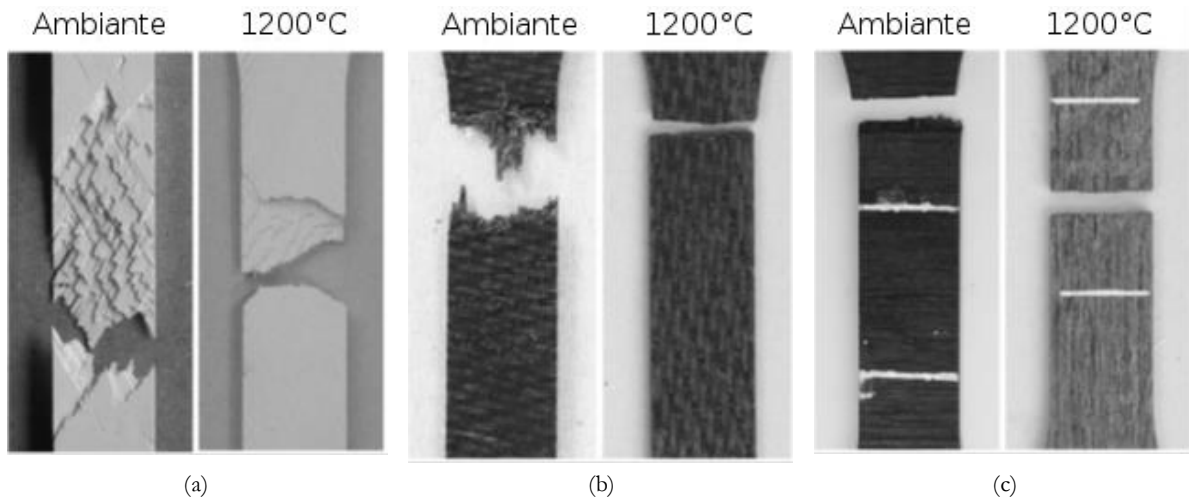


Figure 1.29 – Faciès de rupture à température ambiante et 1200 °C pour un composite WHIPOX (30°) (a), un OXIPOL (0/90°) (b) et un UMOX(0/90°) (c) [15]

R. Jiang *et al.* [67] ont élaboré et étudié en température un composite à renfort composé de fibres N610. Leur matériau était constitué de 14 plis pour une fraction volumique de fibre de 42%, la matrice de silice est obtenue par un procédé sol-gel et le taux de porosité moyen a été estimé à 18,4%. Après des traitements thermiques de frittage pendant 30 minutes, à 800 et 1000 °C la silice reste amorphe mais cristallise à 1200 °C. Des essais conduits à 800 et 1000 °C sur le matériau fritté à 1000 °C indiquent un module d'élasticité et une contrainte à rupture stables sur la gamme 25-1000 °C.

1.5.2 Comportement en fluage des composites

Le fluage sous air de composites N610/Monazite/Alumine ainsi que N610/Alumine a été étudié par M. B. Ruggles-Wrenn *et al.* [18], [65]. Les essais sont interrompus si la rupture n'intervient pas au bout de 100h.

Tout d'abord, M. B. Ruggles-Wrenn *et al.* ont étudié le fluage sous air à 900 °C de composites avec et sans interphase [18]. Les composites dont les fibres sont revêtues de monazite présentent dès 900 °C une meilleure résistance au fluage. Les composites possédant une interphase sont capables de supporter une contrainte de 120 MPa à 900 °C pendant plus 100 heures alors que ceux sans interphase ne résistent que quelques minutes à 73 MPa.

Quelle que soit la nature du composite, un stade de fluage stationnaire est rapidement atteint et perdure quasiment jusqu'à rupture.

L'autre étude de M. B. Ruggles-Wrenn *et al.* sur les composites N610/M/A permet d'évaluer l'impact de l'atmosphère sur les composites, avec et sans interphase [65].

La durée de vie et la déformation à rupture des composites est fortement impactée par la présence de vapeur d'eau. Comme cela avait été remarqué précédemment, le composite passe la majorité de sa vie en fluage stationnaire. La Figure 1.30 compare les cinétiques de fluage stationnaire en fonction de la contrainte appliquée, pour des composites avec et sans interphase, sous air et sous vapeur d'eau à 1100 °C.

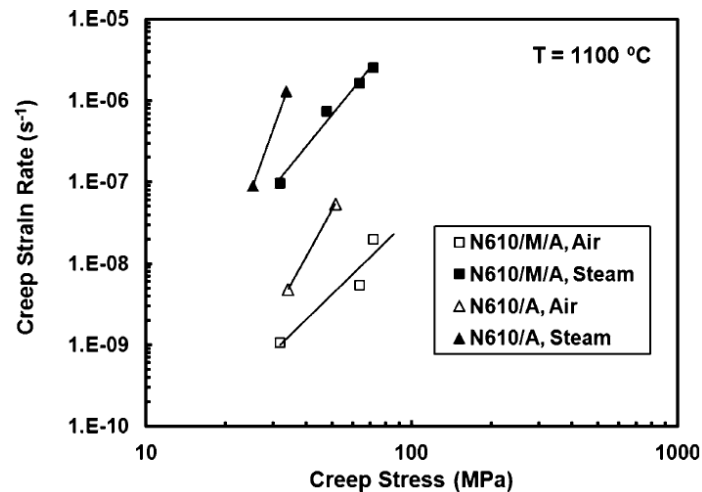


Figure 1.30 – Vitesse de fluage stationnaire en fonction de la contrainte appliquée [65]

Un facteur 10 est observé entre Les cinétiques observées sous vapeur d'eau sont beaucoup plus élevées que sous air : d'un facteur 10 pour les composites N610/M/A et d'un facteur 100 pour les composites N610/A. L'exposant de contrainte ne dépend pas significativement de l'atmosphère : il est de l'ordre de 3 pour les composites sans interphase et de 4 pour ceux avec interphase.

Les éprouvettes ayant survécu 100h ont été sollicitées en traction monotone jusqu'à rupture. Curieusement, celles-ci atteignent une contrainte et une déformation à rupture plus importantes lors d'essais de traction à 1100 °C que des éprouvettes vierges.

Quatre faciès de rupture de composites sollicités en fluage sont présentés dans la Figure 1.31. Les faciès de rupture dépendent peu de l'atmosphère, même si les essais ont duré bien plus longtemps sous air que sous vapeur d'eau. Peu d'extractions de fibres sont observées : l'observation au MEB de ces faciès révèle une majorité de régions planes. Les composites avec interphases possèdent des faciès similaires. Une évolution de la microstructure et un renforcement de la liaison entre fibres et matrice tendrait à produire des faciès d'aspect plus fragile.

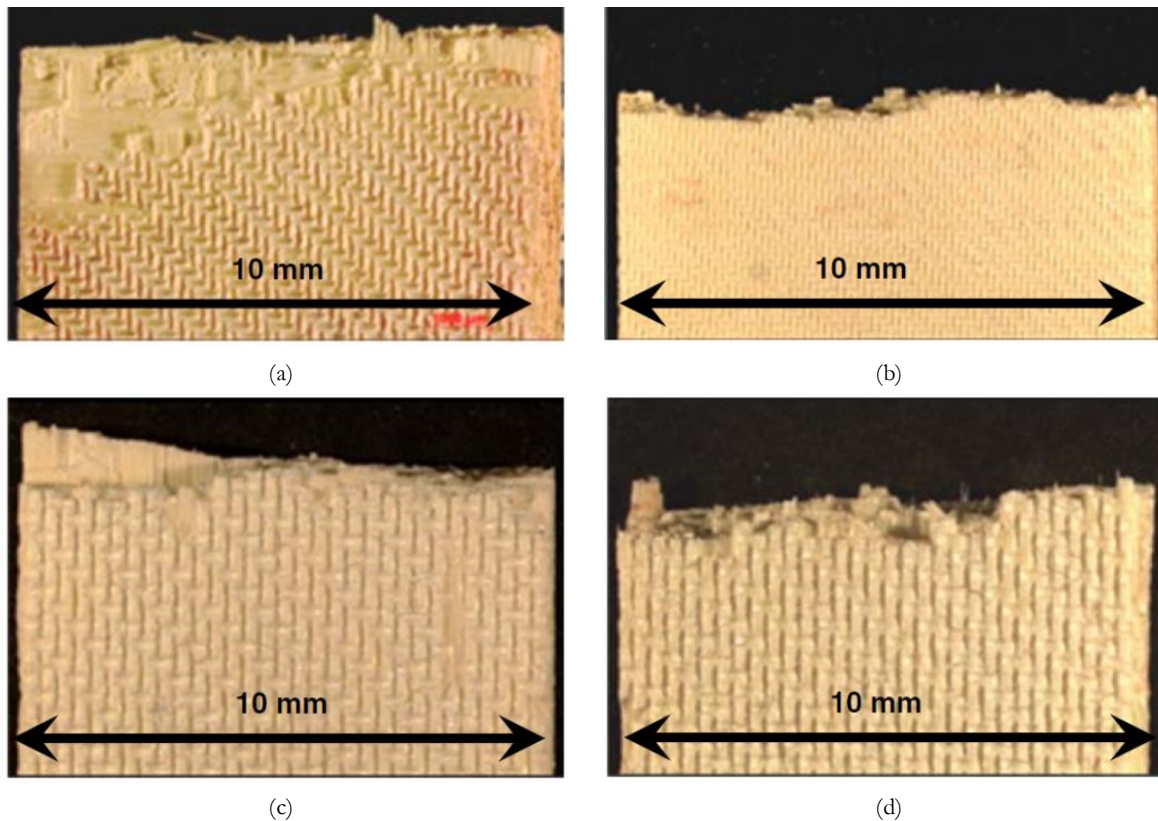


Figure 1.31 – Faciès de rupture des composites N610/A testés à 1100 °C: (a) à 41 MPa sous air, (b) à 61 MPa, (c) à 30 MPa sous vapeur d'eau et (d) à 41 MPa sous vapeur d'eau

L'étude de P. R. Jackson [21] permet de comparer le fluage en compression au fluage en traction. En compression, les essais n'ont jamais atteint la rupture. La Figure 1.32 présente la vitesse de fluage stationnaire en fonction de la contrainte appliquée. Dans des conditions de contrainte et de température identiques, le fluage en compression opère à des cinétiques pouvant être 100 fois plus faibles qu'en traction.

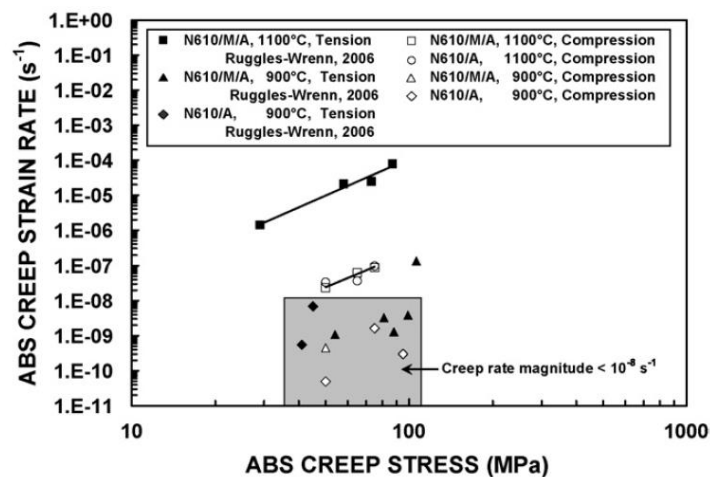


Figure 1.32 – Vitesse de fluage stationnaire en fonction de la contrainte appliquée [21]

En compression, les faciès de rupture révèlent plus d'extraction de fibres qu'en traction, mais des zones de ruptures planes de type fragile sont toujours présentes. L'influence de l'interphase en

monazite est plus marquée en compression. Les faciès de rupture révèlent des zones de décohésion beaucoup plus longues sur les éprouvettes avec interphase : jusqu'à 2 cm contre quelques millimètres.

1.6 Modélisation du fluage des CMC

De façon majoritaire, le fluage des CMC est étudié comme celui d'un matériau homogène isotrope [68], [69]. Des lois puissance, telles que la loi de Norton du type de l'équation (1-17) sont donc généralement utilisées pour caractériser la vitesse de fluage stationnaire des CMC.

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1-17)$$

Le formalisme employé pour les matériaux monolithiques peut donc être appliqué sur des matériaux aux propriétés homogénéisées. Dans le cadre de la mécanique des milieux continus développée par J.-L. Chaboche [70], la vitesse de déformation plastique s'exprime :

$$\dot{\epsilon}_p = \dot{p} \frac{\partial f}{\partial \sigma} \quad (1-18)$$

avec \dot{p} la norme de la vitesse de déformation viscoplastique et f la fonction de charge.

Le choix de \dot{p} permet notamment d'introduire les notions d'écrouissage cinématique ou isotrope. J.-L. Chaboche a recensé des lois couramment employées pour la modélisation du comportement viscoplastique [71]. Ces lois sont généralement phénoménologiques.

Une approche prenant en compte les phénomènes physiques régissant le fluage nécessite souvent la prise en compte de la nature multi-échelle des composites dont le comportement macroscopique dépend de nombreux paramètres : la composition du matériau, la structure du renfort, l'interface entre les fibres et la matrice... J. Lamon [72] a proposé une synthèse de différentes approches multi-échelles publiées dans la littérature. Ces études se consacrent généralement à des micro- ou mini-composites. On peut notamment citer l'approche par calcul aux éléments finis de Y.H. Park et J. W. Holmes [73] sur un composite unidirectionnel constitué d'une matrice en nitrure de silicium (Si_3N_4) renforcée par des fibres de SiC. Le matériau est modélisé par une fibre enrobée de matrice. Une loi de fluage des fibres a été identifiée et le calcul a permis de prendre en compte les sollicitations subies par l'interface.

Pour des composites à renfort 2D, P. Carrère et J. Lamon font l'hypothèse que la faible amplitude du tissage permet de considérer que, lors d'essais dans les axes des fibres, le matériau se comporte comme un composite unidirectionnel [74].

Enfin, la modélisation du fluage est aussi employée pour la prévision de temps à rupture. Le paramètre de Larson-Miller est couramment utilisé pour estimer les durées de vie de CMC [75]. Il s'agit d'une relation empirique qui relie le temps à rupture à la contrainte et la température appliquée :

$$LMP = T * (\log(t_R) + D) \quad (1-19)$$

1.7 Résumé

Cette étude bibliographique a permis de mettre en évidence la grande disparité des propriétés mécaniques mesurées sur les composites oxyde/oxyde. D'une étude à l'autre, le procédé, la nature des constituants ainsi que les taux de fibres ou de porosité changent. Ces matériaux sont composés de fibres oxydes, principalement la gamme Nextel, et d'une matrice poreuse de même nature. Le fort contraste entre les propriétés des fibres et de la matrice conduit à un fort impact du taux de fibres sur la rigidité du matériau.

Les mécanismes d'endommagement mis en jeu sont malgré tout similaires. Quelques études ont été consacrées à l'endommagement de ces matériaux dont le principe réside dans la capacité de la matrice poreuse à créer un réseau de fissures avant la ruine du matériau. Cet endommagement diffus est difficilement observable du fait de la faible échelle à laquelle il se développe. Deux techniques sont alors employées : l'observation directe pendant l'essai sous MEB ou sous tomographe ; la caractérisation indirecte par émission acoustique associée à une classification des signaux. L'endommagement est dans un premier temps diffus : une multifissuration de la matrice est observée. Dans un second temps, des délaminages et la rupture de fibres apparaissent. Contrairement aux composites à matrice organique, le calcul de densité de fissures n'est pas réalisable. Les modèles d'endommagement traitant de ces matériaux se concentrent donc sur l'effet de l'endommagement sur les propriétés mécaniques.

Les fibres oxydes N610 sont généralement considérées stables jusqu'à environ 1000 °C pour des applications de longue durée. Au-delà, leur microstructure évolue et leur fluage peut conduire à des déformations importantes.

Les composites dans lesquels elles sont intégrées ont été principalement étudiés entre 1100 et 1200 °C. Dans ces conditions, le matériau flue car la viscoplasticité importante des fibres permet au composite de se déformer de plusieurs pourcents. A l'opposé, peu d'auteurs se sont intéressés aux mécanismes d'endommagement opérant à des températures plus basses, donc à des durées d'utilisation potentielles très supérieures.

Enfin, la modélisation du fluage des CMC est complexe. Pour les composites tissés, le traitement d'un matériau homogénéisé semble être privilégié.

Chapitre 2: Matériel et méthodes

Ce chapitre a pour but de présenter les méthodes d'élaboration et de caractérisations utilisées. Une première partie sera consacrée à la description du procédé de fabrication des composites oxyde/oxyde et de la microstructure résultante. Les techniques de contrôle non destructif employées, ainsi que leur application au matériau élaboré, seront ensuite décrites. La méthodologie utilisée pour réaliser les essais mécaniques sera précisée, avant un focus sur les essais micromécaniques réalisés sous microscope électronique à balayage. Un dernier point traitera des mesures de dilatation thermique.

Sommaire

2.1	Elaboration du composite oxyde/oxyde	45
2.1.1	Procédé d'élaboration	45
2.1.2	Mesure de la porosité	47
2.2	Contrôles non destructifs (CND) des plaques élaborées	48
2.2.1	Techniques de contrôle par thermographie infrarouge	48
2.2.2	Techniques de contrôle par ultrasons	50
2.2.3	Contrôle des plaques	52
2.3	Mise en œuvre des essais mécaniques	54
2.3.1	Essais de traction en température	54
2.3.2	Essais de flexion 4 points	56
2.3.3	Essais de compression	59
2.4	Essais micromécaniques sous MEB	59
2.5	Mesure de dilatation thermique	62

2.1 Élaboration du composite oxyde/oxyde

2.1.1 Procédé d'élaboration

Le matériau étudié dans ces travaux est élaboré suivant un procédé analogue à celui présenté dans la thèse de Ben Ramdane [4].

Le renfort de fibres d'alumine N610 étudié est dénommé DF11 par 3M. Il s'agit d'un satin de 8 (Figure 2.1), avec un pas de 8 mm. Les torons sont constitués de 400 fibres mais, contrairement au renfort utilisé dans la thèse de Ben Ramdane, le tissage est cette fois équilibré. La documentation de 2004 [76] mentionnait une force à rupture sans ensimage de 41 et 46 kg.cm^{-1} dans les sens chaîne et trame respectivement. La dernière documentation [14], datant de 2018, rend compte de ce rééquilibrage avec une force à rupture de 46 kg.cm^{-1} dans les deux directions. Dans la suite des travaux, les plis (et donc le matériau) seront donc légitimement considérés orthotropes et identiques dans le sens chaîne et dans le sens trame.

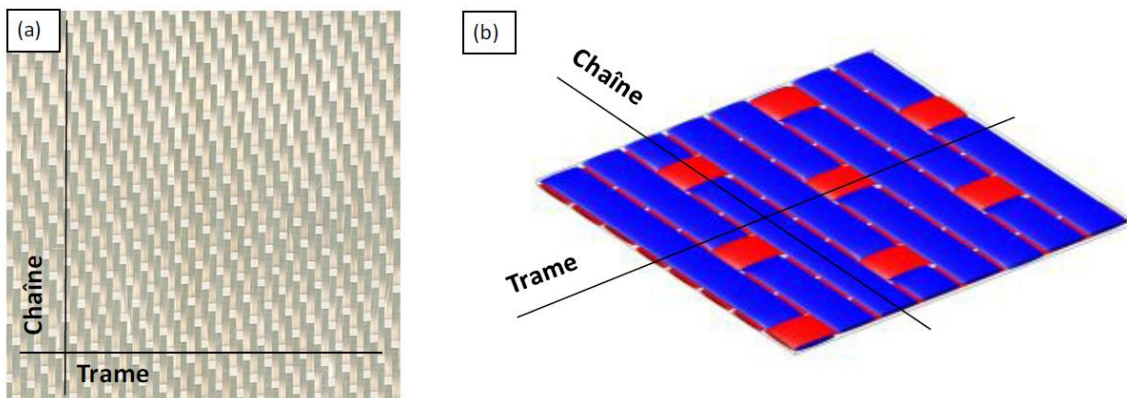


Figure 2.1 – Renfort Nextel DF11 (a) et représentation schématique d'un satin de 8 (b) [4]

Trente plaques nécessaires à la réalisation de nos travaux ont été élaborées. Le même lot de fibres a été utilisé. L'objectif de la thèse ne portant pas sur l'optimisation du procédé, celui mis au point lors de travaux antérieurs a été employé sans être modifié. A l'équilibrage du tissu près, cela permettra notamment d'exploiter les caractérisations réalisées à température ambiante dans la thèse de C. Ben Ramdane [4].

La première étape a consisté à enlever l'ensimage appliqué pour le tissage des fibres, afin de permettre une manipulation plus aisée de celles-ci. Ce dernier, de nature organique, a été retiré par un simple traitement thermique à une température suffisamment faible pour ne pas endommager les fibres.

En fonction du taux de porosité et du taux de fibres visés, la masse de matrice nécessaire a été calculée. Les bandes désensimées ont ensuite été suspendues, avant d'être imprégnées manuellement par une suspension de poudre d'alumine submicronique. Chaque face a été imprégnée en prenant soin de déposer la suspension de façon la plus homogène possible. Une fois les bandes séchées, les plis ont été découpés aux dimensions des plaques : 205 mm (sens

trame) x 150 mm (sens chaîne). Les plis ont ensuite été pesés afin de vérifier que la quantité de matrice déposée est dans la fenêtre des taux de fibres et de matrice visés. Le taux de matrice peut être réajusté à ce stade. Malgré le soin apporté lors de cette étape, certains plis et certaines zones se sont retrouvés plus riches en matrice. Les plis ont alors été conservés, sous cette forme de préimprégnés secs, pour une future utilisation.

Les plis ont ensuite été empilés en prenant soin, autant que possible, d'homogénéiser la répartition de la matrice dans l'épaisseur. En pratique, un pli plus pauvre en matrice (plus léger) a été intercalé entre deux plus riches. Les plis triés ont été ensuite empilés un à un dans un moule en acier inoxydable (Figure 2.2 (a)). Celui-ci est composé de deux plaques planes et d'une cale qui vient se placer autour des plis. La cale a pour fonction de contrôler l'épaisseur de la plaque après séchage. Avant la mise sous presse, les plis ont été ré-humidifiés. Cette opération a été réalisée à l'aide d'une pipette graduée et d'une spatule, afin de contrôler la quantité d'eau introduite et de la répartir de la manière la plus homogène possible. Cette remise en suspension partielle de la matrice favorise la mobilité de la poudre lors du pressage, donc une répartition plus homogène de la matrice, mais aussi une meilleure cohésion entre plis.

Le moule a ensuite été enfermé sous une bâche à vide et placé sous presse pour le séchage. Ce traitement s'effectue sous une faible pression (<1 MPa), compatible avec un transfert industriel du procédé en autoclave. Cette étape a été réalisée sous vide, à des températures de l'ordre de 100 °C. Le pressage permet d'atteindre l'épaisseur souhaitée définie par celle de la cale et de créer une cohésion entre les plis, tandis que l'eau s'évapore sous l'effet de la température et du vide. Après quelques heures, la plaque séchée a été démoulée.

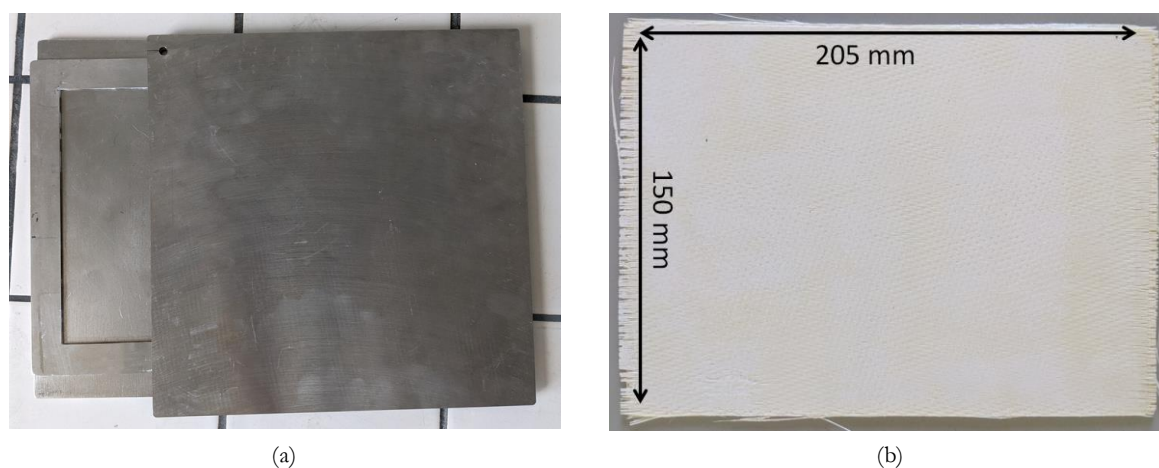


Figure 2.2 – Moule (a) et plaque après frittage (b)

Un traitement thermique de consolidation a été ensuite effectué : une montée en température rapide est appliquée jusqu'à un palier fixé à 1200 °C. Un maintien de quelques minutes a été réalisé, de manière à obtenir un frittage partiel de la matrice et établir des liaisons entre fibres et matrice.

La plaque finale est constituée de 12 plis et possède une épaisseur d'environ 2,3 mm (Figure 2.2 (b)). Elle est composée de 50% de fibres en volume, pour 25% de matrice. La porosité matricielle

(25%) est distribuée à deux échelles comme l'illustre la Figure 2.3. A l'échelle du pli, des macropores, manques de matrice provenant probablement d'un défaut d'imprégnation sont observés. Des fissures orthogonales aux fibres, qui apparaissent probablement lors du traitement de consolidation sont également visibles. En effet, les fibres jouent le rôle d'un squelette dont les dimensions ne varient pas durant le palier thermique de consolidation, alors que la matrice poreuse subit un retrait de densification. Ce retrait différentiel crée alors des hétérogénéités de densité qui conduisent à la fissuration lors du refroidissement. A une échelle plus petite, un réseau de nanopores est présent entre les grains d'alumine. C'est ce réseau qui assure la faiblesse recherchée de la matrice.

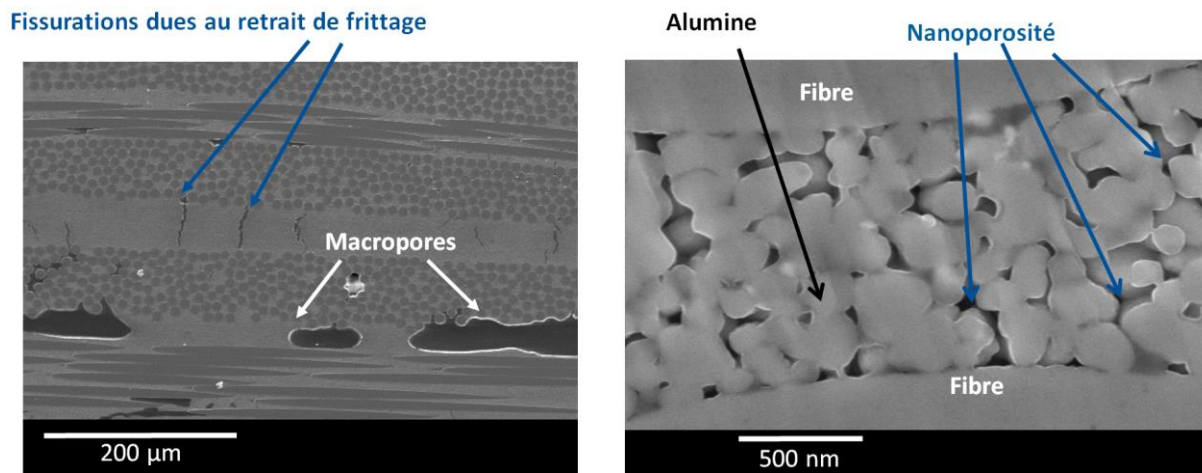


Figure 2.3 – Microstructure du composite N610/Al₂O₃

2.1.2 Mesure de la porosité

Après élaboration, le taux de porosité a été vérifié par porosimétrie à l'eau. La méthode s'appuie sur la mesure de la poussée d'Archimède lorsque le matériau est immergé dans de l'eau. Une première pesée a été réalisée sur la plaque sèche ($m_{\text{sèche}}$). La plaque a été ensuite mise sous vide dans un dessiccateur puis immergée dans l'eau. La masse de la plaque dans l'eau a été alors mesurée ($m_{\text{immergée}}$). Enfin la plaque a été sortie et l'excès d'eau en surface retirée à l'aide d'un tissu humide. Elle a ensuite été pesée une dernière fois, en considérant que toute la porosité ouverte a été remplie d'eau ($m_{\text{saturée}}$). Le taux de porosité ouverte est alors obtenu par la relation :

$$P_o = \frac{m_{\text{saturée}} - m_{\text{sèche}}}{m_{\text{saturée}} - m_{\text{immergée}}} \quad (2-1)$$

Connaissant la masse volumique théorique du matériau, obtenue par une loi des mélanges ($\rho_{\text{théorique}}$), c'est-à-dire la masse volumique du matériau sans porosité, il devient possible de connaître le taux de porosité totale et donc de porosité fermée. En considérant la masse volumique réelle du matériau ($\rho_{\text{réelle}}$), soit la masse rapportée au volume réellement occupé (volume de matière et de pores fermés), le taux de porosité totale se calcule par l'équation :

$$P_t = 1 - \frac{\rho_{théorique}}{\rho_{réelle}} = 1 - \frac{1}{\rho_{réelle}} \left(\frac{m_{sèche} \rho_{eau}}{m_{sèche} - m_{immergée}} \right) \quad (2-2)$$

Les mesures réalisées sur l'ensemble des plaques brutes indiquent un taux de porosité ouverte de $26 \pm 2\%$ pour un taux de porosité fermée inférieur à 1%. La quasi-totalité de la porosité est donc ouverte.

La répartition en taille des pores a été déterminée par porosimétrie mercure lors de la thèse de Ben Ramdane [4]. Cette méthode permet de mesurer des pores de diamètres compris entre 3 nm et 400 μm . La porosité de 5 échantillons de dimensions 5 mm x 5 mm x épaisseur a été mesurée. Il ressort de ces essais que les 24% de porosité totale des échantillons étudiés se décomposent en $11,8 \pm 0,9\%$ de macroporosité (pores de diamètre supérieur à 0,1 μm incluant les fissures de retrait) et $12,5 \pm 0,6\%$ de nanoporosité (pores de diamètre inférieur à 0,1 μm).

2.2 Contrôles non destructifs (CND) des plaques élaborées

Des défauts de grandes tailles ont été constatés sur plusieurs plaques lors d'études précédentes [4]. Il s'agit notamment de macropores et de délaminages importants qui apparaissent dès l'étape de séchage. Ceux-ci, dont la largeur est généralement comprise entre 100 et 300 μm , sont néfastes pour la tenue mécanique du matériau. Il a donc été décidé de contrôler la qualité des plaques réalisées, de manière à éliminer les zones affectées par des délaminages et d'essayer de détecter les macropores, afin de pouvoir ultérieurement procéder à un découpage pertinent des éprouvettes.

2.2.1 Techniques de contrôle par thermographie infrarouge

La thermographie infrarouge consiste à exciter un échantillon par une impulsion photothermique obtenue par une lampe flash et à mesurer la variation de température de celui-ci. Les mesures de température peuvent être réalisées en face arrière ou en face avant.

La méthode en face arrière a été proposée par Parker *et al.* [77]. La face avant de l'échantillon est excitée par la lampe et la mesure de la température est réalisée en face arrière. En supposant que le flux de chaleur est purement unidirectionnel et que les pertes par convection sont négligeables, l'équation de la chaleur pendant le régime transitoire est facilement résolue :

$$T(z, t) = \frac{Q}{\rho C_p e} \left(1 + 2 \sum_n \cos\left(\frac{n\pi}{e} z\right) \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2 a t}{e^2}\right) \right) \quad (2-3)$$

Avec Q la densité d'énergie apportée (J.m^{-2}), ρ la masse volumique (kg.m^{-3}), C_p la chaleur spécifique massique ($\text{J.K}^{-1}.\text{kg}^{-1}$), a la diffusivité du matériau ($\text{m}^2.\text{s}^{-1}$) et e l'épaisseur de l'échantillon (m).

A partir de cette équation, Parker définit une relation entre la diffusivité thermique, l'épaisseur et le temps de demi-montée $t_{1/2}$.

$$\frac{a t_{1/2}}{e^2} = 0,139 \quad (2-4)$$

Une évaluation plus rigoureuse de la diffusivité est donnée par la méthode des moments proposée par Degiovanni [78]. D'inévitables échanges thermiques avec l'environnement

l'éloignement du cas adiabatique idéal. Plusieurs temps caractéristiques sont utilisés dans l'équation (2-5) afin d'obtenir trois valeurs de la diffusivité. La prise en compte de la moyenne de ces valeurs permet de limiter le bruit de mesure. C'est cette technique qui a été employée pour dépouiller nos résultats.

$$\begin{aligned}
 a &= \frac{e^2}{t_{5/6}} \left(0,818 - 1,7908 \left(\frac{t_{1/3}}{t_{5/6}} \right) + 0,885 \left(\frac{t_{1/3}}{t_{5/6}} \right)^2 \right) \\
 a &= \frac{e^2}{t_{5/6}} \left(0,954 - 1,581 \left(\frac{t_{1/3}}{t_{5/6}} \right) + 0,558 \left(\frac{t_{1/2}}{t_{5/6}} \right)^2 \right) \\
 a &= \frac{e^2}{t_{5/6}} \left(1,131 - 1,222 \left(\frac{t_{2/3}}{t_{5/6}} \right)^2 \right)
 \end{aligned} \tag{2-5}$$

Un thermogramme typique et les temps caractéristiques associés sont illustrés par la Figure 2.4.

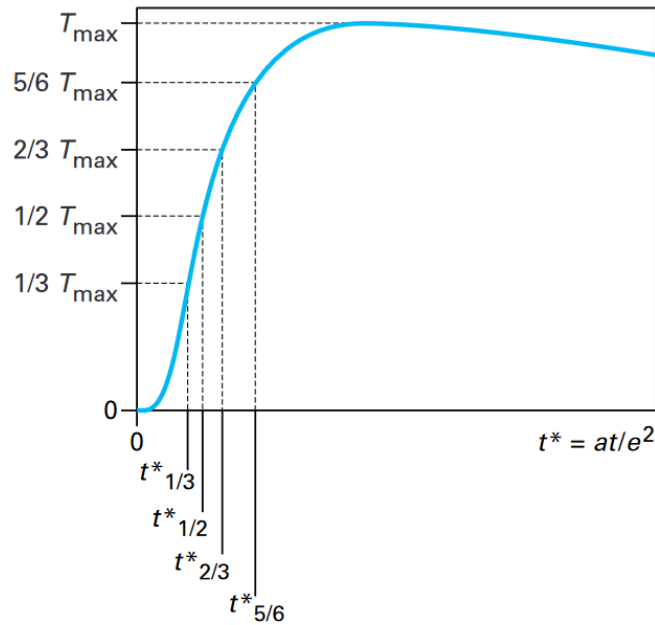


Figure 2.4 – Définitions des temps caractéristiques de la méthode des moments [79]

Lorsque la mesure de température se fait, comme l'excitation, en face avant, en faisant les hypothèses de flux unidirectionnel et d'échange adiabatique, la température sur la surface observée peut être obtenue par l'équation (2-6) :

$$T(z = 0, t) = \frac{Q}{\rho C_p e} \left(1 + 2 \sum_n \exp \left(- \frac{n^2 \pi^2 a t}{e^2} \right) \right) \tag{2-6}$$

L'évolution de la température en face avant suit alors le profil dont un exemple est illustré par la Figure 2.5. En traçant l'évolution de la température en fonction du temps dans un repère logarithmique, une pente -1/2 est observée pour les temps courts.

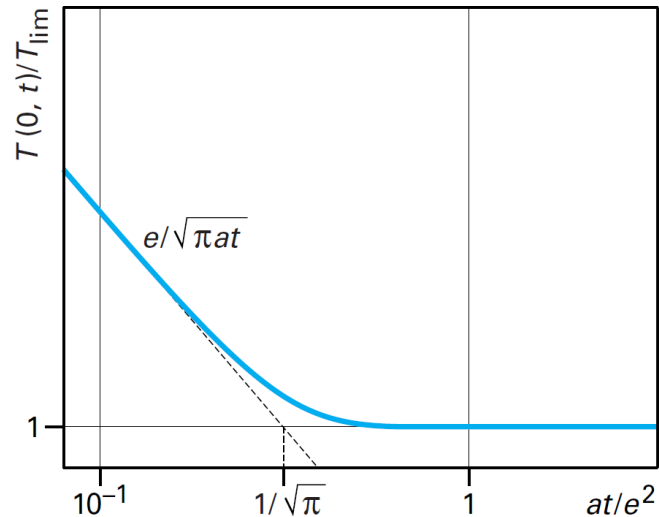


Figure 2.5 – Evolution de la température en face avant en fonction du temps (log-log) [79]

Lors de ces essais schématisés Figure 2.6, les plaques sont placées verticalement. Deux lampes flash de type *Elinchrom Style RX 600* sont utilisées pour exciter la surface de la plaque par des impulsions d'une durée de l'ordre de 4 ms. L'acquisition de la température est réalisée avec une caméra thermique FLIR MWIR, travaillant à des longueurs d'ondes comprises entre 3 et 5 μm et possédant une résolution inférieure à 20 mK. Une fréquence d'acquisition de 200 Hz a été fixée. Les plaques ont été recouvertes d'une peinture noire d'émissivité supérieure à 0,9, afin d'améliorer le couplage thermique et donc la température maximale atteinte.

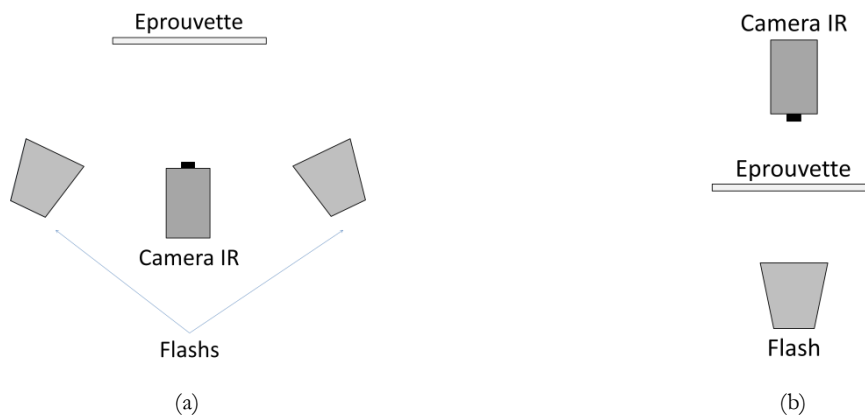


Figure 2.6 – Schématisation des essais

2.2.2 Techniques de contrôle par ultrasons

Le CND par ultrasons consiste à observer la propagation d'une onde sonore à travers le milieu à analyser. Dans le cas des composites à matrice organique ou céramiques, la pièce à tester est immergée dans de l'eau qui est souvent utilisée comme milieu couplant.

Il existe différentes méthodes pour analyser les plaques par ultrasons. Les méthodes en réflexion sont couramment utilisées dans l'industrie car elles ne nécessitent l'accès qu'à une seule face de la pièce. Une façon courante de traiter les ultrasons en réflexion est illustrée par la Figure 2.7.

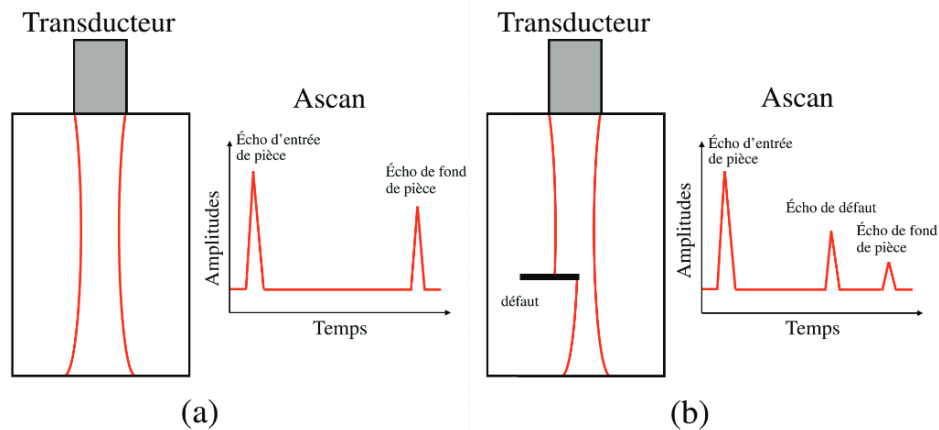


Figure 2.7 – Echographie ultrasonore par réflexion : visualisation A-scan d’une pièce sans défaut (a) et avec défaut (b) [80]

La visualisation de type A-scan consiste à tracer l’amplitude du signal mesurée en fonction du temps. Sur une pièce saine, deux échos sont enregistrés par le transducteur. Un premier correspond au signal réfléchi en entrée de la pièce, un deuxième, de plus faible amplitude, à celui réfléchi au fond de la pièce. Dans le cas de la Figure 2.7 (b), un écho supplémentaire est créé par la présence du défaut. Connaissant la vitesse de propagation du son dans la matière, il est possible de localiser le défaut dans la direction de propagation des ondes, en général l’épaisseur de la plaque.

Ce type d’essai ne s’est malheureusement pas montré très efficace sur les oxydes/oxydes en raison de la forte atténuation du signal générée par la porosité.

Au cours de ce travail, les essais ont été réalisés en transmission. Deux transducteurs ont été utilisés (Figure 2.8), face à face, disposés normalement à chaque côté de la plaque, à une distance plaçant celle-ci dans le plan focal des capteurs. Un premier transducteur émet une onde ultrasonore pulsée. Celle-ci est affectée par la traversée de la plaque : une partie du signal est réfléchi et/ou diffusée à chaque passage d’interface. Le deuxième transducteur enregistre l’onde transmise. Une cartographie de la plaque est obtenue en répétant les mesures après avoir déplacé la plaque dans le plan focal des capteurs. Avec un pas de 1 mm, la totalité de la plaque est scannée en environ trois heures.

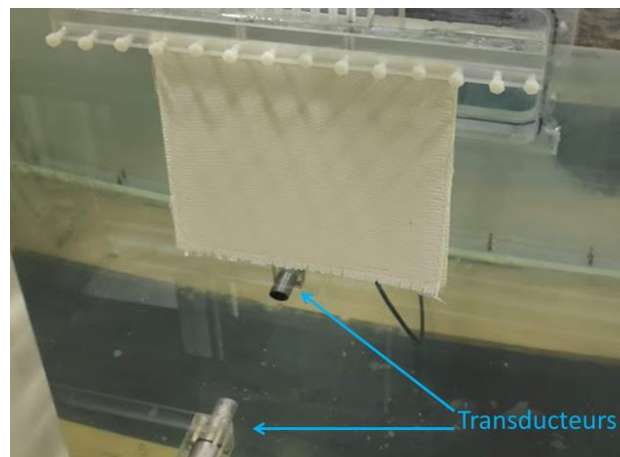


Figure 2.8 –Montage de CND par ultrasons dans l’eau

Les cartographies issues de ces essais illustrent l'atténuation. Une référence est prise lorsqu'aucun obstacle ne se trouve entre les deux transducteurs. L'amplitude du signal est ensuite mesurée après la traversée de la plaque. L'atténuation ultrasonore est généralement définie comme une loi exponentielle de la forme [81] :

$$I = I_0 \exp(-\alpha x) \quad (2-7)$$

Avec I_0 et I les intensités émises et reçues, α le coefficient d'atténuation et x l'épaisseur traversée. L'atténuation, en dB, est donc calculée comme le logarithme du ratio entre l'amplitude mesurée et l'amplitude de référence.

2.2.3 Contrôle des plaques

L'ensemble des plaques élaborées a été contrôlé. Un exemple de confrontation des résultats obtenus par les techniques de thermographie IR et ultrasonore est illustré par la Figure 2.9. Les photos de la plaque révèlent que la face 1 présente un défaut d'imprégnation dans le coin en bas à droite. Le reste de la face, ainsi que la face 2, semblent assez homogènes. Quelques manques de torons sont visibles sur le bord des plaques. Les torons extérieurs qui ont glissé lors de la découpe du tissu et de l'imprégnation ont été retirés durant l'élaboration.

Les images (c) et (d) de la Figure 2.9 illustrent les résultats de la thermographie IR en réflexion. Les zones de couleur bleue sont considérées comme saines alors que celles tendant vers le rouge seraient défectueuses. En réflexion, la présence de porosité joue le rôle d'une résistance thermique et en transmission cela conduit à une diminution de la diffusivité. On retrouve les défauts de bords de plaques, ainsi que quelques zones possiblement défectueuses. En particulier, le défaut d'imprégnation remarqué sur la face 1 se retrouve sur la Figure 2.9 (c). Une vaste zone se détache au centre de la cartographie. Un relevé d'épaisseur révèle un surplus de matière sur la face 1, conduisant à une augmentation locale d'épaisseur de 100 à 200 μm : c'est probablement cette surépaisseur que détecte la mesure. Enfin, une zone défectueuse est identifiée vers le premier tiers en haut à gauche des images.

Ces observations ont été confirmées par le traitement des essais par thermographie IR en transmission Figure 2.9 (e). La présence de surplus de matrice ou de délaminages conduit à une diffusivité plus faible. L'équation (2-5) traduit que la diffusivité varie avec le carré de l'épaisseur qui influence donc fortement le résultat et, en particulier, exacerbe la tache centrale.

La cartographie en atténuation (en dB) illustrée par la Figure 2.9 (f) est similaire à la cartographie de diffusivité de la figure (e).

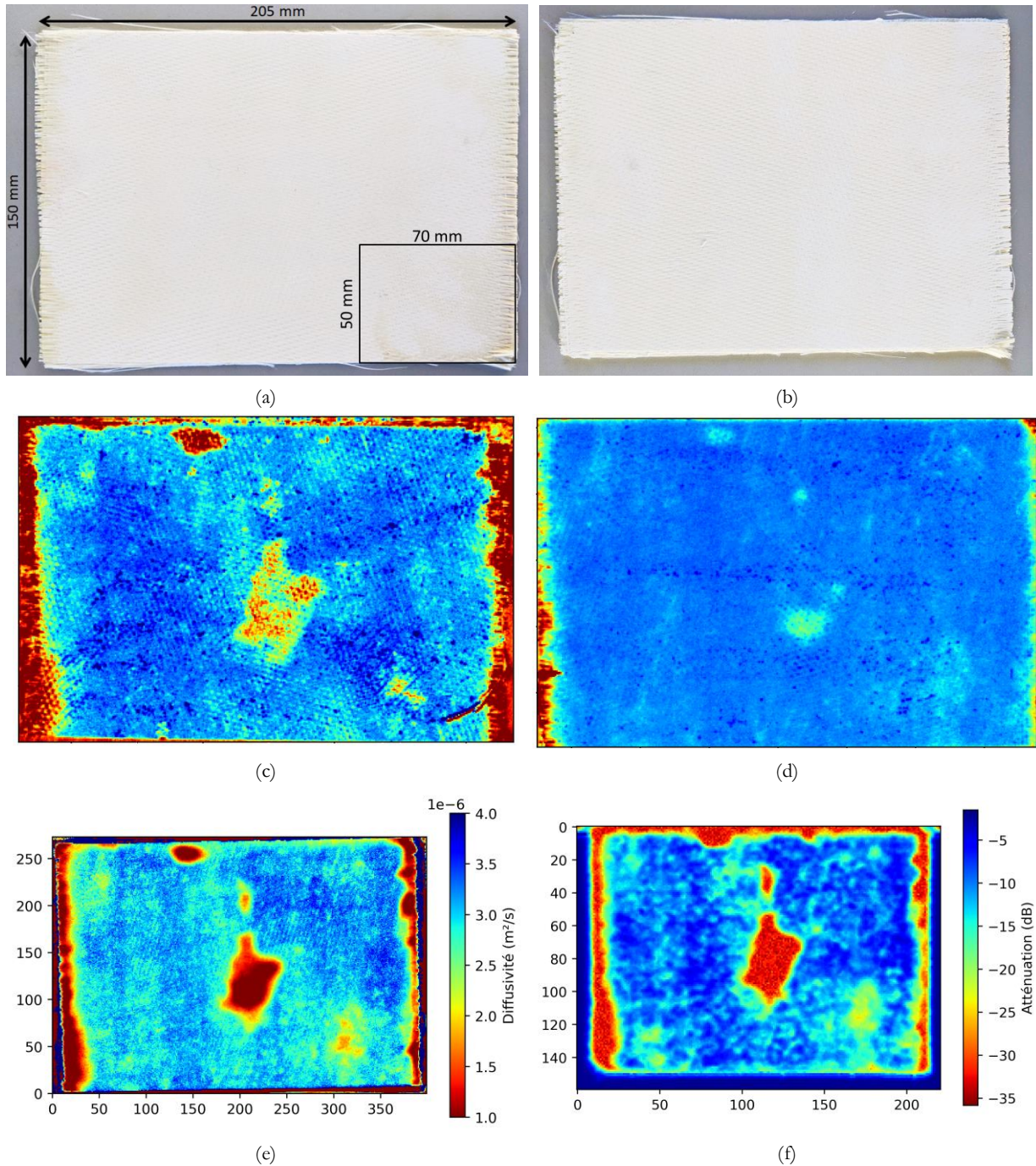


Figure 2.9 – CND par différentes méthodes des faces 1 et 2 (a, b), cartographie par thermographie IR en réflexion des faces 1 et 2 (c, d), cartographie de diffusivité par thermographie IR en transmission (e) et cartographie en atténuation ultrasonore (f)

Les résultats obtenus par ces différentes techniques ont présenté une bonne corrélation entre eux et permis de garantir la qualité des éprouvettes découpées dans les plaques. En particulier, les délaminages fréquemment rencontrés en bord des plaques ont été éliminés, améliorant la cohérence des résultats obtenus.

2.3 Mise en œuvre des essais mécaniques

Après élimination des bords de chaque plaque, les éprouvettes ont été découpées à la micro-tronçonneuse ATM Brilliant 220. Pour chaque éprouvette, une mesure du taux de porosité a été ensuite réalisée par porosimétrie à l'eau comme décrit précédemment (§ 2.2.1). Les géométries étudiées sont données dans le Tableau 2.1 et les essais sont décrits dans les paragraphes suivants.

	Longueur (mm)	Largeur (mm)	Epaisseur (mm)
Essais de traction	200	16	Epaisseur du composite
Essais de flexion 4 points	50	9	Epaisseur du composite
Essais de flexion 4 points (Température ambiante)	75	13	Epaisseur du composite
Essais de flexion 4 points in-situ sous MEB	40	5	Epaisseur du composite
Essais de compression	120	30	Epaisseur du composite

Tableau 2.1 – Dimension des éprouvettes

2.3.1 Essais de traction en température

Une géométrie d'éprouvettes avait été proposée dans la thèse de Ben Ramdane [4]. Des éprouvettes rectangulaires de largeurs comprises entre 10 et 25 mm avaient été réalisées. La largeur a paru avoir un impact sur le faciès de rupture : l'augmentation de la largeur des éprouvettes a semblé exacerber l'extraction des fibres. Sur ces essais, dès que le motif élémentaire représentatif du matériau (correspondant au pas de tissage de 8 mm x 8 mm) est respecté, le module d'Young et la résistance à rupture ne sont pas affectés par la largeur de l'éprouvette. Par rapport aux dispositifs de sollicitation, une largeur de 16 mm, soit deux fois le pas du tissage, avait été choisie *a priori* : cette dimension a été conservée durant tout ce travail. La longueur des éprouvettes a été fixée à 205 mm.

Les essais en température ont été réalisés à la DGA Techniques aéronautiques sur une machine hydraulique MTS d'une capacité de 100 kN (Figure 2.10). Lors d'essais préliminaires, les éprouvettes avaient tendance à glisser dans les mors ou à casser au ras de ceux-ci. Un ajustement de la pression de serrage des mors hydrauliques s'est donc avéré nécessaire. Pour assurer une répartition plus homogène de la pression et éviter tout glissement entre mors et éprouvette, des feuillets en aluminium d'une épaisseur de 500 μm ont été insérés entre l'éprouvette et les mors.

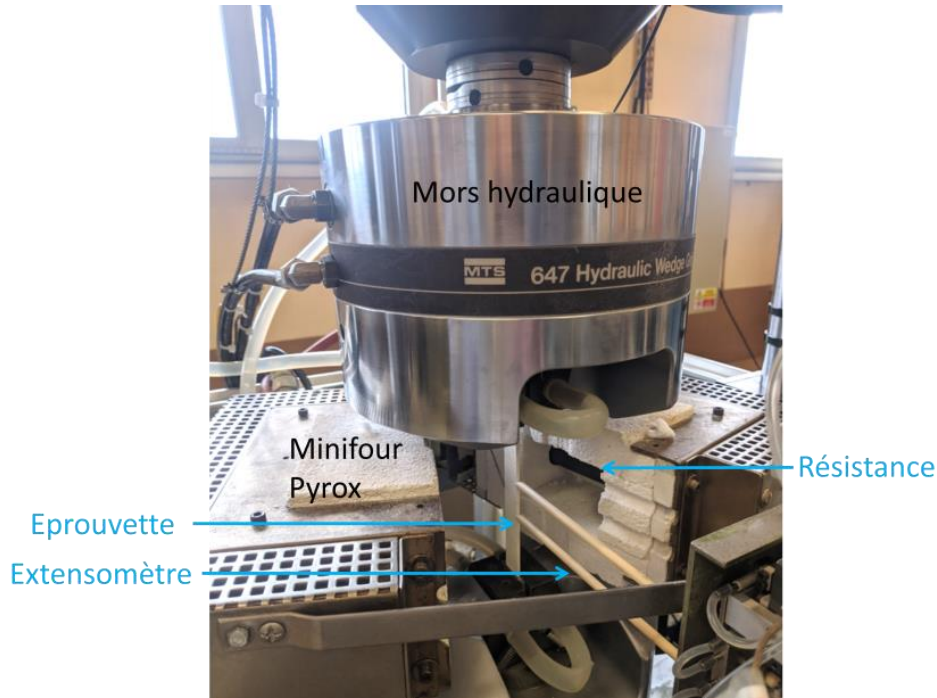


Figure 2.10 – Machine d'essais mécanique et minifour Pyrox 1700 °C

Un extensomètre de base 25 mm est en contact avec la tranche de l'éprouvette par l'intermédiaire de deux tiges en alumine. Un minifour Pyrox capable d'atteindre 1700 °C est utilisé pour chauffer la partie centrale de l'éprouvette. Les mors de la machine refroidis à l'eau génèrent un gradient de température le long de l'éprouvette. Des relevés de température ont été réalisés suivant l'axe de l'éprouvette aux différentes températures étudiées. L'écart entre la température de référence (consigne) au centre de l'éprouvette et les températures mesurées au niveau des tiges de l'extensomètre est présenté dans la Figure 2.11 : un écart de 20 à 40 °C est observé entre le point le plus chaud et le point le plus froid de la longueur de jauge de l'extensomètre.

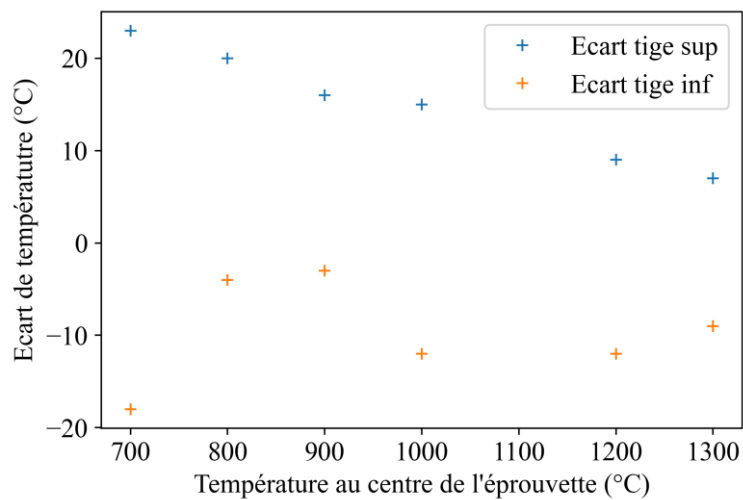


Figure 2.11 – Gradient de température dans la longueur de jauge de référence (25 mm)

La température d'essai est atteinte avec une rampe de 400 °C.h⁻¹ pendant laquelle un asservissement maintient une très faible charge constante sur l'éprouvette permettant d'éviter son

endommagement sous l'effet des dilatations thermiques. Un palier de maintien d'une heure à la température d'essai permet d'atteindre l'équilibre thermique de l'ensemble du dispositif d'essai. La charge est ensuite appliquée en imposant une vitesse de déplacement des vérins de $0,5 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$. Des essais incrémentaux en (Figure 2.12) charge ont également été réalisés, lors desquels le chargement est interrompu lorsque la force appliquée atteint une valeur programmée.

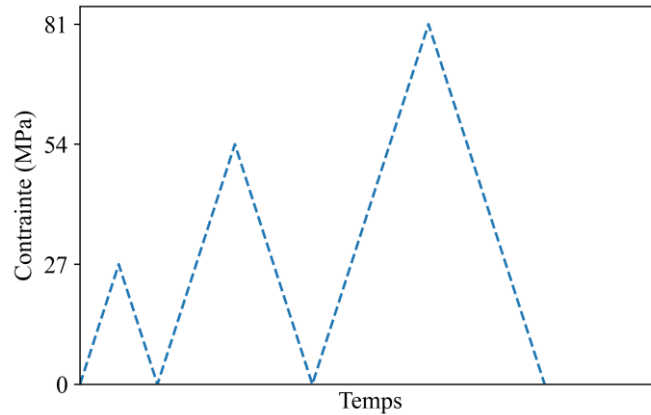


Figure 2.12 – Représentation schématique des essais incrémentaux

L'éprouvette est alors totalement déchargée avant d'être à nouveau sollicitée jusqu'à un niveau d'effort supérieur. Lors de ces essais, les incréments de force ont été fixés par multiples de 27 MPa, ce qui conduit à réaliser 9 à 10 cycles avant d'atteindre la rupture de l'éprouvette.

2.3.2 Essais de flexion 4 points

Des essais de flexion 4 points ont été réalisés à température ambiante à l'ONERA avec une machine Zwick Z010, équipée d'une cellule de force de 1 kN.

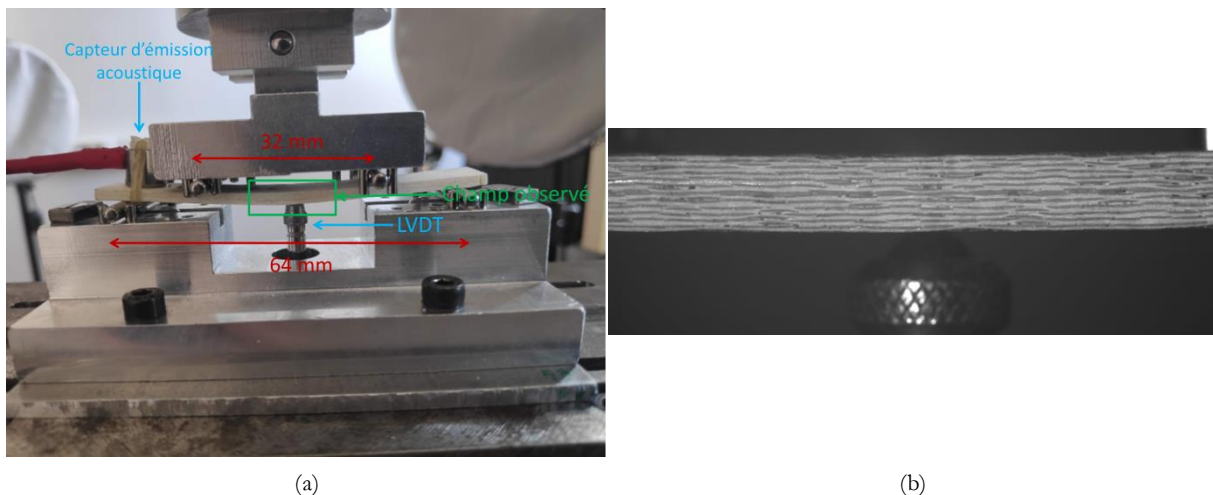


Figure 2.13 – Montage de flexion 4 points ONERA (a) et champ observé par la caméra (b)

Les éprouvettes utilisées ont une largeur de 13 mm (imposée par le dispositif d'essai disponible et supérieure à la taille du motif du tissu) pour une longueur de 75 mm. Les écartements entre les rouleaux (diamètre 2,5 mm) sont de 32 et 64 mm. Un capteur LVDT est en contact avec la face

inférieure de l'éprouvette, en son centre, de façon à mesurer la valeur maximale de la flèche lors de l'essai. La vitesse de déplacement de la traverse a été imposée à 1 mm.min^{-1} . En supposant le milieu continu et son comportement linéaire-élastique, contrainte et déformation maximales peuvent être calculées à partir de la force et de la flèche mesurées par les relations [82] :

$$\sigma = \frac{3P(L-l)}{2be^2} \quad (2-8)$$

$$\varepsilon = \frac{12ef}{3L^2 - (L-l)^2}$$

avec P la force appliquée (N), f la flèche (mm) L et l les entraxes extérieur et intérieur, b la largeur de l'éprouvette et e son épaisseur.

Une caméra FLIR d'une résolution de 9 MPx enregistre l'essai. Elle est placée dans le plan central de l'éprouvette, dont les images permettent de calculer les champs de déformation dans le plan d'observation. Un champ typique observé, qui mesure environ 8 cm de long est illustré par la Figure 2.13 b.

Les images sont traitées par Corrélation d'Images Numériques (CIN). Cette technique repose sur la comparaison entre une image de référence, généralement prise en début d'essai, et une image de l'éprouvette déformée par une sollicitation. Un sous-domaine, illustré par le carré rouge de la Figure 2.14, est extrait de l'image de référence et est recherché dans l'image déformée. Pour chaque sous domaine de coordonnées $\underline{X}(X, Y)$ dans l'image initiale, il faut trouver sa position $\underline{x}(x, y)$ dans l'image déformée. Une transformation Φ fait alors le lien entre ces deux sous-domaines et s'écrit généralement comme la convolution d'un déplacement et d'une déformation de la sous-image de référence.

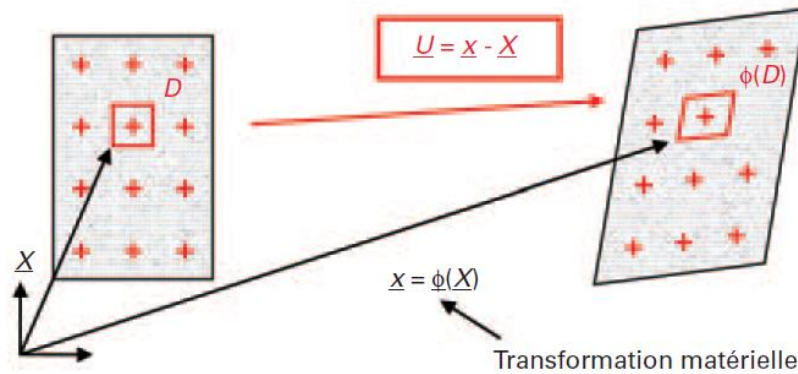


Figure 2.14 – Principe de la Corrélation d'Images Numériques [83]

La correspondance est réalisée en faisant l'hypothèse de la conservation des niveaux de gris. En répétant cette procédure sur la totalité de l'image, il est alors possible de connaître le déplacement du centre de chacun des sous-domaines. Les champs de déplacements peuvent être dérivés pour obtenir un champ de déformation.

Afin de mener à bien cette procédure, la présence de motifs reconnaissables est nécessaire. Dans ce but, un mouchetis obtenu par projection de peinture est généralement réalisé. Dans notre cas,

toutefois, la tranche des composites oxyde/oxyde possède des motifs naturels suffisamment marqués pour permettre une corrélation d'images.

L'activité acoustique est enregistrée pendant l'essai par l'intermédiaire d'un capteur Nano03 (Physical Acoustics Corporation). L'émission acoustique est définie comme « un phénomène de libération d'énergie sous forme d'ondes élastiques transitoires au sein d'un matériau soumis à une sollicitation » [84]. Dans les CMC, ces événements acoustiques sont provoqués par des phénomènes d'endommagement tels que des ruptures des fibres, des créations de fissures matricielles ou encore des décohésions entre fibres et matrice. Les signaux enregistrés par le capteur sont amplifiés et filtrés, afin de ne garder que les signaux représentatifs d'évènements issus des sollicitations appliquées à l'éprouvette. Une première analyse de ces signaux consiste à mesurer l'énergie libérée pendant des temps pré-définis et l'énergie cumulée lors de l'essai. L'émission acoustique permet notamment d'obtenir des informations sur le seuil d'endommagement.

Les essais de flexion à haute température ont été conduits au Centre des Matériaux sur le montage illustré par la Figure 2.15 (a). Tout le dispositif de chargement, en alumine, est placé au sein d'un four chauffé par des résistances en MoSi₂. Quatre rouleaux en saphir de diamètre 5 mm permettent l'application de la charge. Les éprouvettes testées sur ce montage mesurent 9 mm de large et 50 mm de long. Les entraxes inférieurs et supérieurs mesurent respectivement 40 et 20 mm. La vitesse minimale de déplacement de la traverse (2 mm.min⁻¹) a été utilisée. La flèche de l'éprouvette est mesurée grâce à deux tiges en SiC qui reportent les déplacements sur un capteur LVDT situé en dessous, en zone froide (Figure 2.15 (b)). Une première tige est en contact avec la surface d'appui inférieure de l'éprouvette et une deuxième avec le support des rouleaux supérieurs. La différence des déplacements de chacune des tiges permet de mesurer grâce à un capteur LVDT le déplacement relatif des rouleaux d'appui. A noter que ce système différentiel permet une mesure de la flèche dans des conditions anisothermes.

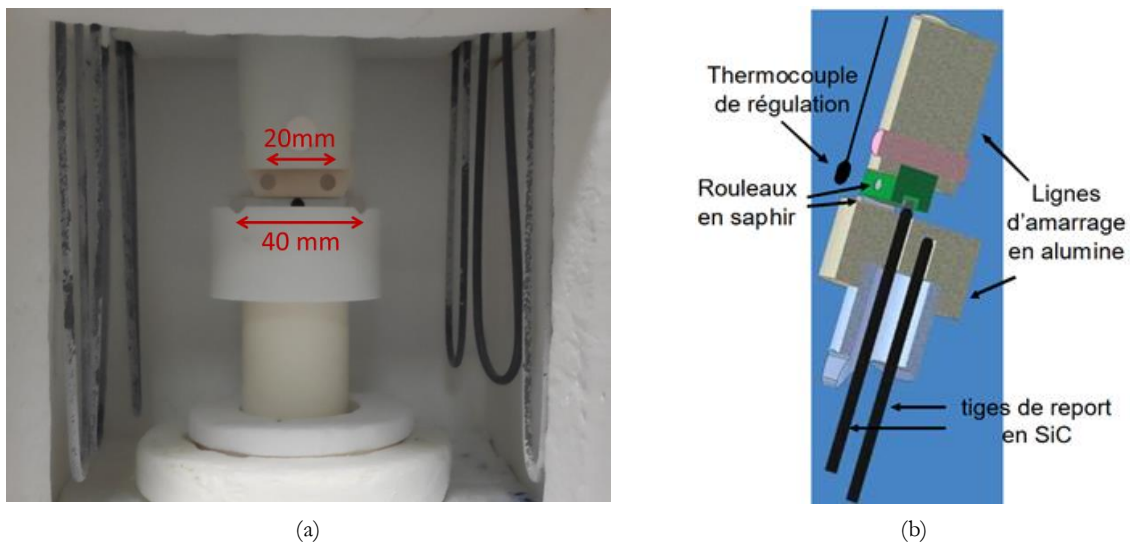


Figure 2.15 – Montage de flexion 4 points du Centre des Matériaux (a) et mesure de la flèche (vue en coupe) (b) [85]

La déformation s'exprime alors en fonction du déplacement relatif des points d'appuis f_a [82] :

$$\epsilon = \frac{6ef_a}{(L-l)(L+2l)} \quad (2-9)$$

La procédure d'essai en température est identique à celle employée en traction : une rampe de $400 \text{ }^\circ\text{C.h}^{-1}$ est imposée pour atteindre la température de consigne et un temps de maintien d'une heure est respecté avant d'appliquer le chargement.

2.3.3 Essais de compression

Un unique essai a été réalisé en compression lors de ces travaux afin de vérifier le comportement de ce matériau observé par C. Ben Ramdane [4]. Le même montage de l'ONERA (Figure 2.16) pour caractériser les matériaux composites [86] a été utilisé. Ce type d'essai nécessite la préparation d'une éprouvette parallélépipédique mesurant 30 mm de large et 120 mm de long. Un parallélisme rigoureux des faces est nécessaire pour une application symétrique de l'effort sans provoquer de flambement.

Le champ de déplacement est observé dans une zone utile mesurant $30 \times 30 \text{ mm}^2$ sur laquelle un mouchetis a été déposé. Un capteur d'émission acoustique est fixé à chaque mors.

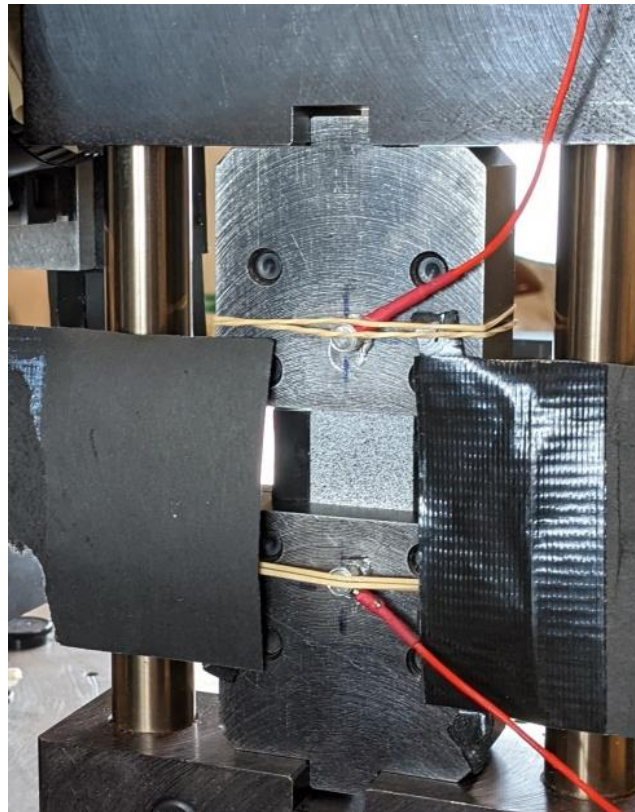


Figure 2.16 – Montage de compression

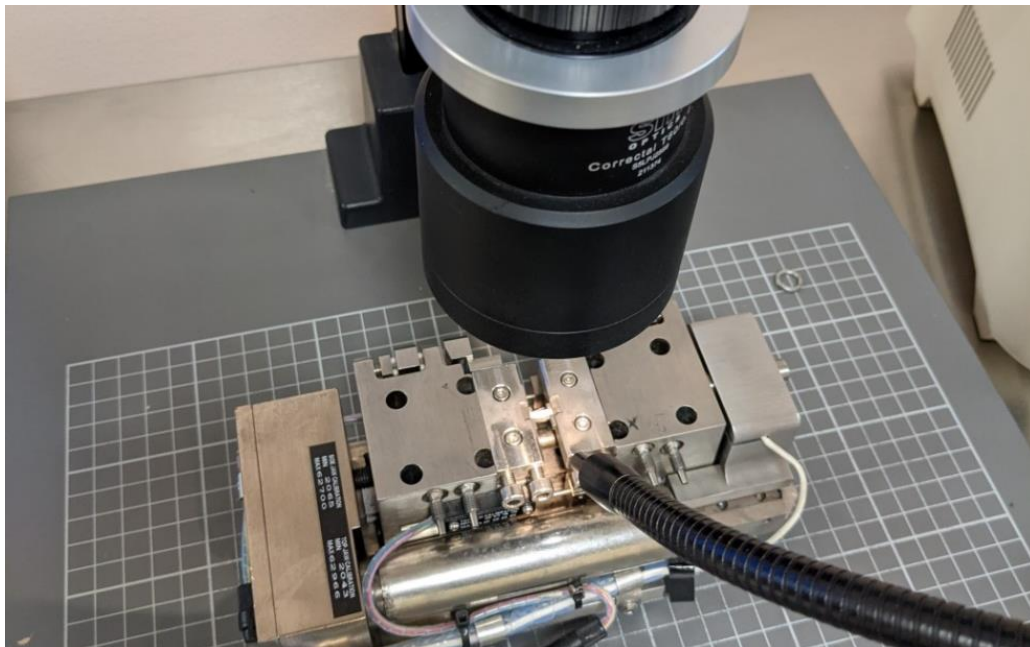
2.4 Essais micromécaniques sous MEB

L'utilisation de caméras de corrélation d'image ou de microscopes optiques ne permet pas de visualiser l'endommagement qui se développe à une échelle trop fine durant l'essai, seule la rupture est observée. Cependant, l'émission acoustique indiquant seulement la présence

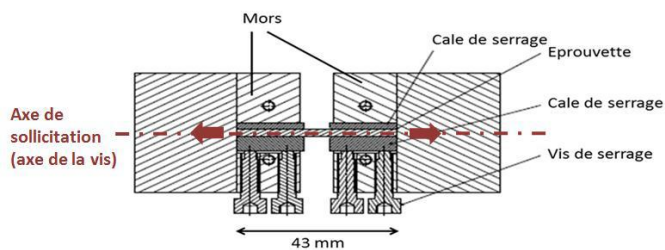
d'évènements précurseurs, d'autres techniques ont été évaluées pour les identifier. Ben Ramdane [4] a suivi l'autoéchauffement de l'éprouvette lors d'un essai mais cette méthode ne s'est pas avérée assez sensible pour détecter la très faible énergie émise par les évènements. De plus, la fermeture des fissures lors du déchargement a compliqué l'analyse des essais interrompus.

L'utilisation d'essais micromécaniques *in situ* sous MEB permet d'accéder à une échelle beaucoup plus fine et l'intérêt de la méthode a été montré lors de la thèse de Ben Ramdane. Une platine DEBEN (Figure 2.17, (a)), dotée d'une cellule de force de 2 kN, a été utilisée. Sa taille ($200 \times 100 \times 50 \text{ mm}^3$) et son poids (inférieur à 4 kg) limités lui permettent d'être utilisée dans les Microscopes Electroniques à Balayage (MEB) disponibles à l'ONERA.

La platine a été conçue pour des éprouvettes métalliques en forme d'haltères aux têtes percées sollicitées en traction. L'usinage des CMC étant complexe, des mors spécifiques ont été développés pour permettre la traction de simples éprouvettes parallélépipédiques (Figure 2.17, (b)) en permettant l'observation de la tranche de l'éprouvette.



(a)



(b)



(c)

Figure 2.17 – Platine DEBEN lors d'un essai *ex situ* (a), schématisation du montage de traction sur éprouvettes parallélépipédiques (b) et montage de flexion 4 points (c)

L'éprouvette est serrée entre deux cales en acier permettant son alignement avec l'axe de sollicitation. Comme pour les essais macroscopiques, des feuillets en aluminium sont intercalés entre l'éprouvette et les cales. Les éprouvettes sollicitées mesurent 40 mm x 3 mm x épaisseur. Cela permet d'observer une longueur utile de 8 mm sur la tranche.

Le montage de flexion 4 points est composé de pions d'un diamètre de 4 mm écartés de 8 et 24 mm. Les éprouvettes sollicitées mesurent 40 mm x 5 mm x épaisseur.

Des essais préliminaires ont été réalisés avec une caméra optique. Ces essais sont nécessaires lors de la mise en œuvre de la technique sur de nouveaux matériaux. Lors d'essais de traction, le couple de serrage doit être correctement ajusté. L'enregistrement d'un grand champ permet de repérer aisément un glissement éventuel de l'éprouvette dans les mors. Il est aussi évidemment plus aisé d'ajuster le serrage si la platine est posée sur une table plutôt que dans une chambre de MEB. Notons enfin que la nécessité d'utiliser des éprouvettes de petite taille ne permet pas de respecter le volume élémentaire représentatif du matériau. Ce point sera discuté lors de l'interprétation de ces essais.

Dans le MEB, il n'est pas possible de prendre des images en continu, car l'acquisition d'une image de haute résolution sur un champ de grande dimension nécessite un temps important. Durant ce long temps de pose, les vibrations engendrées par la platine, ainsi que les mouvements liés à la régulation de la force, vont amener des perturbations et flouter les images. Il est donc nécessaire d'interrompre l'essai pendant l'acquisition des images. Une relaxation de la force est généralement observée, mais celle-ci reste suffisamment faible pour être négligée et ne perturbe pas l'acquisition des images. Comme pour toute acquisition d'image, il reste alors un compromis à trouver entre résolution, taille du champ observé et temps d'intégration pour chaque pixel (nombre d'acquisitions à moyenner pour chaque pixel), afin de conserver des temps d'acquisition et de traitement raisonnables.

Un premier essai a révélé que des fissures matricielles, d'une largeur inférieure à 100 nm apparaissent progressivement dans la matrice. Ces fissures ont été mises en évidence par corrélation d'images numériques. La texture naturelle de la matrice permet d'obtenir une bonne corrélation entre les images et de visualiser des discontinuités dans les champs de déplacement là où se développent les fissures. Pour les images caractérisant cet endommagement localisé, une résolution de 25 nm.pixel⁻¹ a été retenue. Le temps d'intégration et la taille de champ sont ensuite choisis afin de ne pas dépasser une limite arbitraire d'une heure d'acquisition par niveau de charge.

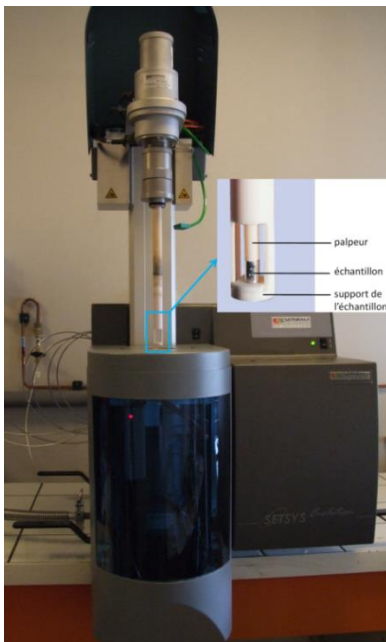
Le calcul de champs de déformation a été envisagé, notamment dans le but d'observer plus finement le gradient de déformation lors d'un essai de flexion 4 points. Un mouchetis a été déposé sur l'éprouvette, afin d'améliorer la qualité de la corrélation et de pallier la présence de zone non corrélables, notamment au cœur des fibres. Pour cela, une poudre d'alumine ($d_{50} = 1\mu\text{m}$) a été dispersée dans de l'éthanol. L'éprouvette a été ensuite trempée dans la suspension et séchée. Des essais préliminaires ont été conduits dans un MEB FEG *Zeiss Gemini*. Ils consistent à prendre plusieurs images consécutivement sur la même zone du matériau sans aucun déplacement, ni effort appliqué. Le bruit présent sur les images MEB est équivalent à des

déformations parasites de l'ordre de 0,1%. Ces déformations sont donc du même ordre de grandeur que la déformation à la rupture du matériau (de l'ordre de 0,3%). Les essais sous MEB ont donc été réalisés uniquement dans le but d'observer l'endommagement et les champs de déformations ont été analysés lors d'essais *ex situ*.

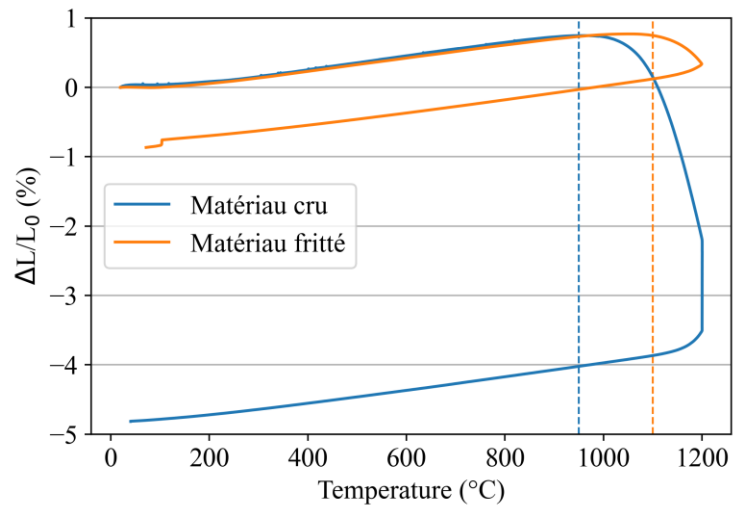
Comme lors de la majorité des observations MEB réalisées durant cette thèse, une métallisation a été nécessaire pour éviter les phénomènes de charge qui nuisent à la qualité des images, particulièrement pour des temps d'acquisition longs.

2.5 Mesure de dilatation thermique

Des essais de dilatométrie ont été réalisés avec un appareil *TMA Setsys Evolution 18* (Figure 2.18 (a)) dont la résolution donnée par le constructeur est de 0,2 nm. Afin de s'affranchir de la dilatation et du vieillissement du montage, un cycle de référence a été réalisé avec un échantillon de saphir de 10 mm de hauteur. Les essais sont réalisés avec une charge très faible (5 g) pour s'assurer que l'échantillon ne glisse pas tout en évitant les effets néfastes d'une pression excessive sur le matériau.



(a)



(b)

Figure 2.18 – Installation utilisée (a) et variation d'épaisseur pendant un traitement identique au frittage sur un matériau cru et fritté (b)

Le coefficient de dilatation a été mesuré et des essais de vieillissement ont été réalisés. Pour cela, les essais ont été conduits sous air jusqu'à 1300 °C, température maximale utilisée pour les autres caractérisations. Les rampes de température ont été de 400 °C.h⁻¹. Des essais ont été réalisés dans l'axe des fibres, sur des échantillons mesurant 10 mm de haut.

Un traitement identique à celui programmé pour le frittage a été appliqué dans le dilatomètre sur un échantillon cru (après pressage) puis sur ce même échantillon considéré comme fritté (Figure 2.18 (b)). Pour observer le frittage, les mesures ont été réalisées dans l'épaisseur du matériau. A

partir de de 950 °C, une inflexion de la courbe de dilatation du matériau séché est notée, caractéristique d'un début de retrait de frittage. Le matériau fritté présente un retrait moindre et plus tardif, à partir de 1100 °C.

Un essai a été réalisé jusqu'à 1200 °C sur le matériau dans le sens des fibres. La dilatation du matériau est décrite empiriquement par un polynôme d'ordre deux. Cela permet d'obtenir une évolution linéaire du coefficient de dilatation avec la température :

$$\alpha(T) = 2,5.10^{-9} T + 7,36.10^{-6} \quad (2-10)$$

Chapitre 3 :

Étude expérimentale du comportement élastique- endommageable

Ce chapitre a pour but d'investiguer le comportement mécanique en température du composite oxyde/oxyde. Tout d'abord la caractérisation conduite à température ambiante sera présentée. Elle sera complétée par l'étude de l'endommagement du matériau grâce à des mesures d'émission acoustique et d'essais micromécaniques. La dépendance du comportement à la température sera ensuite abordée par des essais de traction réalisés entre 700 et 1000 °C et de flexion 4 points à 800 °C. Enfin une analyse de la rupture en flexion 4 points par une loi de Weibull sera proposée.

Sommaire

3.1	Introduction	67
3.2	Propriétés élastiques et à rupture à température ambiante	67
3.2.1	Comportement en traction.....	67
3.2.2	Comportement en flexion 4 points.....	69
3.3	Endommagement à température ambiante	73
3.3.1	Enregistrement de l'émission acoustique en cours d'essai.....	73
3.3.2	Observation de l'endommagement.....	74
3.4	Effet de la température sur la microstructure et les propriétés du matériau	79
3.4.1	Effet de la température sur le matériau.....	79
3.4.2	Effet de la température sur le comportement.....	80
3.4.3	Comportement sous sollicitations monotones au-dessus de 1100 °C.....	84
3.4.4	Dépendance du module d'Young à la température.....	86
3.5	Analyse statistique de la rupture en flexion 4 points	87
3.5.1	Rappels sur la statistique de Weibull.....	87
3.5.2	Estimation de la loi de Weibull et fiabilité des paramètres.....	88
3.5.3	Fiabilité de l'estimation des paramètres.....	89
3.5.4	Effet de la température.....	91
3.6	Résumé et perspectives	92

3.1 Introduction

Les propriétés mécaniques des composites oxyde/oxyde sont souvent considérées insensibles à la température jusqu'à des températures proches de la limite d'utilisation des fibres. C'est notamment le cas pour les composites à fibres N720, dont le comportement mécanique à 900 °C reste très proche de celui observé à température ambiante [87]. Peu d'études s'intéressent en détail à une gamme de températures intermédiaires, proche de la limite d'utilisation des fibres, dans laquelle le matériau pourrait être utilisé. L'objectif de ce chapitre est donc d'étudier le comportement mécanique du matériau à température ambiante, puis d'observer finement l'effet de la température jusqu'à l'apparition du fluage où les phénomènes visqueux impliquent un changement radical de comportement, avec l'apparition de déformations irréversibles importantes.

3.2 Propriétés élastiques et à rupture à température ambiante

La caractérisation à température ambiante de ce matériau a déjà été conduite en traction et en compression [4]. La symétrie du tissage mise à part, le procédé d'élaboration n'ayant pas été modifié, il n'a pas été jugé nécessaire de réaliser une nouvelle caractérisation complète. Des essais complémentaires ont été réalisés dans le sens des fibres pour permettre une analyse plus précise de l'effet de la température. La caractérisation a été complétée par l'étude du comportement en flexion.

3.2.1 Comportement en traction

Le comportement en traction du composite oxyde/oxyde élaboré à l'ONERA est déjà connu, car étudié par C. Ben Ramdane lors de sa thèse [23]. Un exemple représentatif de courbe de traction dans le sens des fibres est présenté dans la Figure 3.1.

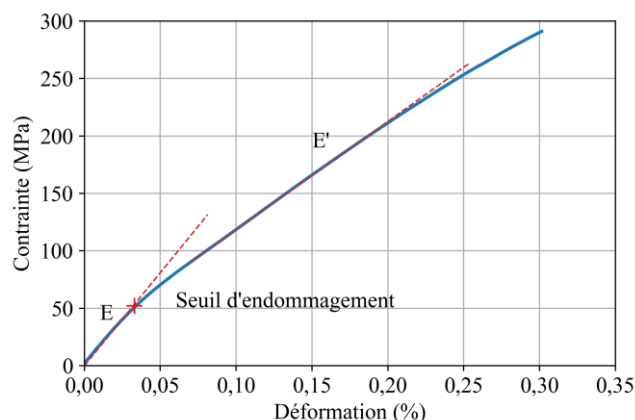


Figure 3.1 – Courbe de traction à température ambiante

Dans le cadre de ce travail, des essais complémentaires ont été réalisés à température ambiante sur douze éprouvettes issues de trois plaques différentes. La contrainte et la déformation à

rupture moyennes mesurées sur ces éprouvettes sont respectivement de 257 ± 13 MPa et de $0,26 \pm 0,02\%$, ce qui correspond aux valeurs mesurées antérieurement sur un matériau analogue [2].

Une chute de la rigidité est systématiquement observée pour une contrainte proche de 50 MPa. C. Ben Ramdane a identifié cette transition comme étant le seuil d'endommagement du matériau, attribué à une multi-fissuration de la matrice. Le seuil a été calculé pour une contrainte et une déformation moyennes respectives de 54 ± 4 MPa et $0,035 \pm 0,003\%$. Un module d'Young moyen de 159 ± 7 GPa a été mesuré pour la première partie de la courbe. Au-delà du seuil, une deuxième partie quasi-linéaire est observée jusqu'à rupture. Certains essais présentent une seconde inflexion juste avant la rupture. Ce dernier changement de pente a été attribué, notamment par N. Guel [26], à la création et la propagation de délaminages. En comparant les résultats obtenus sur les trois nuances étudiées, il a pu observer que cette propagation est favorisée par la présence de macropores.

Des essais cycliques ont révélé l'apparition d'une déformation résiduelle. L'un des quatre essais réalisés est représenté par la Figure 3.2 (a). La fermeture des fissures en compression conduit à une déformation résiduelle faible. De faibles boucles d'hystérésis sont également notées. Dans les CMC, ces boucles traduisent généralement le frottement entre les fibres et la matrice après décohésion interfaciale. La faible énergie dissipée par ce mécanisme conduit à une courbe contrainte/déformation quasi-linéaire à la décharge. Il est alors possible de suivre l'évolution d'un module d'élasticité « conventionnel » de décharge au cours de l'essai. Ce module est tracé en fonction de la contrainte maximale atteinte au cours du cycle correspondant (Figure 3.2 (b)). Sa décroissance entre 160 et 110 GPa est continue, plus rapide au début qu'à la fin. Cela semblerait indiquer que la matrice s'endommage de manière continue lors de l'essai, par la propagation de fissures matricielles, qui conduit à des décohésions dans et autour des torons [26].

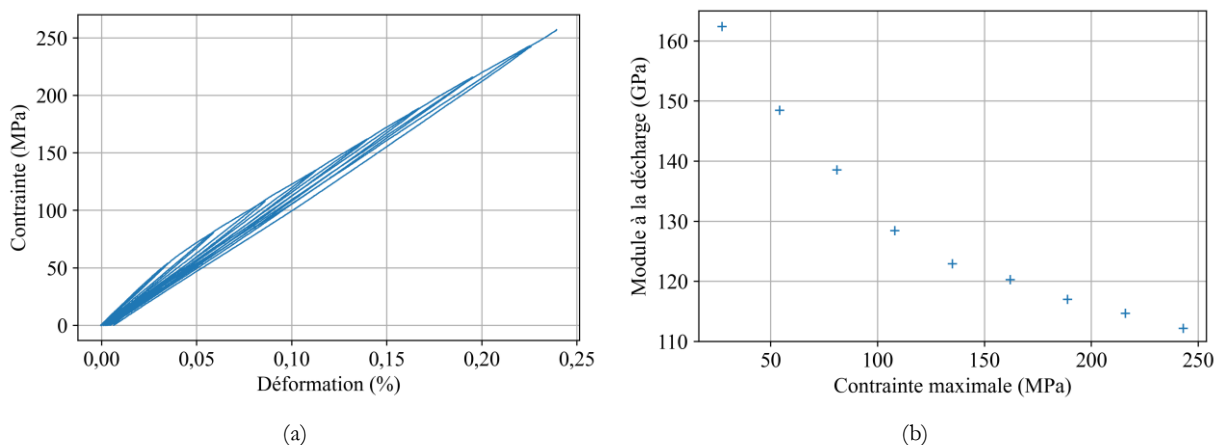


Figure 3.2 – Réponse contrainte/déformation lors d'un essai cyclique (a) et module à la décharge après des contraintes imposées croissantes (b)

Quelques faciès de rupture sont présentés dans la Figure 3.3. L'endommagement diffus dans la matrice conduit à l'extraction de fibres, ainsi qu'à la formation d'une zone fortement endommagée qui s'étend sur quelques millimètres autour de la rupture, jusqu'à 2 cm pour

certaines éprouvettes. Des décohésions entre fibres et matrice, ainsi que des ruptures de fibres isolées ont été observées sous MEB (Figure 3.3 (b)). L'observation de la tranche des éprouvettes (Figure 3.3 (c)) révèle l'endommagement dans la matrice et le délaminage entre plis, auxquels les macropores contribuent de manière active.

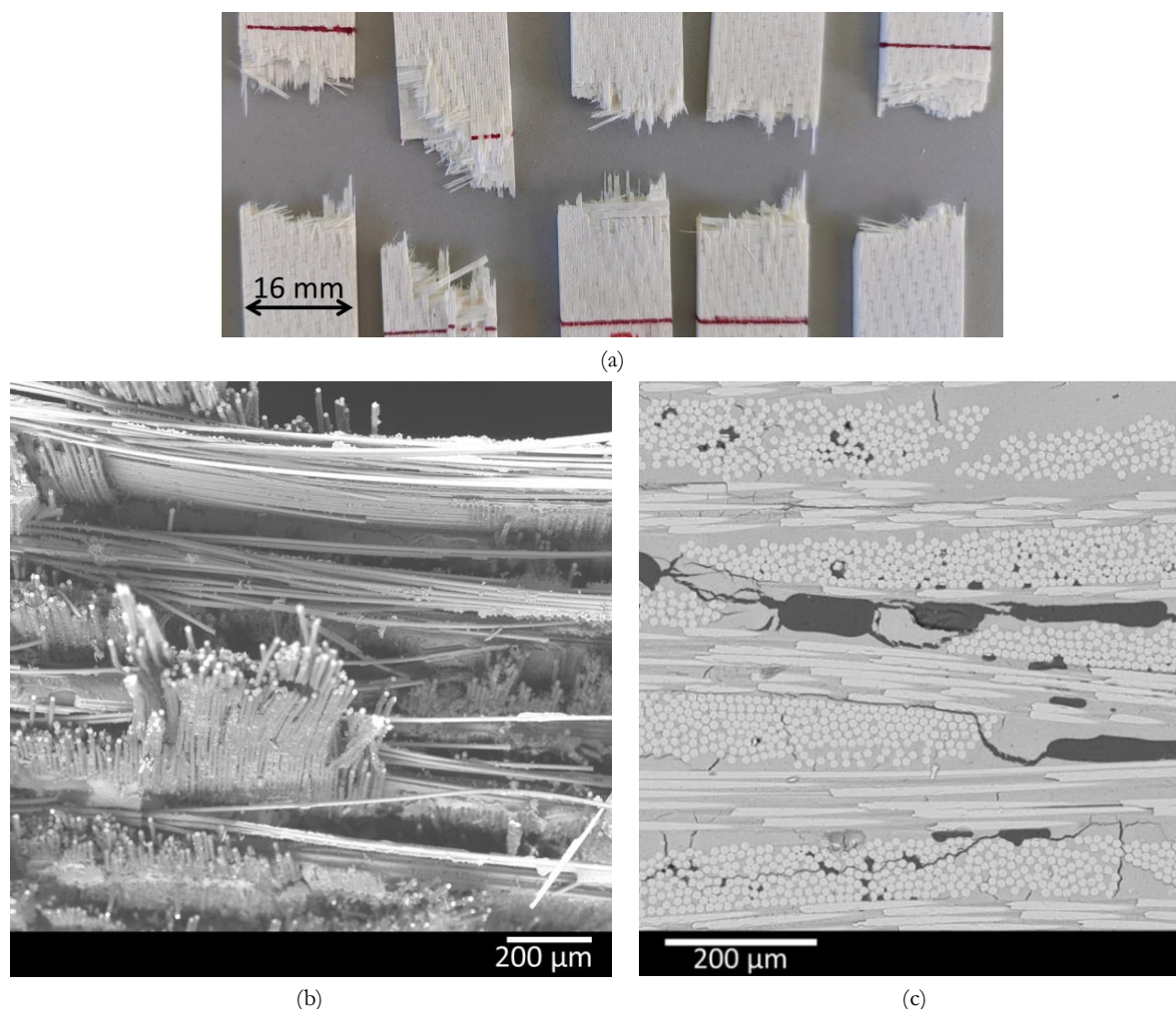


Figure 3.3 – Faciès de rupture d'éprouvettes rompues en traction à température ambiante

3.2.2 Comportement en flexion 4 points

Deux campagnes d'essais ont été réalisées en flexion 4 points à température ambiante. La première (61 essais) a été réalisée sur le montage disponible à l'ONERA. Les éprouvettes mesuraient 13 mm de large pour 75 mm de long et les appuis étaient écartés respectivement de 32 et 64 mm. La Figure 3.4 révèle quelques courbes obtenues lors de ces essais (a), ainsi qu'une courbe caractéristique de la réponse en flexion 4 points (b).

Le comportement s'avère différent de celui observé en traction. Le changement de pente observé systématiquement vers 50 MPa sur les essais de traction n'est pas présent ou nettement moins marqué : un comportement quasi-linéaire est observé, seule une légère déviation à la linéarité au-delà de 150 MPa peut être observée.

Un module d'Young de 135 ± 10 GPa a été mesuré. Les résistances à la rupture sont un peu plus dispersées qu'en traction, avec une contrainte à rupture de 337 ± 57 MPa pour une déformation à rupture de $0,29 \pm 0,06$ %. Une analyse statistique de la rupture sera conduite dans le §3.5.

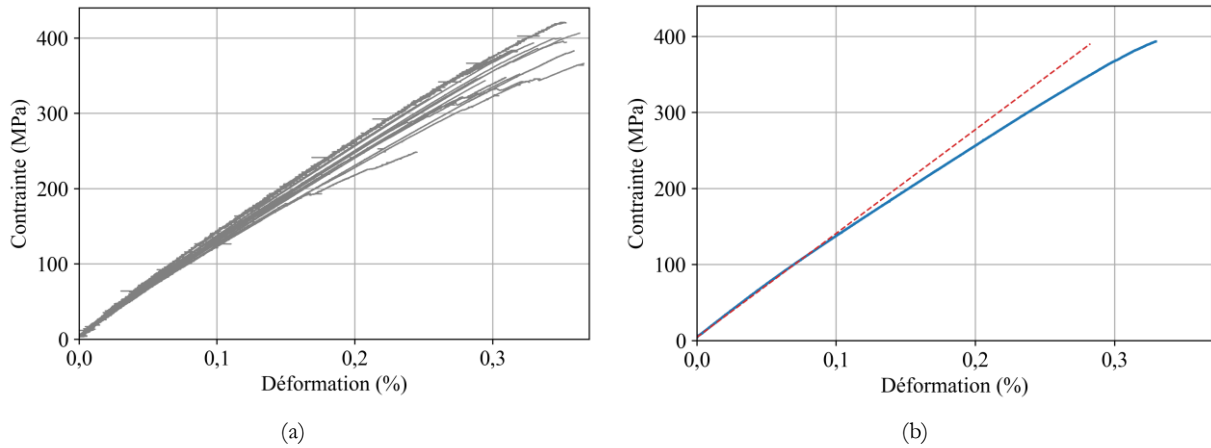


Figure 3.4 – Faisceau de courbes de flexion 4 points à température ambiante (a) et courbe caractéristique en bleu, la courbe rouge illustrant l'écart à la linéarité par rapport à la pente à l'origine (b)

Ces grandeurs sont obtenues par les équations de l'élasticité linéaire, à partir de la charge mesurée par la cellule de force et de la flèche au centre de l'éprouvette obtenue par le capteur de déplacement. Or, les composites révèlent souvent une dissymétrie du comportement macroscopique entre traction et compression provoquée par la présence de fibres. A partir de la mesure des champs de déplacement, les images acquises pendant les essais permettent de calculer des déformations locales du matériau. On peut en particulier s'intéresser aux déformations moyennes subies par les plis extérieurs, comme illustré par la Figure 3.5, qui subissent les déformations maximales entre les appuis intérieurs.

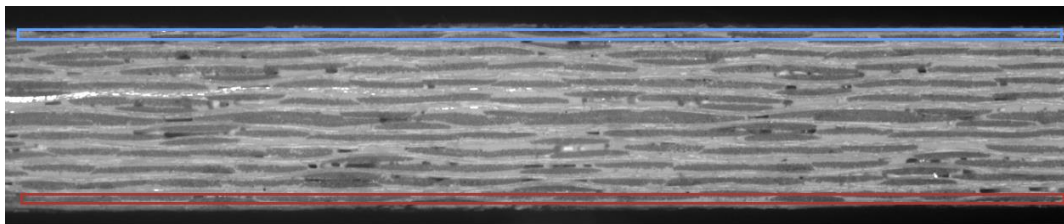


Figure 3.5 – Zones de mesure des déformations lors d'essais de flexion 4 points

Dans le pli en compression, en bleu sur la Figure 3.6, un comportement linéaire élastique est observé jusqu'à rupture. Cette observation est courante sur les composites SiC/SiC dont la résistance en compression est bien supérieure à celle en traction [88], [89]. Un essai de compression sur le composite oxyde/oxyde a été réalisé et le résultat est représenté en gris. Un comportement linéaire élastique est également observé, ce qui confirme le caractère faiblement endommageable de ce matériau en compression, déjà noté lors de la thèse de C. Ben Ramdane [4].

A l'opposé, une baisse de rigidité est observée sur le pli en traction pendant l'essai, avec une rupture de pente autour de 150 MPa, soit à un niveau trois fois plus élevé que celui observé en

traction pure. Cependant, les images prises lors de l'essai ne permettent pas d'observer un quelconque endommagement localisé (discontinuité du champ de déplacement créé par une fissure) et le champ de déformation calculé demeure uniforme.

La déviation à la linéarité observée sur le comportement global de l'éprouvette ne peut donc être attribuée qu'à la moitié de l'éprouvette sollicitée en traction. De plus, en traction, l'éprouvette est chargée de manière uniforme ce qui amène à une multi-fissuration de la matrice dans toute l'éprouvette. En flexion, on peut s'attendre à un endommagement qui apparait au plus près de la surface de l'éprouvette et qui va se rapprocher du centre quand l'effort augmente. Une perte de linéarité moins marquée peut donc être observée.

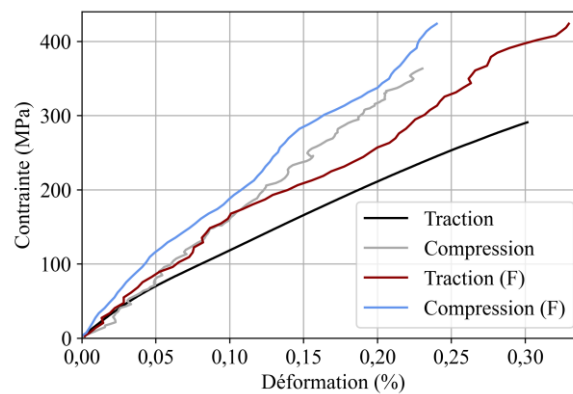


Figure 3.6 – Comportement des plis en traction et en compression lors d'essai de flexion 4 points et comparaison avec le comportement observé en traction et compression pures

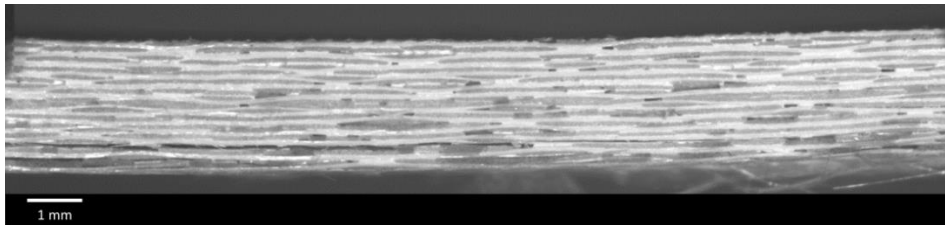
Les éprouvettes ont été chargées à une vitesse constante de déplacement de traverse de $0,5 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$. Le chargement a été interrompu manuellement dès qu'une chute brutale de charge a été détectée, ce phénomène de type fragile étant généralement repéré sans ambiguïté. L'éprouvette a alors été observée pour déterminer l'origine de cette rupture primaire. Cette rupture a pu être facilement identifiée comme étant :

- une rupture du pli externe soumis à la tension maximale (Figure 3.7 (a)) dans 65 % des cas ;
- un délaminage entre plis (Figure 3.7 (b)) dans 28 % des cas ;
- plus rarement, un flambement du pli subissant la compression maximale (Figure 3.7 (c)) dans 7 % des cas.

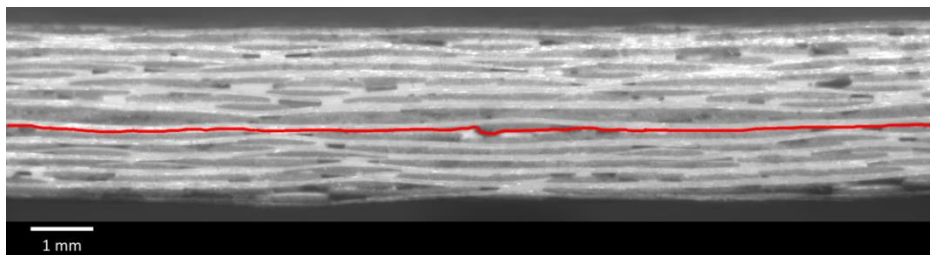
Sur une observation MEB d'une éprouvette ayant rompu au niveau du pli en traction (Figure 3.7 (c)), on observe un endommagement des plis en traction : des fissures matricielles se propagent entre et à travers les torons.

Lors de la rupture par délaminage, l'amorçage peut se localiser en dehors de la zone centrale de l'éprouvette (entre les rouleaux intérieurs et extérieurs), là où le cisaillement est maximal. Ces fissures se positionnent généralement sur une longueur supérieure à l'écartement des rouleaux intérieurs. La matrice faible de ce type de composites oxyde/oxyde leur confère une faible résistance au cisaillement interlaminaire. Des essais de flexion 3 points à appuis rapprochés ont permis de mesurer une contrainte à rupture de $23 \pm 3 \text{ MPa}$, comparable aux données qu'on peut

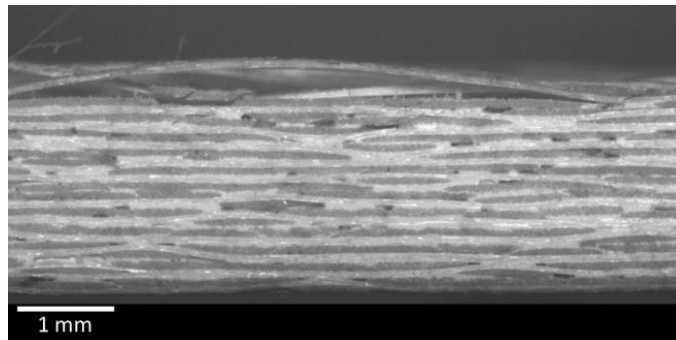
trouver dans la littérature. W.E.C. Pritzkow *et al.* ont mesuré une résistance de 18 ± 1 MPa sur un matériau à matrice alumine-zircone [22], alors que, pour un matériau à matrice alumino-silicate, A. K. Singh *et al.* ont déterminé une valeur de 17 ± 1 MPa [90]. Cela peut donc expliquer une partie de la dispersion observée sur la résistance à la rupture dont une analyse est proposée dans le §3.5.



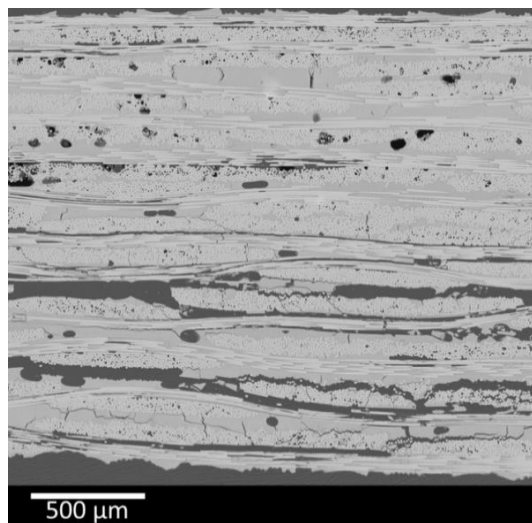
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure 3.7 – Rupture en flexion 4 points : rupture d'un pli en traction (a) et délaminage au centre de l'éprouvette (b), flambement d'un pli en compression (c) et observation au MEB de l'endommagement après la rupture (d)

Une deuxième campagne a été réalisée au Centre des Matériaux sur une géométrie d'éprouvettes plus petite. Les 37 éprouvettes mesuraient 9 mm de large et 50 mm de long. Calculés par les lois de l'élasticité linéaire, la résistance et la déformation à la rupture ont été respectivement de 286 ± 52 MPa et $0,26 \pm 0,05\%$, le module d'élasticité étant estimé à 111 ± 9 GPa. C'est ce montage qui a été utilisé pour les essais à haute température. Pour une raison inconnue, le module d'élasticité s'avère environ 20% plus faible sur cette géométrie.

3.3 Endommagement à température ambiante

Une perte de rigidité, attribuée à un endommagement, a été observée dès lors qu'une partie du matériau est sollicitée en traction au-dessus d'un certain seuil de contrainte. Deux méthodes ont été utilisées pour le détecter : surveillance de l'activité acoustique dans le matériau et observation directe de l'endommagement sous MEB.

3.3.1 Enregistrement de l'émission acoustique en cours d'essai

Un capteur d'émission acoustique a été placé sur quelques éprouvettes de traction sollicitées à température ambiante. La contrainte (en bleu), l'énergie acoustique (en noir) et le nombre de coups (en gris) sont représentées en fonction de la déformation sur la Figure 3.8. Comme déjà noté par C. Ben Ramdane [23], l'activité acoustique est négligeable avant le seuil d'endommagement. Des événements de faible énergie sont ensuite majoritairement observés. Il faut attendre la fin de l'essai pour assister à la libération de salves de forte énergie.

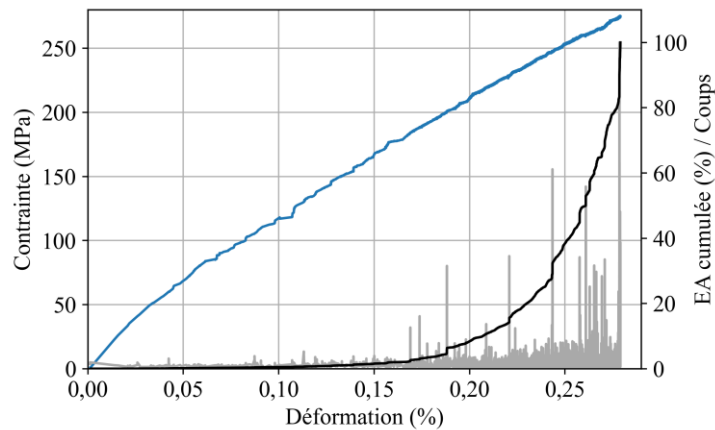


Figure 3.8 – Comportement mécanique et évolution de l'énergie acoustique lors d'un essai de traction

Un essai analogue conduit en flexion 4 points (Figure 3.9 (a)) révèle également que l'énergie acoustique libérée commence à croître peu après la rupture de pente attribuée à l'apparition d'endommagement.

Le seul essai de compression réalisé lors de ces travaux est présenté Figure 3.9 (b). Lors de cet essai mené à vitesse de déplacement constante de $0,5 \text{ mm.mn}^{-1}$, trois décrochements de la force ont été notés. Cela correspond à des événements dans les mors sans impact sur le comportement du matériau. La libération d'énergie acoustique associée est donc considérée comme un artefact.

Une évolution quasi-linéaire de l'énergie cumulée est observée en fonction du temps au-delà de 150 MPa.

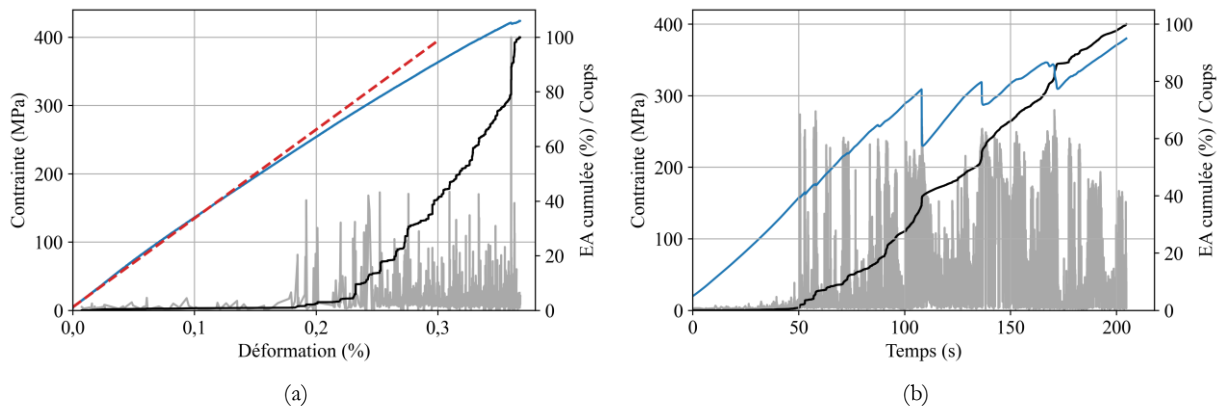


Figure 3.9 – Comportement mécanique et évolution de l'énergie acoustique lors d'un essai de flexion 4 points (a) et de compression (b)

3.3.2 Observation de l'endommagement

Si l'émission acoustique s'avère efficace pour détecter et suivre l'endommagement dans le temps, il n'est pas simple d'associer les événements acoustiques à des mécanismes microstructuraux, ni de quantifier le niveau d'endommagement en fonction de l'énergie acoustique mesurée. L'observation de la tranche de l'éprouvette par microscopie optique a été couramment employée pour les composites à matrice organique. Malheureusement, sur les composites oxyde/oxyde, seule la propagation de délaminage peut être observée par cette technique. C. Ben Ramdane a réalisé des essais en appliquant une contrainte inférieure à la contrainte à rupture. L'éprouvette déchargée est ensuite observée au MEB. Peu d'endommagement est noté sur les éprouvettes sollicitées à moins de 220 MPa. Au-delà, le type d'endommagement est similaire à celui d'une éprouvette sollicitée en traction monotone jusqu'à rupture. L'apparition et la multiplication de fissures matricielles sont observées à travers les torons transversaux et le long des torons longitudinaux. La fermeture des fissures susceptible d'intervenir lors du déchargement peut fausser les observations réalisées à contrainte nulle. En revanche, l'utilisation d'essais micromécaniques *in situ* sous MEB et sous contraintes s'est révélée efficace et complémentaire pour observer des mécanismes locaux lors de la thèse de C. Ben Ramdane [4].

Cette technique a notamment permis d'observer la fermeture des fissures (Figure 3.10). En corrélant une image après apparition d'une fissure avec une image de référence (a), une discontinuité du champ de déplacement (c) est observée au niveau de la décohésion. Il est ainsi possible de mettre en évidence des fissures de largeur inférieure à 500 nm, ce qui est impossible avec un microscope optique. On observe la fermeture des fissures lors de la décharge comme l'illustre la Figure 3.10 (d). La fissure observée précédemment n'est quasiment plus visible, ce qui prouve l'intérêt d'une observation en continu lors de l'essai pour suivre l'endommagement du matériau.

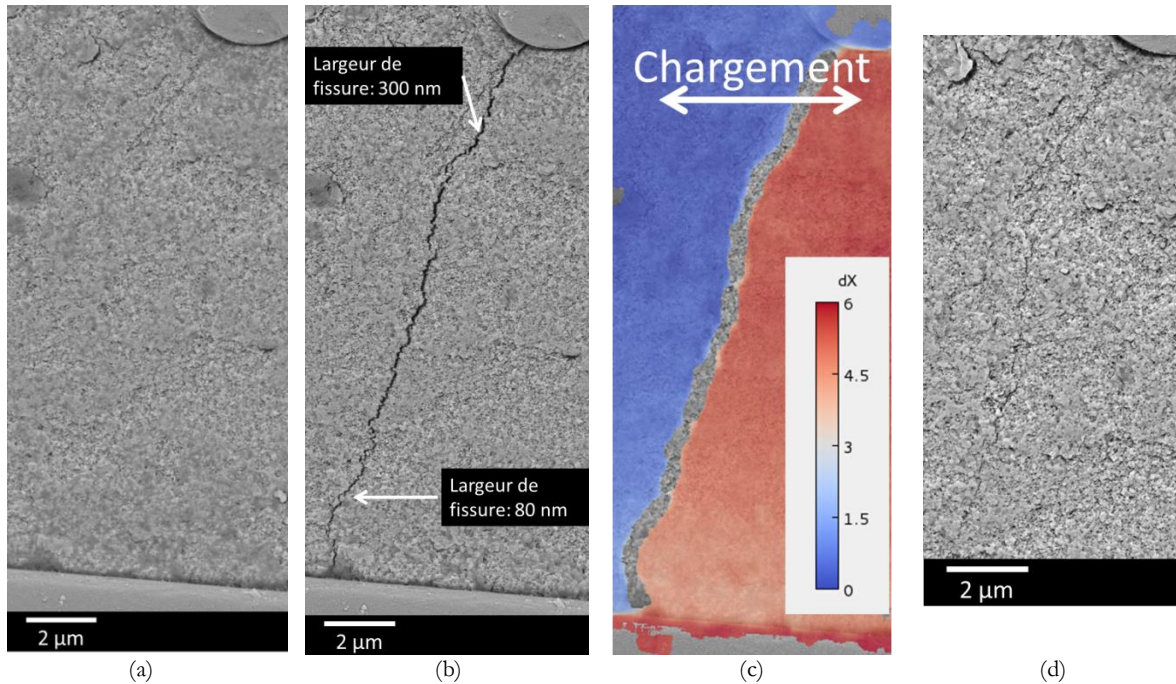


Figure 3.10 – Essai micromécanique sous MEB : (a) image de référence, (b) image à 210 MPa, (c) champ de déplacement et (d) image après décharge

Des essais de flexion ont tout d’abord été réalisés en dehors du MEB, afin de pouvoir mesurer les champs de déformations sur les plis externes en appliquant la même méthode de corrélation d’images que pour les essais de flexion macroscopiques (§3.3.2). Les courbes contrainte/déformation obtenues sont présentées dans la Figure 3.11. Les caractères linéaire élastique en compression et endommageable en traction sont confirmés par ces essais.

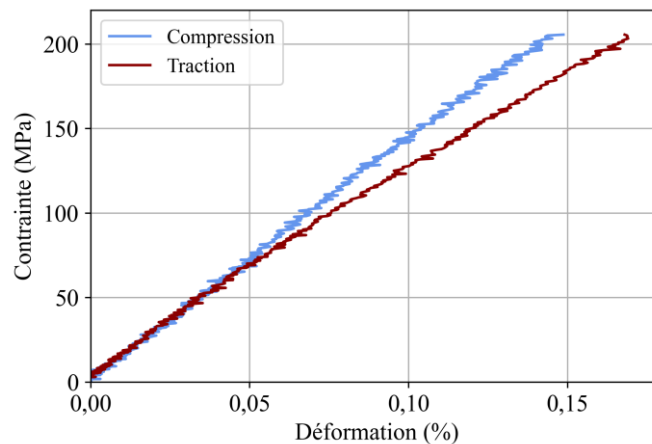


Figure 3.11 – Courbes contrainte/déformation en flexion 4 points mesurées sur la platine DEBEN

Des essais ont par la suite été réalisés sous MEB et l’endommagement a été détecté par corrélation d’image comme illustré par la Figure 3.10.

Lors d’un essai sous MEB, un déplacement des mors est imposé puis les moteurs sont arrêtés pour éviter des vibrations parasites. Suite à l’arrêt, une relaxation de la contrainte appliquée est observée mais elle reste relativement faible (quelques MPa) et de courte durée pour ne pas perturber l’acquisition des images. Un essai de flexion réalisé *in situ* sous MEB est présenté ci-

dessous. Les images sont acquises sur une tranche d'une largeur de $500\ \mu\text{m}$ illustrée par la Figure 3.12. La résolution retenue est de $50\ \text{nm}\cdot\text{pixel}^{-1}$.

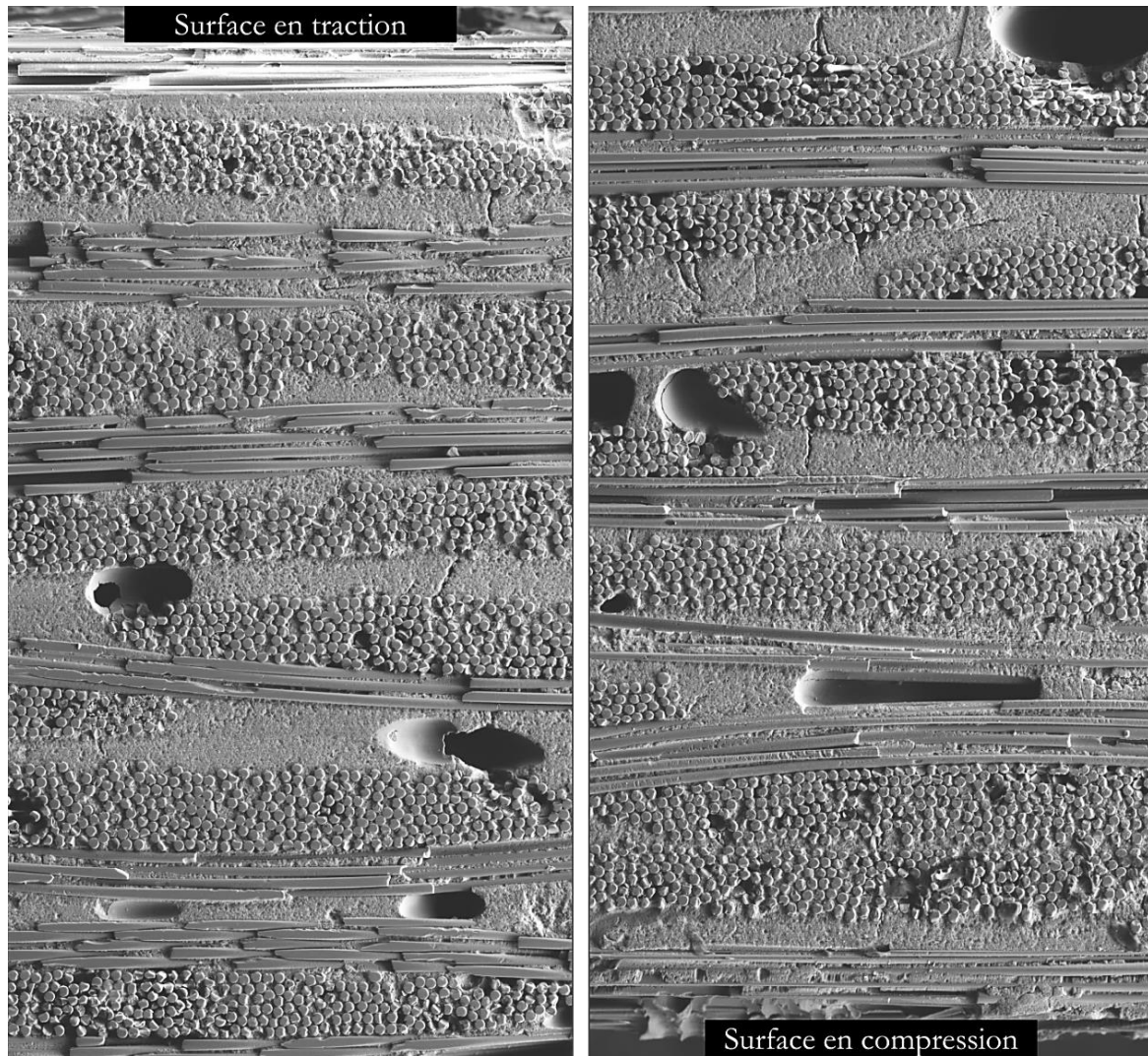


Figure 3.12 – Largeur de la tranche de l'éprouvette observée lors de l'essai de flexion 4 points sous MEB

La Figure 3.13 représente le quart supérieur de la zone observée aux différents instants de l'essai. La dernière image sans endommagement est prise à $145\ \text{MPa}$ (a). A $175\ \text{MPa}$ (b), deux fissures apparaissent dans le pli le plus tendu. L'une des deux traverse le pli tandis que l'autre se développe à l'intérieur de celui-ci. Ces fissures semblent donc s'amorcer au sein des torons et se propager à travers. L'augmentation de la charge (c) provoque l'amorçage d'une troisième fissure au sein du premier pli, à une distance proche des deux premières et le deuxième pli commence à s'endommager. Sur les images (d) et (e) les deux premiers plis continuent à s'endommager. Enfin, à $290\ \text{MPa}$ (f), dernière image avant la rupture, une fissure s'amorce dans le troisième pli.

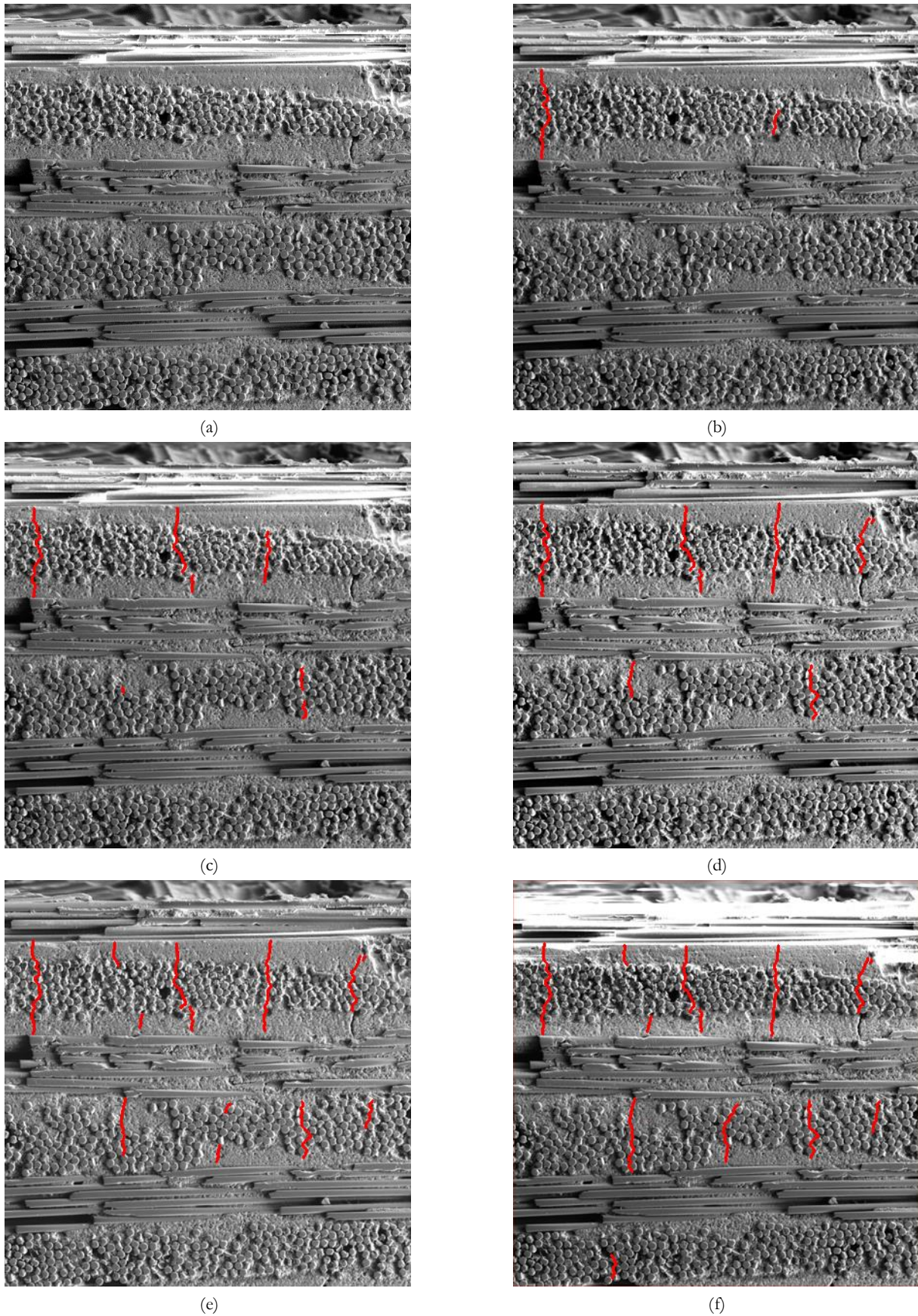


Figure 3.13 – Vue de côté de la face en traction de l'éprouvette à différents niveau de chargement : 145 MPa (a), 175 MPa (b), 210 MPa (c), 240 MPa (d), 275 MPa (e), et 290 MPa (f)

Un résumé de la séquence de développement des fissures est proposé par la Figure 3.14 (a). Elles mesurent généralement une cinquantaine de nanomètres de large et sont observées pour des contraintes proches de 150 MPa, qui correspondent à la déviation à la linéarité observée sur la courbe de comportement. Les fissures semblent s'amorcer au sein des torons et se développer à travers ceux-ci, jusqu'à former un réseau périodique. Ce scénario est couramment observé dans les composites à matrice organique sollicités en traction [91], [92].

On peut aussi constater l'effet du gradient de sollicitation puisque le niveau d'endommagement diminue quand on se rapproche du plan médian de l'éprouvette. En compression, comme on peut l'observer sur la Figure 3.14 (b) sur une image prise juste avant la rupture, aucune fissure n'a été créée.

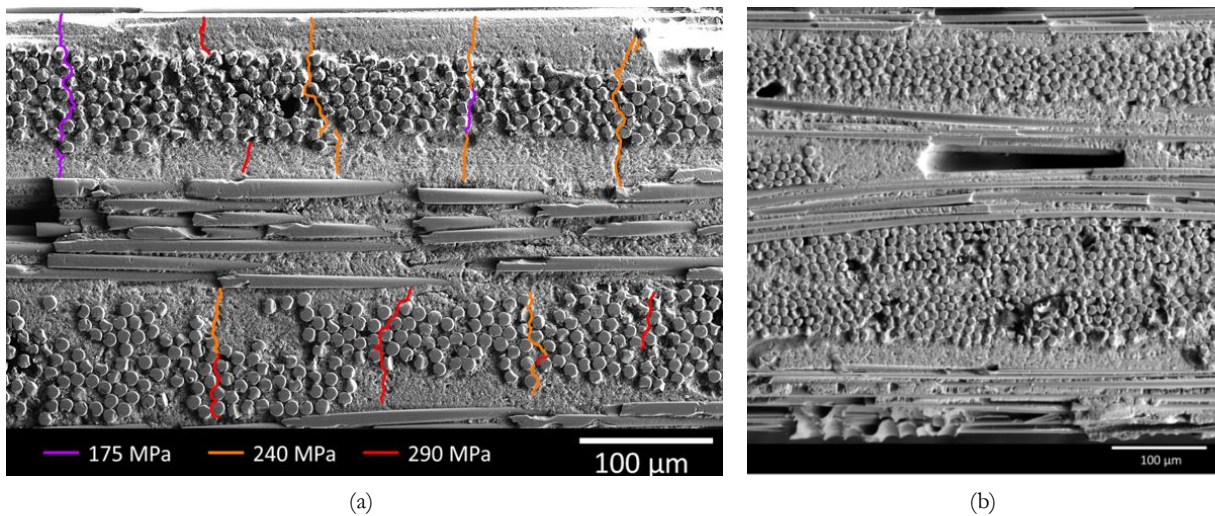


Figure 3.14 – Développement de l'endommagement dans la partie en traction de l'éprouvette (a) et partie en compression, juste avant la rupture (b)

La rupture peut être observée sur la Figure 3.15.

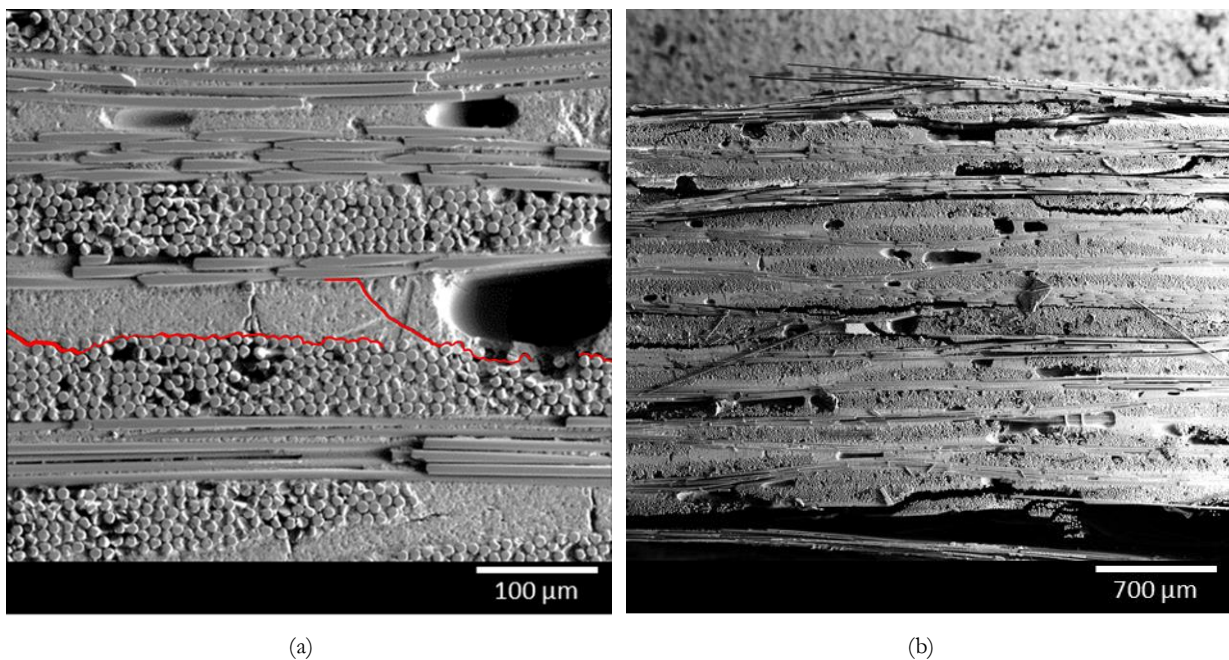


Figure 3.15 – Rupture de l'éprouvette : délaminage au centre (a) et rupture des plis (b)

La rupture intervient suivant un scénario analogue à celui observé sur les éprouvettes de plus grandes dimensions. Un délaminage au centre de l'éprouvette (a) provoque une rupture initiale, puis les plis en traction (partie supérieure de l'image) rompent un à un pendant que le pli externe en compression flambe.

3.4 Effet de la température sur la microstructure et les propriétés du matériau

L'effet de la température a été évalué, tout d'abord par des mesures dilatométriques, puis en s'intéressant aux évolutions du comportement mécanique induites par la température.

3.4.1 Effet de la température sur le matériau

Des traitements thermiques ont été conduits entre 900 et 1000 °C, afin d'observer l'effet de l'exposition prolongée du matériau à une haute température. Un premier traitement de 24h à 1000 °C dans le dilatomètre n'a pas révélé de variation significative de l'épaisseur, ce qui a été confirmé par une diminution de la porosité ouverte de moins de 1% mesurée par porosimétrie à l'eau. Des traitements de plus longue durée ont été menés sur des éprouvettes de flexion. La Figure 3.16 illustre la microstructure de la matrice du matériau vierge (a) et après un traitement thermique de 500 h à 900 °C (b). Ces images ont été obtenues après un polissage mécanique, suivi d'un polissage ionique permettant d'obtenir une surface extrêmement plane tout en s'affranchissant des arrachements associés au polissage mécanique. La porosité peut alors être mesurée avec précision par traitement d'image. En moyennant les mesures sur dix champs mesurant 20 x 20 μm , un taux de porosité peut être déterminé. Sur l'éprouvette de référence un taux moyen de 20% surf. a été mesuré. Une diminution de 5% de ce taux est constatée sur l'éprouvette traitée, ainsi qu'une coalescence des pores qui semblent diminuer en nombre et augmenter en volume.

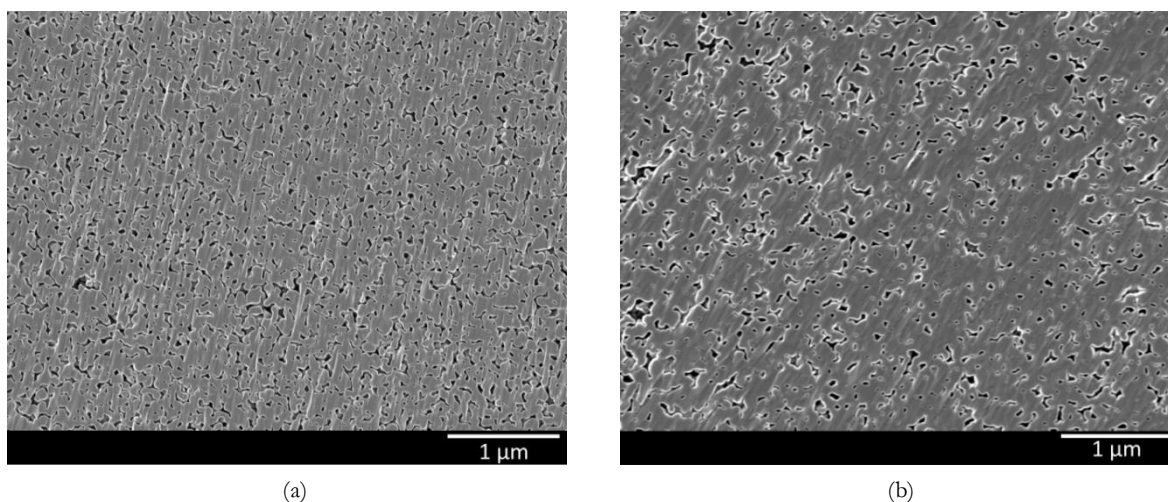


Figure 3.16 – Matrice d'une éprouvette vierge (a) et d'une éprouvette traitée 500h à 900 °C (b) après polissage ionique

Trois éprouvettes ont été traitées 72h à 1000 °C sous air sec (en orange) et trois autres dans une atmosphère composée de 20% vol. de vapeur d'eau (en vert). La Figure 3.17 fournit un exemple représentatif de courbes d'essais de flexion 4 points instrumentés par émission acoustique réalisés sur ces éprouvettes vieilles, comparées à une éprouvette vierge (en bleu).

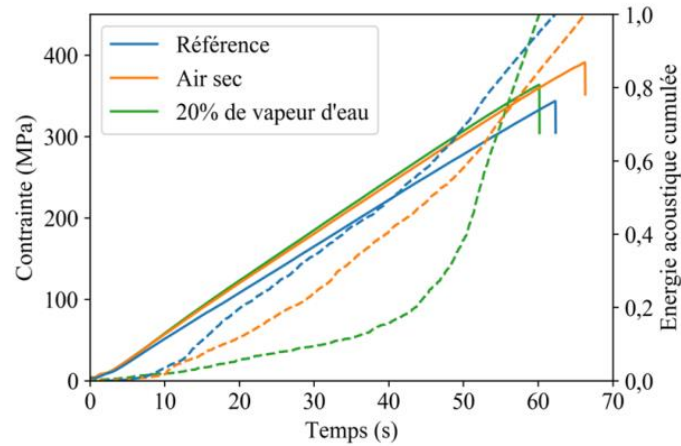


Figure 3.17 – Résultats d'essais de flexion 4 points sur une éprouvette vierge et sur des éprouvettes vieilles 72h à 1000 °C sous air sec et air à 20% vol. de vapeur d'eau

Le comportement macroscopique du matériau ne semble pas impacté par les traitements : la rigidité, ainsi que la force et la déformation à rupture des éprouvettes traitées sont équivalentes à celles mesurées sur les éprouvettes vierges. Une modification de la cinétique d'endommagement, notamment après traitement sous vapeur d'eau peut seulement être notée. Si l'énergie acoustique croît de manière quasiment linéaire lors de l'essai sur l'éprouvette de référence, elle se développe de manière beaucoup plus rapide et en fin d'essai sur l'éprouvette traitée sous air humide. Cette observation est toutefois à relativiser compte tenu du nombre d'essais réalisés et de la dispersion inhérente au comportement du matériau.

3.4.2 Effet de la température sur le comportement

Des essais de traction ont été réalisés sur quatre éprouvettes issues de la même plaque, à des températures comprises entre 700 et 1000 °C. Ils sont présentés dans la Figure 3.18 (a). Le comportement reste similaire à celui observé à température ambiante jusqu'à 900 °C. A 1000 °C, la courbure plus marquée vers les hautes contraintes pourrait suggérer l'apparition de viscosité. Afin de dissocier les déformations élastiques et visqueuses, des essais ont été réalisés à des vitesses cent fois plus faibles ($5 \mu\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$) sur des éprouvettes issues de la même plaque. Les deux essais ont alors été comparés en traçant l'écart de déformation mesuré aux deux vitesses pour un même niveau de contrainte (Figure 3.18 (b)). A 900 et 1000 °C, l'écart entre les deux courbes croît au cours de l'essai, ce qui confirme l'hypothèse d'apparition de viscosité pour des essais d'une durée de l'ordre d'une heure, comme ceux réalisés à $5 \mu\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$.

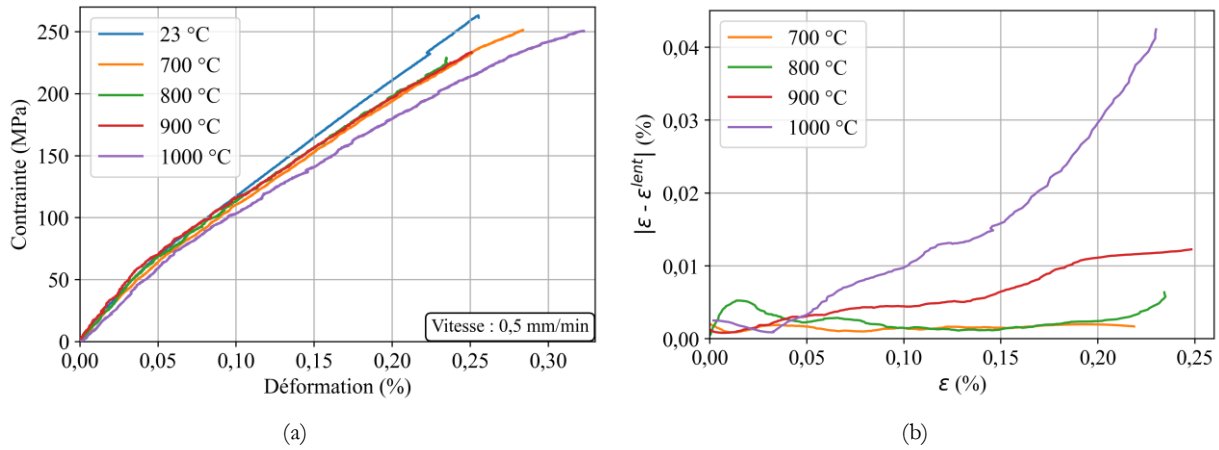


Figure 3.18 – Effet de la température (a) et de la vitesse de déplacement (b) sur le comportement mécanique

Des essais complémentaires ont été réalisés entre 700 et 1000 °C. Les propriétés mesurées sont récapitulées dans le Tableau 2.1. Une réduction de l'ordre de 10% est observée sur le module d'Young et la contrainte à rupture entre la température ambiante et 700 °C, alors que la déformation à rupture reste constante. Cette même tendance a été observée par M. B. Ruggles-Wrenn *et al.* sur un composite à fibres N610 obtenu par enroulement filamentaire [18] : le module d'Young et la contrainte à rupture sont réduits de 10% à 1100 °C, alors que la déformation à rupture demeure inchangée. Un changement de comportement est observé à 1200 °C avec une chute du module de 62% et une déformation à rupture multipliée par quatre.

	Température ambiante (12 éprouvettes)	700 °C (6 éprouvettes)	800 °C (6 éprouvettes)	900 °C (5 éprouvettes)	1000 °C (5 éprouvettes)
Module d'Young (GPa)	159 ± 7	139 ± 4	150 ± 4	134 ± 15	132 ± 9
Déformation au seuil (%)	0,029 ± 0,005	0,030 ± 0,007	0,034 ± 0,003	0,041 ± 0,007	0,045 ± 0,007
Contrainte au seuil (MPa)	45 ± 6	45 ± 11	53 ± 5	54 ± 5	57 ± 7
E' (GPa)	95 ± 6	85 ± 2	85 ± 2	82 ± 5	77 ± 7
Déformation à rupture (%)	0,26 ± 0,02	0,26 ± 0,03	0,25 ± 0,02	0,25 ± 0,01	0,26 ± 0,02
Contrainte à rupture (MPa)	257 ± 13	227 ± 10	224 ± 3	227 ± 10	225 ± 8

Tableau 3.1 – Propriétés mécaniques en fonction de la température

Le seuil d'endommagement, peu étudié dans la littérature, a été mesuré. Une augmentation de la contrainte de début d'endommagement a été observée. C. Ben Ramdane avait estimé la résistance à la rupture de la matrice poreuse (seuil d'endommagement) à 45 MPa, alors qu'un calcul basé sur une loi des mélanges conduit à 27 MPa [23].

La pente de la deuxième partie linéaire des courbes, notée E' , décroît avec la température. Comme on le discutera dans le Chapitre 4, cette observation ne semblerait pas liée à une capacité plus importante du matériau à s'endommager, mais serait uniquement associée à la diminution de la rigidité initiale du matériau.

Quelques faciès de rupture sont présentés dans la Figure 3.19, pour des essais réalisés entre 800 et 1000 °C.

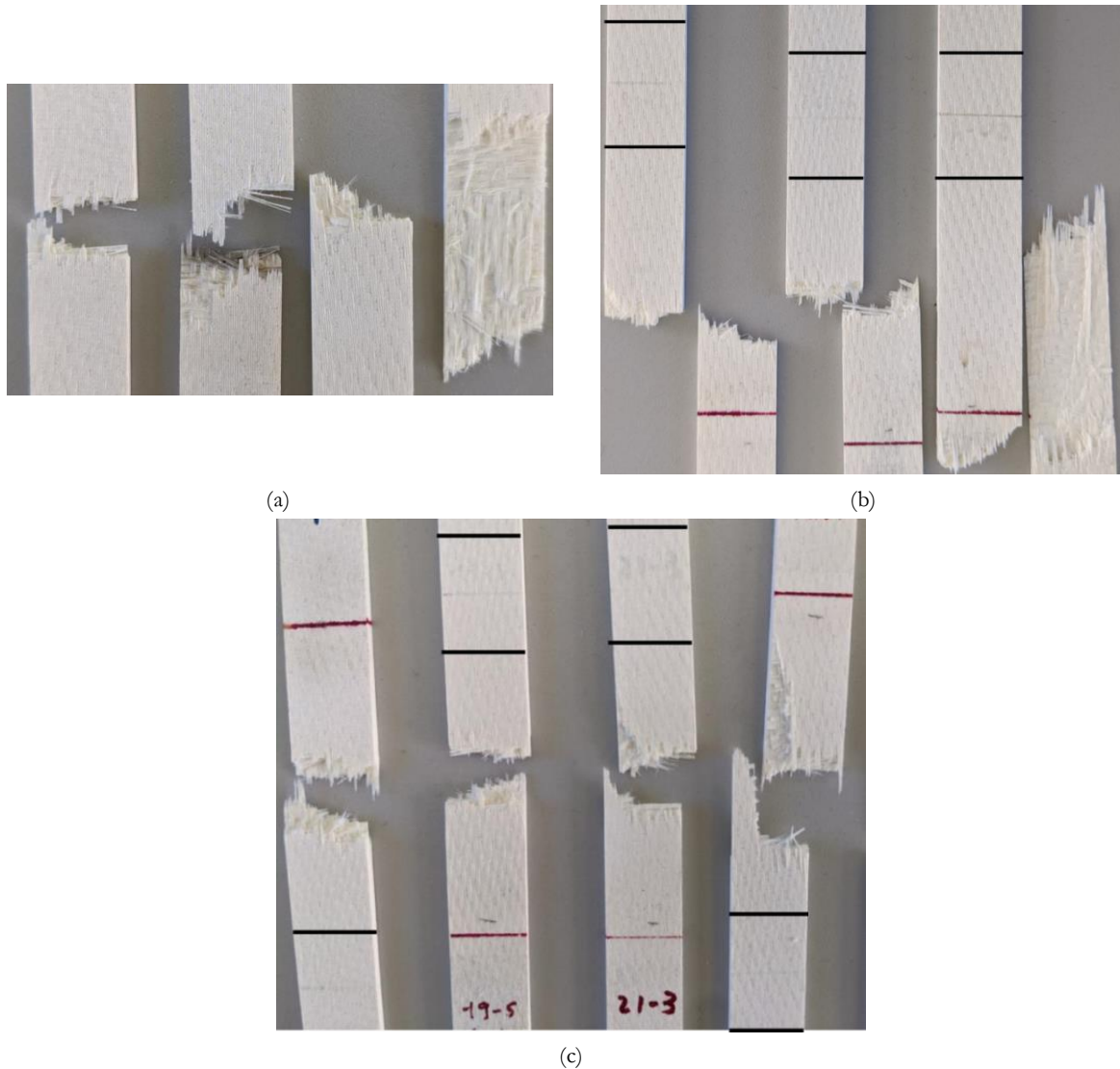


Figure 3.19 – Faciès de rupture des éprouvettes sollicitées en traction à 800 (a), 900 (b) et 1000 °C (c)

Ceux-ci sont similaires aux faciès observés à température ambiante avec des extractions de fibres et des délaminages de longueurs très diverses. A 800 et 900 °C, deux éprouvettes présentent un délaminage d'une longueur d'environ 4 cm. Ces faciès particuliers n'ont été observés que sur ces deux éprouvettes issues d'une même plaque. A 900 °C (Figure 3.19 (b)) et 1000 °C (Figure 3.19 (c)), des traits noirs représentent la position des tiges de l'extensomètre, soit la zone de température asservie dans un intervalle de ± 20 °C autour de la température de consigne. On note donc que la rupture n'a pas toujours eu lieu dans la zone centrale de l'éprouvette et que l'effet de la température ne prédomine pas forcément sur la présence de sections à plus faible

résistance induites par les hétérogénéités du matériau. Cette observation jette quelques doutes sur les effets supposés de la température sur la rupture.

Les essais cycliques conduits entre 700 et 900 °C (Figure 3.20 (a)) ne révèlent pas de différences flagrantes par rapport à ceux conduits à température ambiante : de faibles boucles d'hystérésis sont observées et les fissures se referment quasiment totalement à la décharge, conduisant à de faibles niveaux de déformations résiduelles. Toutefois, ces dernières augmentent à 1000 °C, probablement en raison d'une contribution d'une déformation viscoplastique dans les déformations résiduelles observées. Les modules mesurés lors des décharges suivent une évolution analogue à celle observée à température ambiante (Figure 3.20 (b)).

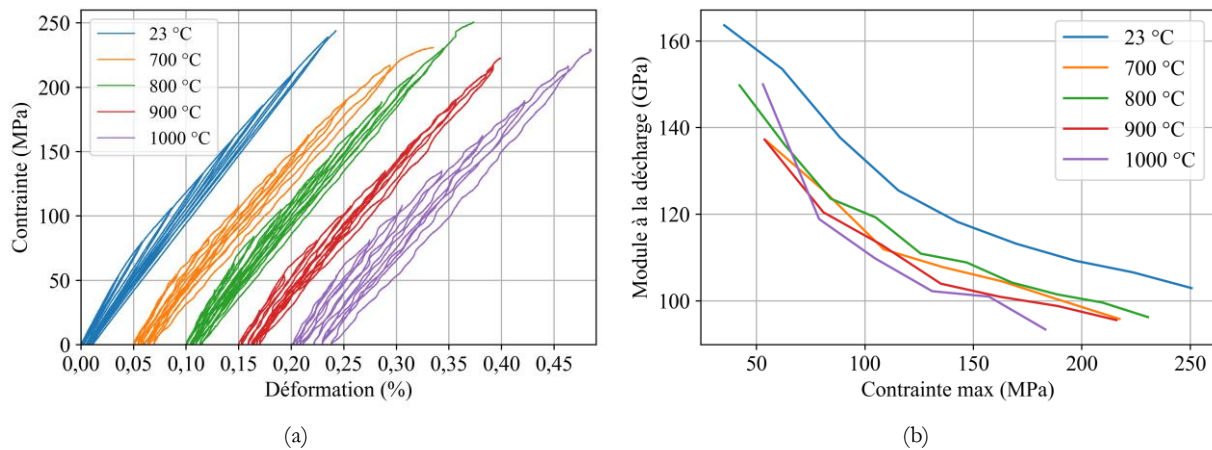


Figure 3.20 – Essais incrémentaux à température ambiante puis entre 700 et 1000 °C (a) et module à la décharge (b)

Globalement, ces résultats confirment que la matrice n'a qu'un faible impact sur le comportement du matériau au-delà du seuil d'endommagement. Le comportement mécanique du matériau est alors principalement régi par celui des fibres. La documentation Nextel [14] mentionne une contrainte à rupture inchangée jusqu'à 900 °C et une diminution de 5% à 1000 °C. L'ensemble de ces observations expliquerait le faible impact de la température sur les propriétés à rupture du composite jusqu'à 1000 °C.

Des essais de flexion ont été réalisés à 800 °C sur 24 éprouvettes. Deux courbes représentatives de la moyenne du faisceau de courbes obtenues sont illustrées Figure 3.21.

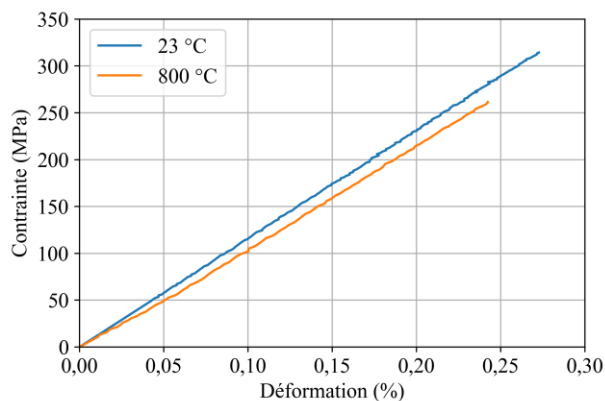


Figure 3.21 – Courbes moyennes représentatives des essais de flexions 4 points réalisés à température ambiante et 800 °C

Comme à température ambiante, un comportement quasi-linéaire est observé, avec toutefois une diminution de la contrainte à rupture moyenne de 286 ± 50 à 259 ± 45 MPa. Le module d'élasticité décroît aussi de 115 ± 8 GPa à 101 ± 7 GPa. La déformation à rupture demeure constante.

3.4.3 Comportement sous sollicitations monotones au-dessus de 1100 °C

Un changement important de comportement a été observé lors d'essais de traction réalisés à 1200 et 1300 °C (Figure 3.22). Des déformations à rupture très importantes de $13,5 \pm 1,0\%$ à 1200 °C et $15,5 \pm 0,3\%$ à 1300 °C ont été mesurées. Le module d'élasticité chute à 78 ± 7 GPa à 1200 °C et 62 ± 1 GPa à 1300 °C. La contrainte maximale atteinte en cours d'essai décroît drastiquement à 85 ± 3 MPa et $37,1 \pm 0,5$ MPa. Ce comportement peut être qualifié de superplastique. Aujourd'hui, pour les céramiques, ce terme est couramment utilisé pour qualifier des matériaux qui peuvent atteindre des déformations en fluage particulièrement élevées, de quelques pourcents à plusieurs dizaines de pourcents. Comme évoqué dans le Chapitre 1, l'alumine à grains très fins est connue pour sa capacité à se déformer. R. S. Hay *et al.* [52] ont observé sur la fibre N610 des elongations supérieures à 10% lors d'essais sur fibres.

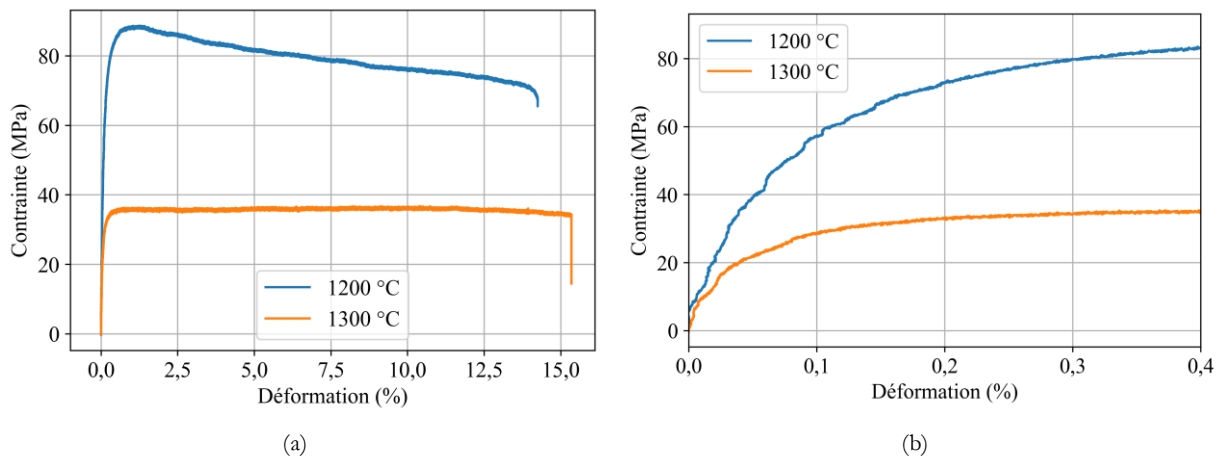


Figure 3.22 – Comportement en traction à 1200 et 1300 °C (a) et zoom sur le début de l'essai (b)

Il est important de noter que, pour les éprouvettes sollicitées à ces températures, la rupture s'est toujours localisée entre les tiges de l'extensomètre, donc dans la zone la plus chaude. La température semble cette fois jouer un rôle dominant indiscutable sur les mécanismes de rupture. Les éprouvettes rompues présentent par ailleurs un faciès très différent de celles cassées à température ambiante (Figure 3.24). A 1200 °C, le faciès est plus rectiligne et orthogonal à la direction de sollicitation. L'observation au MEB révèle des blocs mesurant plus de 100 μm de large, dans lesquels les fibres ne sont que peu déchaussées et dont la rupture est planaire. Cette tendance s'accroît à 1300 °C. La matrice garde cependant une capacité limitée à s'endommager, puisque l'on retrouve des décohésions entre torons puis des fissures à l'intérieur de ceux-ci, comme observé à plus basse température (Figure 3.23 (d)).

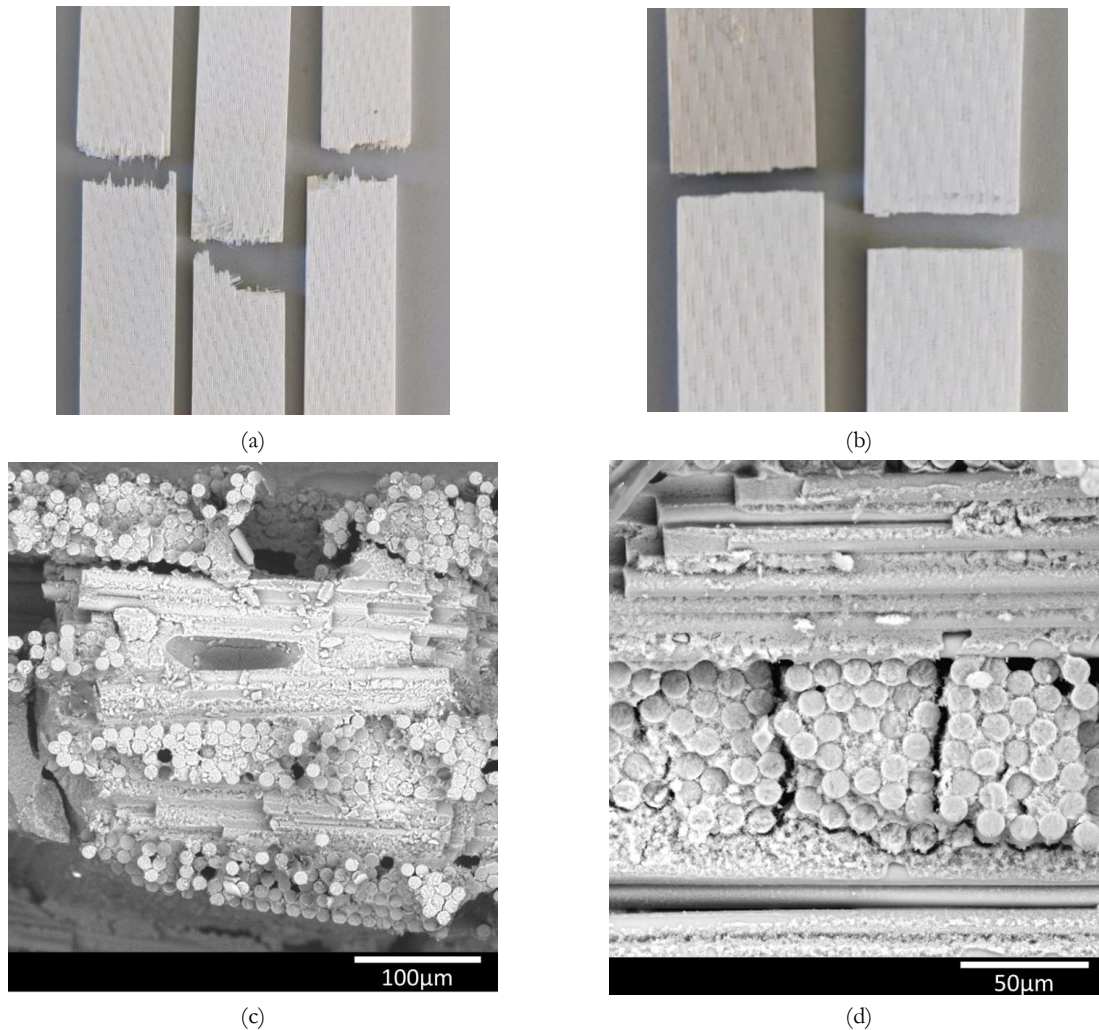


Figure 3.24 – Faciès de rupture observés à 1200 °C (a, c) et 1300 °C (b, d)

L'influence sur la microstructure du temps de maintien en température a été évaluée en réalisant des traitements thermiques dans un dilatomètre. Ces traitements ont consisté en une montée à 400 °C.h⁻¹, un palier intermédiaire de 1h15 correspondant à la durée totale des essais conduit à 1200 et 1300 °C et une descente à 400 °C.h⁻¹. Les traitements ont été réalisés en mesurant la variation de l'épaisseur du matériau (Figure 3.25).

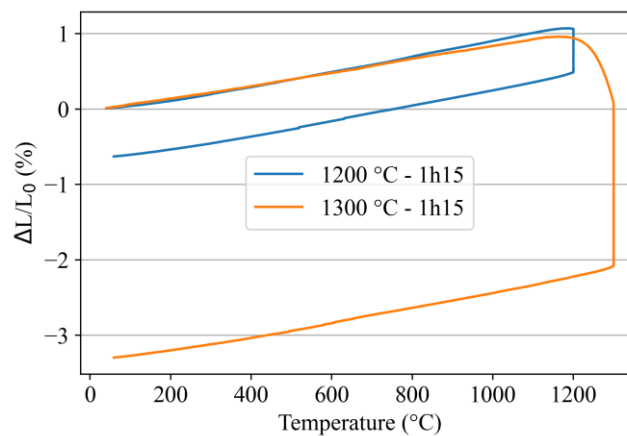


Figure 3.25 – Suivi de la variation d'épaisseur lors de traitements à 1200 et 1300 °C pendant 1h15

Le traitement thermique a provoqué des diminutions respectives de l'épaisseur de 0,6 et 3,3% à 1200 °C et 1300 °C.

La matrice de l'éprouvette traitée à 1300 °C a été observée après polissage ionique (Figure 3.26). Une réduction de la porosité ainsi que la coalescence de pores ont été révélées par analyse d'images. Une mesure de porosité à l'eau par la méthode d'Archimède révèle une diminution de la porosité ouverte de respectivement 1 et 3 point de pourcentage après traitements thermiques à 1200 °C et 1300 °C.

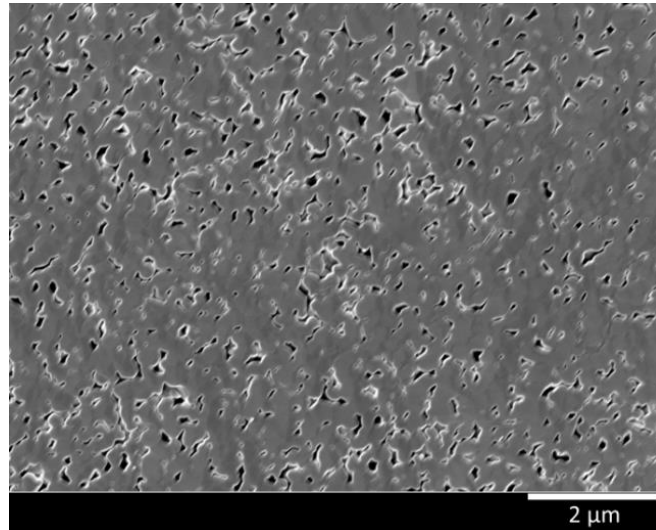


Figure 3.26 – Porosité matricielle après le traitement à 1300 °C (b)

3.4.4 Dépendance du module d'Young à la température

Une très faible évolution du module d'Young à basse température et jusqu'à 600 °C a été observée. Celle-ci est suivie d'une forte diminution de la rigidité entre 1000 et 1300 °C. Les lois phénoménologiques utilisées pour modéliser la chute brutale de la rigidité des composites à matrice organique semblent a priori bien adaptées. La loi sous la forme d'une tangente hyperbolique semble être couramment employée [93]. D'autres expressions permettent de prendre en compte plusieurs températures de transition [94]. Dans ces travaux, une loi simple a été utilisée (3-1). Elle s'exprime à partir de trois coefficients : E_0 le module d'Young lorsque la température tend vers 0 K, T_s qui permet de régler la position de l'inflexion de la courbe et a la largeur de la transition.

$$E = \frac{E_0}{1 + \exp\left(\frac{(T - T_s)}{a}\right)} \quad (3-1)$$

Le résultat de l'optimisation des paramètres de cette fonction est représenté par la Figure 3.27. Les points orange sont issus de la mise en charge lors des essais de fluage présentés dans le Chapitre 5.

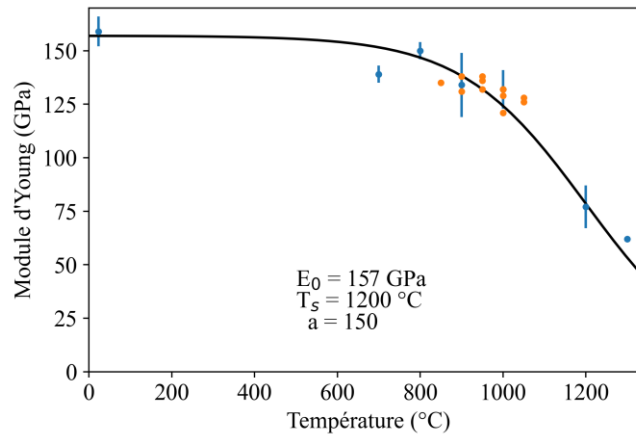


Figure 3.27 – Variation du module d'Young en fonction de la température

3.5 Analyse statistique de la rupture en flexion 4 points

La rupture des matériaux céramique à basse température est généralement fragile et contrôlée par la distribution des défauts dans le volume du matériau. La rupture du matériau intervient à une contrainte d'autant plus faible que la taille du défaut à l'origine de la rupture est importante. La distribution en taille de ces défauts ayant un caractère aléatoire, il est d'usage d'utiliser des lois statistiques pour représenter la rupture des matériaux fragiles, la plus utilisée restant la statistique de Weibull [95].

Nous avons mesuré la résistance à la rupture de deux populations d'éprouvettes de tailles différentes. Les théories de la rupture fragile (théorie du maillon le plus faible) reposent sur le principe que la diminution de la taille des éprouvettes conduit à une réduction de la probabilité de présence d'un défaut de grande dimension. Augmenter la taille conduit donc à augmenter la probabilité de trouver un défaut de grande taille, donc à logiquement diminuer la résistance à la rupture. Dans notre cas, ce sont les petites éprouvettes utilisées au Centre des Matériaux qui ont présenté des contraintes à rupture moyennes (286 ± 52 MPa) inférieures aux grandes éprouvettes utilisées à l'ONERA (337 ± 57 MPa). Ces deux lots d'éprouvettes ont donc été traités séparément.

3.5.1 Rappels sur la statistique de Weibull

La statistique de Weibull [95] est une loi à trois paramètres dont la fonction de répartition est la suivante :

$$\begin{cases} P_R(s \leq \sigma) = 1 - \exp\left(-\frac{V}{V_u} \left(\frac{\sigma - \sigma_s}{\sigma_u}\right)^m\right) & \text{si } \sigma \geq \sigma_s \\ P_R(s \leq \sigma) = 0 & \text{si } \sigma < \sigma_s \end{cases} \quad (3-2)$$

où m est le module de Weibull qui caractérise la dispersion de la résistance à rupture, σ_s est la contrainte seuil en dessous de laquelle la probabilité de rupture est nulle, σ_u , le facteur d'échelle, n'ayant pas de signification physique directe. Comme c'est le cas généralement pour les céramiques, la contrainte seuil est considérée nulle. V_u est un volume arbitraire qui permet de simplifier les unités. Enfin, pour des chargements quasiment uniaxiaux non uniformes, tels que la

flexion, il est nécessaire d'introduire un volume effectif, V_e , qui représente le volume qu'aurait une éprouvette de traction qui, soumise à la contrainte maximale présente dans l'éprouvette, aurait la même probabilité de rupture. En flexion 4 points il s'exprime :

$$V_e = \frac{hbl}{2(m+1)} + \frac{hb(L-l)}{2(m+1)^2} \quad (3-3)$$

avec h l'épaisseur, b la largeur de l'éprouvette, l et L l'écartement des rouleaux et m le module de Weibull.

Il est donc possible de réécrire l'expression (3-2) de la façon suivante :

$$\begin{cases} P_R = 1 - \exp\left(-V_e \left(\frac{\sigma}{\sigma_u}\right)^m\right) & \text{si } \sigma \geq 0 \\ P_R = 0 & \text{si } \sigma < 0 \end{cases} \quad (3-4)$$

L'utilisation d'estimateurs, caractérisés par leur biais et leur écart-type, est alors requise pour déterminer les deux paramètres de la loi de Weibull. Le biais représente l'écart entre l'estimateur et la vraie valeur recherchée. L'écart-type mesure la dispersion des valeurs, il tend à diminuer lors que le nombre d'essais augmente.

L'expression de la loi de Weibull permet une définition facile d'un estimateur. En effet, en prenant deux fois le logarithme de l'expression (3-4), on obtient :

$$\ln(-\ln(1 - P_R)) = m * \ln(\sigma_R) + (\ln(V_e) - m * \ln(\sigma_u)) \quad (3-5)$$

Dans les coordonnées de Weibull ($\ln(\sigma_R)$; $\ln(-\ln(1 - P_R))$), les deux paramètres de la loi sont donc simplement obtenus par régression linéaire. Moyennant la détermination arbitraire d'une probabilité de rupture associée à chacune des résistances à la rupture mesurées, la représentation dans ces coordonnées permet de visualiser l'adéquation des données expérimentales à une statistique de Weibull. La probabilité de rupture est généralement associée à la résistance à la rupture mesurée par :

$$P_R = \frac{i}{N+1} \quad (3-6)$$

où i est le rang de la contrainte (contraintes classées par ordre croissant) et N le nombre total d'essais.

3.5.2 Estimation de la loi de Weibull et fiabilité des paramètres

L'analyse statistique de la rupture a été conduite séparément sur les deux campagnes d'essais de flexion réalisées. Pour rappel, deux géométries avaient été étudiées (§3.2.2). 61 éprouvettes ont été testées sur la géométrie de l'ONERA, de plus grande dimension, et 37 essais ont été conduits sur la géométrie du Centre des Matériaux. Les contraintes à ruptures associées à leur probabilité obtenue par l'Equation (3-6) sont tracées sur la Figure 3.28.

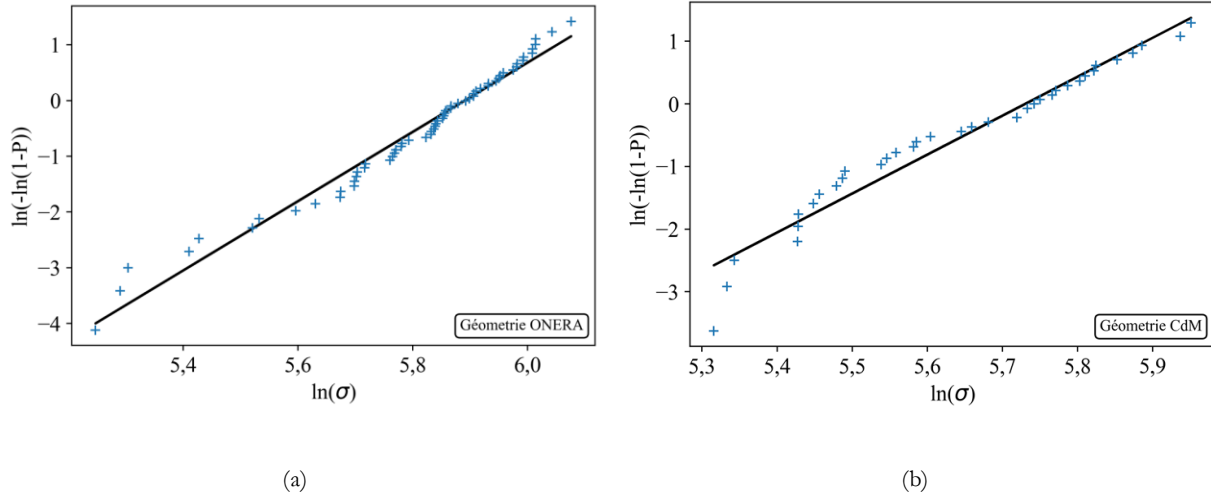


Figure 3.28 – Représentation dans les coordonnées de Weibull des essais sur la géométrie ONERA (a) et CdM (b)

Pour traiter nos données, nous avons choisi une estimation par le maximum de vraisemblance [96]. Cette méthode consiste à chercher le couple (m, σ_u) qui donne la probabilité maximale d’obtenir les N contraintes à rupture mesurées. En supposant les ruptures indépendantes, cela revient à maximiser l’expression suivante :

$$\Gamma(N + 1) \prod_{i=1}^N \left(Ve \frac{m_v}{\sigma_{u,v}} \left(\frac{\sigma_{R_i}}{\sigma_{u,v}} \right)^{m_v-1} \exp \left(-Ve \left(\frac{\sigma_{R_i}}{\sigma_{u,v}} \right)^{m_v} \right) \right) \quad (3-7)$$

Avec Γ l’intégrale d’Euler définie par :

$$\Gamma(x) = \int_0^{\infty} t^{x-1} e^{-t} dt \quad (3-8)$$

Cette méthode possède l’avantage de ne pas nécessiter un calcul des probabilités de rupture expérimentales et d’être peu biaisé [97].

L’utilisation de l’estimateur du maximum de vraisemblance conduit à la détermination des paramètres présentés dans le Tableau 3.2.

Géométrie	m	σ_u
ONERA	7,5	620 MPa
CdM	6,4	529 MPa

Tableau 3.2 – Paramètres de la loi de Weibull à température ambiante

3.5.3 Fiabilité de l’estimation des paramètres

Afin de s’assurer de la fiabilité des paramètres estimés, il est possible de mesurer le biais et l’écart-type de l’estimation par une simulation de Monte-Carlo [98].

La méthode consiste à partir d’une loi de Weibull de paramètres m et σ_u fixés et d’un nombre d’essais réalisés, n . On effectue alors un tirage aléatoire de nombres strictement supérieurs à 0 et strictement inférieurs à 1 qui représentent des probabilités de rupture fictives. A chacune de ces probabilités de rupture, la loi de Weibull prédéterminée permet d’associer une contrainte à la rupture suivant la relation (3-9). Une méthode d’estimation est ensuite appliquée à ces valeurs de

contraintes pour obtenir des valeurs des deux paramètres de la loi de Weibull qui seront différents des m et σ_u pré-définis. La répétition de cette opération pour de nombreux tirages aléatoires initiaux permet d'obtenir une série d'estimations de paramètres de Weibull. La différence entre la moyenne de ces estimateurs et la valeur prédéfinie pour chacun des paramètres est le biais associé à l'estimateur utilisé. L'écart-type entre toutes les valeurs calculées caractérise la précision de l'estimateur qui, bien sûr, croît avec le nombre d'essais (ici de tirages aléatoires) réalisés.

$$\sigma_r = \sigma_u \left(\frac{\ln(1 - P_r)}{Ve} \right)^{\frac{1}{m}} \quad (3-9)$$

On considèrera ici des essais sur les deux géométries avec les paramètres du Tableau 3.2. Mille calculs ont été réalisés pour chaque taille d'échantillons (n). Le nombre de tirages (représentant virtuellement le nombre d'éprouvettes rompues) a été choisi entre 5 et 150, avec un pas de 5. La procédure est schématisée par la Figure 3.29.

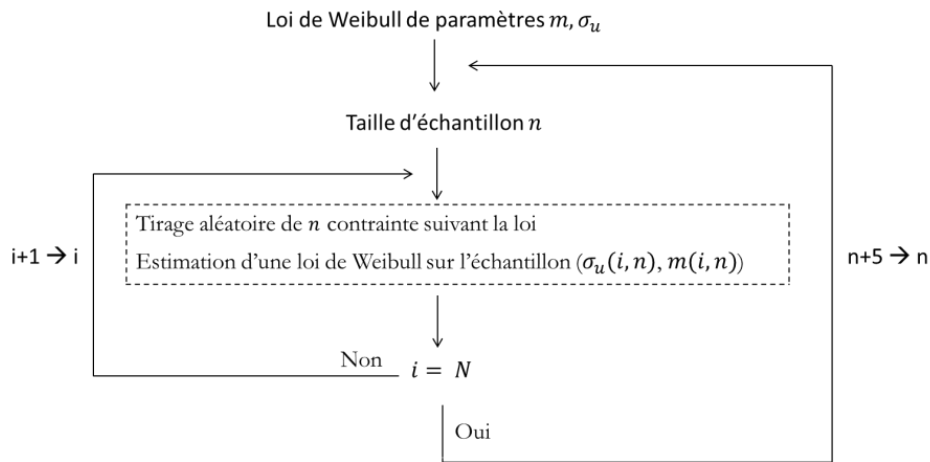


Figure 3.29 – Schématisation de la méthode de Monte-Carlo

Les valeurs moyennes et écarts-type estimés pour les paramètres des lois de Weibull, en utilisant l'estimateur du maximum de vraisemblance, pour les deux géométries sont présentés Figure 3.30 et comparées à la vraie valeur cible) en rouge. La valeur moyenne des deux paramètres tend rapidement vers celle fixée avec un biais qui tend vers zéro. L'écart-type tend à se stabiliser dès que la taille d'échantillon devient supérieure à 50.

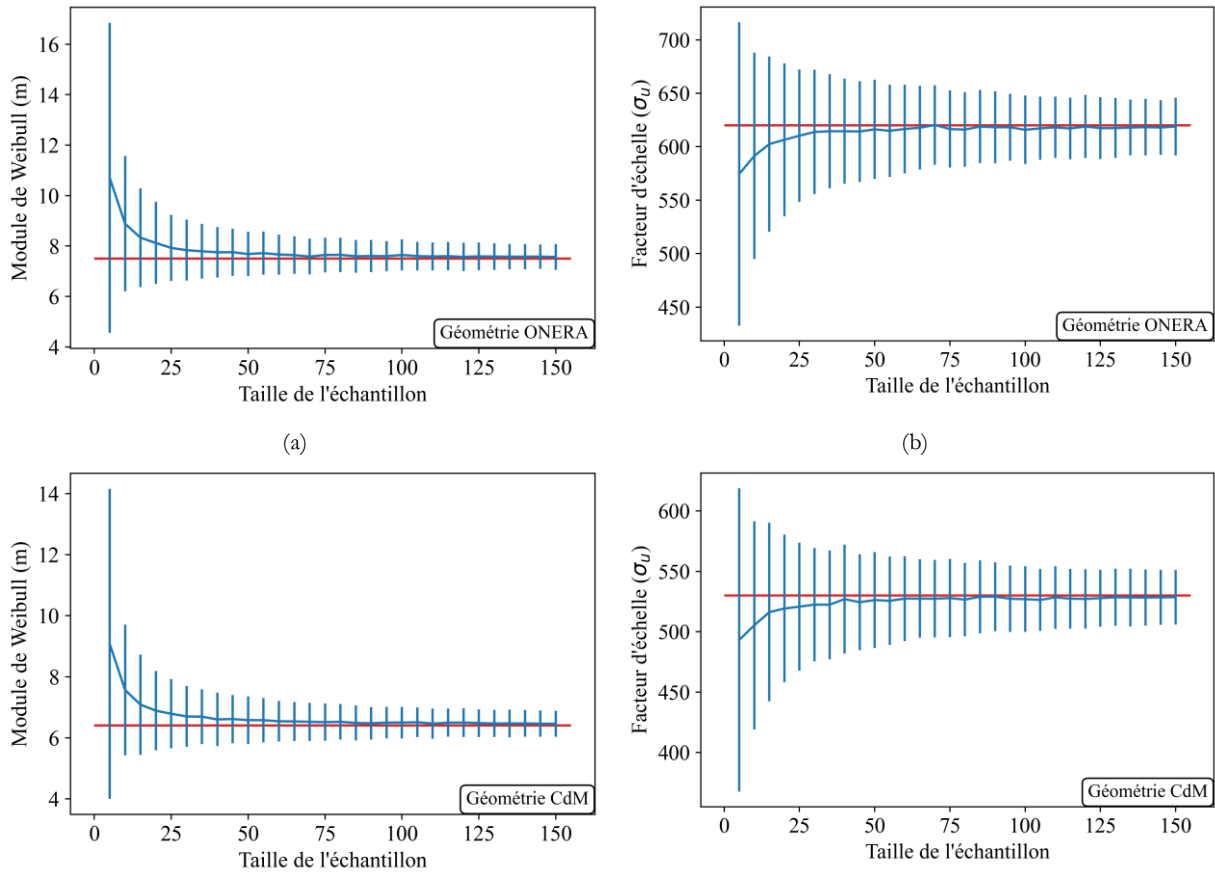


Figure 3.30 – Valeur moyenne et écart-type des paramètres estimés pour la géométrie ONERA (a,b) et CdM (c,d)

3.5.4 Effet de la température

24 essais de flexion 4 points ont été réalisés à 800 °C sur le montage de l'Ecole des Mines. La méthodologie du §3.5.2 a été réutilisée pour les analyser. Les contraintes à rupture mesurées sont tracées dans les coordonnées de Weibull (Figure 3.31 (a)) et comparées aux résultats obtenus à température ambiante.

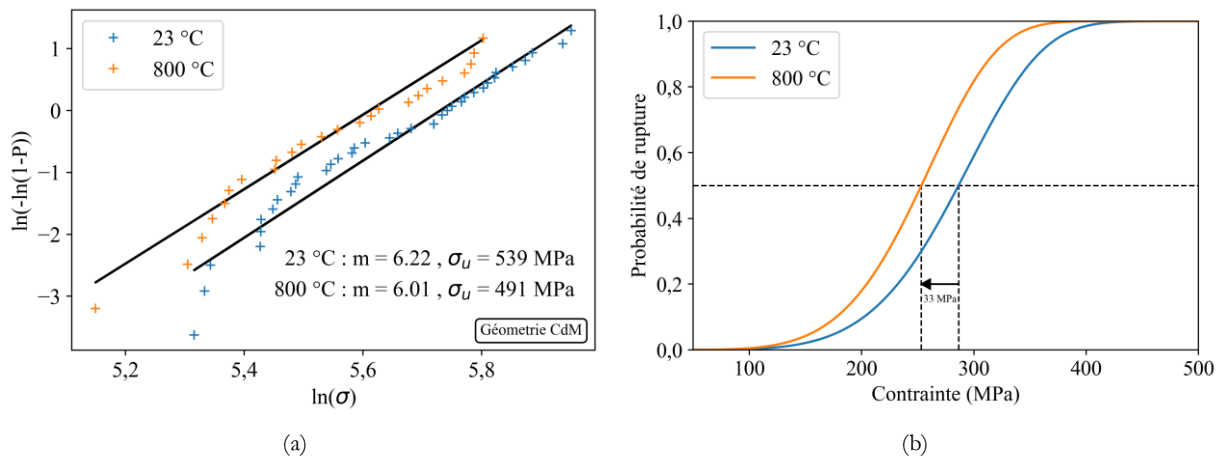


Figure 3.31 – Représentation dans les coordonnées de Weibull des essais à 800 °C (a) et impact de la température sur la fonction de répartition (b)

La régression linéaire permet de conclure qu'à cette température le matériau suit toujours une loi de Weibull. Les paramètres issus de l'estimation linéaire sont utilisés comme point de départ pour le calcul l'estimation par le maximum de vraisemblance. Un module de Weibull de 6,5, égal à celui obtenu à température ambiante, et un facteur d'échelle σ_u de 463 MPa sont déterminés.

Les fonctions de répartitions tracées à partir des paramètres déterminés sont illustrées Figure 3.31 (b). L'élévation de température provoque une diminution de la contrainte à rupture médiane de 33 MPa. Cependant, on peut remarquer que le matériau conserve le module de Weibull observé à la température ambiante, ce qui semblerait indiquer que la même population de défauts serait responsable de la rupture à température ambiante et à 800 °C.

3.6 Résumé et perspectives

Le composite oxyde/oxyde élaboré à l'ONERA avait été caractérisé à température ambiante, en traction et en compression, dans les axes des renforts et à 45°. Une nouvelle campagne réalisée dans cette thèse a permis de confirmer le comportement identifié. Pour de faibles niveaux de contrainte, une multi-fissuration de la matrice conduit à une chute de la rigidité. Malgré la propagation de l'endommagement lors de la suite de l'essai, le comportement reste quasi-linéaire jusqu'à la rupture. En flexion un comportement macroscopique plus linéaire a été observé. Le calcul des champs de déformations sur les plis extrémaux effectué à partir d'analyses d'images a révélé une dissymétrie du comportement. La partie en traction s'endommage alors que celle en compression reste élastique. Ce constat a été confirmé par l'observation de l'endommagement lors d'essais micromécaniques sous MEB.

L'effet de la température a tout d'abord été abordé par l'effet d'un vieillissement sur des éprouvettes de flexion. Des traitements de 72h entre 900 et 1000 °C, sous air sec ou humide, entraînent une modification de la matrice : diminution de la porosité, coalescence des pores. Cependant, le comportement mécanique macroscopique ne semble pas impacté.

Des essais de traction ont été réalisés en température jusqu'à 1300 °C. Dès 700 °C, température pour laquelle le matériau reste élastique-endommageable, des chutes de 10% de la rigidité et de la contrainte à rupture ont été observées. Si cette baisse de rigidité augmente progressivement jusqu'à 1000 °C, les déformations résiduelles lors des essais incrémentaux ne sont pas affectées par la température de l'essai. La capacité du matériau à s'endommager ne semble pas modifiée jusqu'à 1000 °C. Cette gamme de température marque l'apparition d'une déformation visqueuse. Un changement de vitesse de sollicitation a permis de mettre en évidence la dépendance au temps du comportement à partir de 900 °C. Cela fera l'objet d'un développement dans le Chapitre 5.

Au-delà de 1200 °C, le matériau devient superplastique et tolère plusieurs pourcents de déformation avant rupture.

Finalement, une analyse statistique de la rupture a été conduite sur les essais de flexion. La rupture en flexion répond à une loi de Weibull avec un module de l'ordre de 7. A 800 °C, une diminution du module d'élasticité et de la contrainte à rupture est constatée. Cependant, le module de Weibull (et donc la dispersion des contraintes à rupture) reste inchangé.

Chapitre 4 :

Modélisation du comportement thermomécanique des composites oxyde/oxyde

Ce chapitre a pour but de développer un modèle d'endommagement construit à partir des résultats expérimentaux présentés dans le Chapitre 3. Le modèle sera écrit progressivement en tenant compte des spécificités des composites oxyde/oxyde. Une approche uniaxiale permettra une réflexion sur les capacités de la loi et les schémas numériques à utiliser. La loi de comportement sera ensuite étendue à des sollicitations de contraintes planes et complétée par l'introduction de la dépendance à la température. Une procédure d'identification en traction sera ensuite proposée. Cette loi de comportement, adaptée au matériau étudié, sera ensuite combinée à une théorie des stratifiés dont l'originalité sera l'intégration des non-linéarités. Cela permettra notamment de simuler les essais de flexion réalisés. Pour finir, la méthode et la loi proposées seront validées par une comparaison à un calcul par éléments finis.

Sommaire

4.1	Introduction	95
4.2	Simplification de la loi autorisée par le comportement observé	95
4.3	Description du modèle en condition uniaxiale	96
4.3.1	Expression de la loi de comportement	96
4.3.2	Implémentation de la loi de comportement	98
4.3.3	Introduction de l'effet de la température.....	100
4.3.3.1	Dilatation thermique.....	101
4.3.3.2	Dépendance des propriétés à la température	101
4.3.4	Influence des paramètres sur le comportement simulé.....	101
4.4	Identification et validation de la loi de comportement	103
4.4.1	Identification uniaxiale.....	103
4.4.2	Validation de la loi en flexion 4 points	106
4.5	Loi de comportement en contraintes planes	108
4.5.1	Ecriture de la loi	108
4.5.2	Identification du comportement dans le plan	111
4.6	Développement d'une théorie non linéaire des stratifiés	113
4.6.1	La CLT en élasticité	114
4.6.2	Introduction de la thermoélasticité dans la CLT	117
4.6.3	Développement d'une CLT non linéaire	117
4.6.4	Implémentation de la CLT non linéaire.....	118
4.6.4.1	Calcul des efforts	118
4.6.4.2	Définition de la stratégie de résolution.....	119
4.7	Applications de la CLT	121
4.7.1	Etude de stratifications complexes	121
4.7.2	Etude du comportement en flexion par la CLT	122
4.8	Résumé et perspectives	124

4.1 Introduction

Les modèles ONERA Damage Model (ODM) consistent en une famille de lois adaptées au comportement endommageable des matériaux composites. Deux versions ont déjà été consacrées aux composites oxyde/oxyde. C. Ben Ramdane [1] a proposé une loi en trois dimensions et O. Sally [2] a enrichi l'expression des variables d'endommagement en prenant en compte les spécificités de la fatigue. Lorsque les paramètres de la loi sont identifiés (identification via une expérimentation parfois délicate, notamment dans la direction orthogonale au tissu), l'intégration de la loi dans un code par éléments finis permet de réaliser des calculs de structures. La simulation de sollicitations multiaxiales sur des formes complexes devient alors possible.

Une loi sera adaptée à la caractérisation mécanique uniaxiale et au comportement simple révélé par ces travaux puis validée par la simulation par éléments finis d'essais de flexion.

Une méthode plus économe en temps et en moyens de calcul que les éléments finis sera proposée. Plutôt que d'intégrer la loi dans un code éléments finis, la théorie classique des stratifiés, en anglais « Classical Laminate Theory » (CLT), sera modifiée. Celle-ci prenant nativement en compte la constitution du composite par empilement de plis, elle est capable de rendre compte beaucoup plus aisément du comportement de stratifications complexes. Les simulations réalisées par cette méthode seront finalement validées par une confrontation aux résultats des essais de flexions réalisés.

4.2 Simplification de la loi autorisée par le comportement observé

Les équations présentées dans le Chapitre 1 peuvent être simplifiées dans le cas des composites oxyde/oxyde. La faible résistance à la rupture de la matrice conduit à des fissurations essentiellement orientées par la microstructure, c'est-à-dire, dans le cas d'un matériau tissé, dans les deux directions de fibres, chaîne et trame. Ces directions étant définies *a priori*, les variables d'endommagement peuvent se réduire à des variables scalaires. Le modèle étant développé en 2D, deux variables d'endommagement seront suffisantes (Figure 4.1).

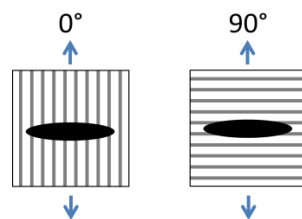


Figure 4.1 – Représentation schématique des variables d'endommagement

La fermeture des fissures est prise en compte par la désactivation de l'endommagement en compression. Il s'agit généralement d'un des aspects délicats des modèles d'endommagement car il implique une discontinuité de la réponse du modèle [3]. Dans les modèles ODM, il a été choisi d'introduire ce caractère unilatéral de la fissuration par l'intermédiaire des déformations stockées. Dans le cas des composites oxyde/oxyde, la suppression de ce terme permet de réduire le temps

de calcul. Cependant une discontinuité est introduite. Elle est contournée en faisant l'hypothèse d'un frottement nul sur les lèvres de la fissure. Par conséquent, la fermeture des fissures n'a pas d'effet sur les termes non diagonaux du tenseur des élasticités. L'hypothèse que les fissures s'ouvrent et se ferment instantanément (pour $\epsilon^0 = 0$) permet un allègement supplémentaire du modèle.

Ces travaux n'ayant pas pour but de rendre compte de la rupture (*a fortiori* à partir de concentration de contraintes), la rupture progressive de fibres intégrée dans les modèles ODM n'a pas été conservée.

Ces simplifications permettent d'écrire le potentiel thermodynamique et la loi de comportement selon les équations suivantes :

$$\Psi = \frac{1}{2\rho} ({}^t\epsilon^* : \mathbb{C}^{eff} : \epsilon^*) - \frac{1}{2\rho} ({}^t\epsilon^* : \mathbb{C}^0 : \epsilon^r + {}^t\epsilon^r : \mathbb{C}^0 : \epsilon^*) \quad (4-1)$$

$$\sigma = \mathbb{C}^{eff} : (\epsilon - \epsilon^{th}) - \mathbb{C}^0 : \epsilon^r \quad (4-2)$$

avec :

- ϵ Tenseur des déformations totales ;
- ϵ^* Tenseur des déformations élastiques ;
- ϵ^{th} Tenseur des déformations dues à la dilatation thermique ;
- ϵ^r Tenseur des déformations résiduelles ;
- \mathbb{C}^0 Tenseur des rigidités élastiques initiales ;
- \mathbb{C}^{eff} Tenseur des rigidités effectives.

4.3 Description du modèle en condition uniaxiale

Pour rendre compte des essais simples réalisés dans ces travaux, une loi uniaxiale s'avère suffisante. D'un point de vue numérique elle permet aussi de proposer les meilleurs schémas de résolution et d'optimiser les protocoles d'identification.

4.3.1 Expression de la loi de comportement

La force motrice de l'endommagement est définie à l'aide de la déformation élastique (égale à la déformation totale dans ce cas simplifié) positive $\langle \epsilon^* \rangle_+$ et de la rigidité initiale E^0 . Elle s'écrit :

$$y = \frac{1}{2} E^0 \langle \epsilon^* \rangle_+ \langle \epsilon^* \rangle_+ \quad (4-3)$$

avec :

$$\langle x \rangle_+ = \begin{cases} x & \text{si } x > 0 \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (4-4)$$

Conformément aux modèles ODM dédiés à l'endommagement orienté par la microstructure [1], [2], [4]–[7], la force motrice est définie dans un cadre non standard de la thermodynamique, c'est-à-dire qu'elle ne dérive plus du potentiel thermodynamique. Cependant, en faisant l'hypothèse d'irréversibilité de l'endommagement ($\dot{d} > 0$) et comme y est toujours positif, il est facile de vérifier l'inégalité de Clausius-Duhem. L'utilisation de la seule déformation positive n'autorise la croissance de l'endommagement qu'en traction.

Une fonction indicatrice de l'endommagement F est associée à la variable d'endommagement matriciel. Cette fonction est négative (pas d'endommagement) ou nulle (augmentation de l'endommagement). Elle est définie telle que :

$$F(y, d) = g(y) - r(d) \quad (4-5)$$

La fonction g traduit la cinétique de l'endommagement et s'écrit :

$$g(y) = \frac{\sqrt{y_{max}} - \sqrt{y_0}}{\sqrt{y_c}} \quad (4-6)$$

où y_c est un paramètre du modèle, y_0 la force motrice au seuil d'endommagement et y_{max} le maximum de la force motrice y observé pendant le chargement. Cette fonction permet de définir la variable d'endommagement :

$$d = d_c (1 - \exp(-\langle g(y_{max}) \rangle_+^{p_c})) \quad (4-7)$$

où p_c et d_c sont des paramètres du modèle. La forme retenue pour la variable d'endommagement autorise la définition d'un seuil en-dessous duquel le comportement du matériau reste élastique. Une des particularités de la variable d'endommagement définie dans les modèles ODM est qu'elle peut varier entre 0 et $+\infty$, contrairement à la plupart des modèles pour lesquels la variable d'endommagement ne peut pas dépasser 1.

L'indice d'activation de l'endommagement (η) est introduit pour tenir compte du fait que les fissures sont ouvertes ou fermées et vaut alors respectivement 0 ou 1. Cela suppose une ouverture et une fermeture instantanée des fissures, sans frottement entre les lèvres. Une fermeture progressive a été proposée dans d'autres travaux [5]. C'est ici l'expression (4-8), proposée par O. Sally, qui sera utilisée :

$$\eta = \begin{cases} 1 & \text{si } \sigma^\eta > 0 \text{ avec } \sigma^\eta = \sigma - E^0 \varepsilon^r \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (4-8)$$

Cette formulation nécessite de connaître *a priori* la valeur de la déformation résiduelle. L'indice d'activation permet le calcul de l'effet de l'endommagement H qui s'exprime, dans le cas uniaxial :

$$H = \eta S^0 \quad (4-9)$$

La souplesse et la rigidité efficaces se formulent alors :

$$S^{eff} = S^0 (1 + d\eta) \quad (4-10)$$

$$E^{eff} = \frac{1}{S^{eff}} \quad (4-11)$$

La preuve de la continuité s'obtient en cherchant la condition sur η qui permet d'avoir au changement d'état :

$$\begin{cases} \sigma = E^{eff+} \varepsilon^* - E^0 \varepsilon^r & \text{cas de l'endommagement actif } (\eta_1 = 1) \\ \sigma = E^{eff-} \varepsilon^* - E^0 \varepsilon^r & \text{cas de l'endommagement passif } (\eta_1 = 0) \end{cases} \quad (4-12)$$

soit, d'après (4-11) :

$$\begin{cases} S^{eff+} (\sigma + E^0 \varepsilon^r) = \varepsilon^* \\ S^{eff-} (\sigma + E^0 \varepsilon^r) = \varepsilon^* \end{cases} \quad (4-13)$$

La différence entre l'état actif et l'état passif s'exprime :

$$(S^{eff+} - S^{eff-}) : (\sigma + E^0 \varepsilon^r) = 0 \quad (4-14)$$

Or, d'après (4-10), $S^{eff+} - S^{eff-}$ est non nul :

$$S^{eff+} - S^{eff-} = S^0 d\eta \quad (4-15)$$

La continuité du déplacement est donc assurée par l'équation (4-16) :

$$\sigma + E^0 \varepsilon^r = 0 \quad (4-16)$$

L'application de la loi de comportement simplifiée (4-17) nécessite de connaître les déformations résiduelles dans le matériau.

$$\sigma = E^{eff} \varepsilon^* - E^0 \varepsilon^r \quad (4-17)$$

Seule l'expression de la dérivée de la déformation résiduelle par rapport au temps est connue et s'exprime :

$$\dot{\varepsilon}_r = S^0 \chi \dot{\varepsilon} \cdot E^{eff} H E^{eff} \cdot \varepsilon^* \quad (4-18)$$

où χ est l'amplitude des déformations résiduelles.

Différentes méthodes numériques plus ou moins complexes permettent de résoudre les équations intégrales. C. Rakotoarisoa [6] et E. Hemon [7] ont proposé d'utiliser une quadrature de Gauss pour ce calcul, méthode performante pour ce type de problème. Elle possède l'avantage d'être peu dépendante de la taille des incréments, ce qui est particulièrement important lorsque ce type de modèle doit être implémenté dans un code de calcul par éléments finis. Dans le but de simplifier la résolution, c'est un schéma d'Euler explicite qui a été implémenté dans nos travaux.

4.3.2 Implémentation de la loi de comportement

Le potentiel thermodynamique choisi pour les modèles ODM étant l'énergie libre d'Helmholtz, la variable observable est la déformation. Le modèle permet donc de calculer de manière explicite la contrainte (σ^{res}) associée à une déformation imposée (ε^{imp}), en suivant l'algorithme de la Figure 4.2. Cela revient donc à calculer, à chaque incrément de déformation, l'incrément de la variable d'endommagement et son effet sur la rigidité, avant d'appliquer la loi de comportement. Seul le calcul de la déformation résiduelle peut nécessiter un calcul itératif.

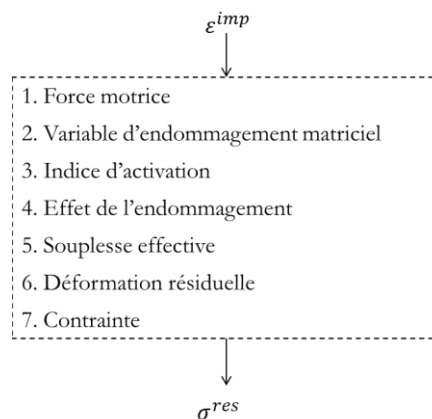


Figure 4.2 – Algorithme de la résolution uniaxiale explicite

L'implémentation précédente est simple mais ne traduit pas la réalité de la majorité des essais mécaniques, généralement pilotés en effort. Dans le cas où la consigne qui pilote la simulation est

la contrainte, le caractère quasi-explicite est perdu. La méthode de Newton-Raphson permet de pallier ce problème, qui consiste à rechercher la racine de la fonction f définie par :

$$f(\epsilon) = \sigma(\epsilon) - \sigma^{imposée} \quad (4-19)$$

En pratique, la tangente est calculée en un point (ϵ_i, σ_i) connu, afin d'estimer la déformation ϵ_{i+1} associée à la contrainte σ_{i+1} , elle aussi connue. La nouvelle déformation est calculée de la manière suivante :

$$\epsilon_{i+1}^{n+1} = \epsilon_{i+1}^n + \left(\frac{\partial \sigma}{\partial \epsilon}\right)^{-1} \cdot (\sigma_{i+1} - \sigma(\epsilon_{i+1}^n)) \quad (4-20)$$

La méthode est illustrée par la Figure 4.3. La première estimation de la contrainte (σ_1^{i+1}) étant généralement trop éloignée de la contrainte cible (σ^{i+1}), une nouvelle itération est nécessaire à partir du point $(\epsilon_1^{i+1}, \sigma_1^{i+1})$. Sur cet exemple, c'est pour la troisième évaluation de la loi de comportement que la contrainte souhaitée est atteinte.

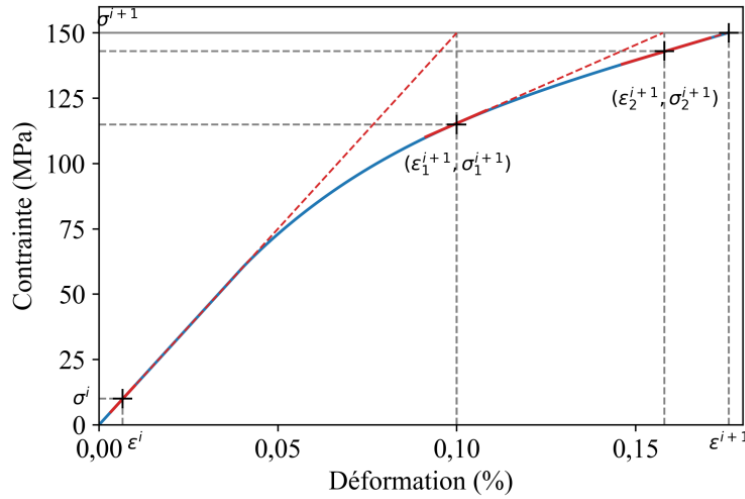


Figure 4.3 – Illustration de la méthode de Newton-Raphson

Cette méthode nécessite de connaître l'expression de la tangente en tout point qui, d'après l'équation (4-2), s'écrit :

$$\frac{\partial \sigma}{\partial \epsilon} = E^{eff} + \frac{\partial E^{eff}}{\partial \epsilon} \epsilon^* - C^0 \frac{\partial \epsilon^r}{\partial \epsilon} \quad (4-21)$$

Tout d'abord, $\frac{\partial E^{eff}}{\partial \epsilon}$ s'exprime :

$$\frac{\partial E^{eff}}{\partial \epsilon} = -\frac{\eta C^0}{(1 + \eta d)^2} \cdot \frac{\partial d}{\partial \epsilon} \quad (4-22)$$

Puis le calcul de $\frac{\partial d}{\partial \epsilon}$ se décompose de la manière suivante :

$$\frac{\partial d}{\partial \epsilon} = \frac{\partial d}{\partial g} \cdot \frac{\partial g}{\partial y} \cdot \frac{\partial y}{\partial \epsilon} \quad (4-23)$$

avec :

$$\begin{cases} \frac{\partial d}{\partial g} = d_c p_c g^{p_c - 1} \exp(-g^{p_c}) \\ \frac{\partial g}{\partial y} = \begin{cases} 0 & \text{si } y_{max} \leq y_0 \text{ ou } y < y_{max} \\ \frac{1}{2\sqrt{y_c} \cdot \sqrt{y_{max}}} & \text{sinon} \end{cases} \\ \frac{\partial y}{\partial \varepsilon} = C^0 < \varepsilon >_+ \end{cases} \quad (4-24)$$

La dérivée temporelle de la déformation résiduelle donnée par l'équation (4-18) permet d'écrire :

$$\frac{\partial \varepsilon^r}{\partial d} = S^0 \chi \cdot E^{eff} H E^{eff} \cdot \varepsilon^* \quad (4-25)$$

Il est enfin possible d'exprimer $\frac{\partial \varepsilon^r}{\partial \varepsilon}$:

$$\frac{\partial \varepsilon^r}{\partial \varepsilon} = S^0 \chi \cdot E^{eff} H E^{eff} \cdot \varepsilon^* \cdot \frac{\partial d}{\partial \varepsilon} \quad (4-26)$$

La version implicite est schématisée par la Figure 4.4 :

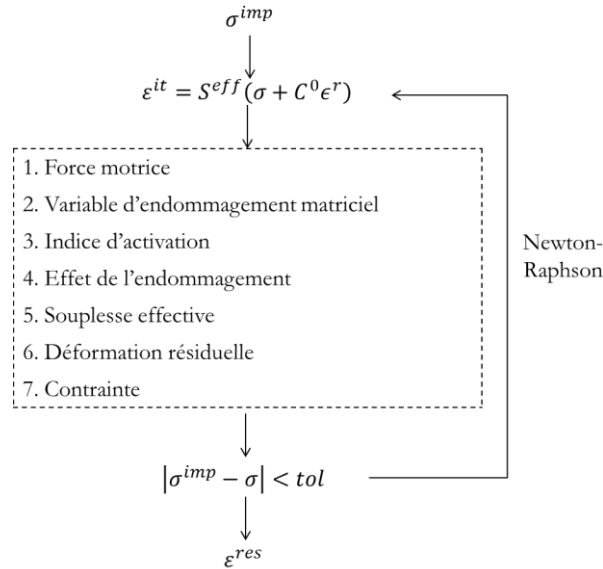


Figure 4.4 – Schéma de l'algorithme de la résolution uniaxiale implicite

La contrainte imposée permet de calculer une première itération de la déformation (ε^{it}). La contrainte calculée par l'application de la loi de comportement est comparée à la valeur imposée. Si l'écart est inférieur à la tolérance, on considère que l'algorithme a convergé et le calcul passe à l'itération suivante. Dans le cas contraire, une nouvelle valeur de déformation est proposée par l'algorithme de Newton-Raphson.

4.3.3 Introduction de l'effet de la température

Deux aspects sont à prendre en compte dans un modèle de comportement prenant en compte la température : la dilatation du matériau et la dépendance à la température des propriétés mécaniques du matériau.

4.3.3.1 Dilatation thermique

La déformation liée à la dilatation thermique s'écrit de manière classique :

$$\varepsilon^{th} = (T - T^0) \cdot \alpha(T) \quad (4-27)$$

avec T la température de l'essai, T^0 la température de référence et α le coefficient de dilatation dans la direction de la sollicitation.

La déformation totale est donc la somme de la déformation élastique et de la déformation thermique. Les équations précédemment développées restent valables en considérant :

$$\varepsilon^* = \varepsilon - \varepsilon^{th} \quad (4-28)$$

4.3.3.2 Dépendance des propriétés à la température

Des effets de la température sur les propriétés mécaniques du matériau ont été observés entre 700 et 1300 °C. Comme présenté dans le Chapitre 3, la loi retenue pour l'évolution du module d'Young en fonction de la température est la suivante :

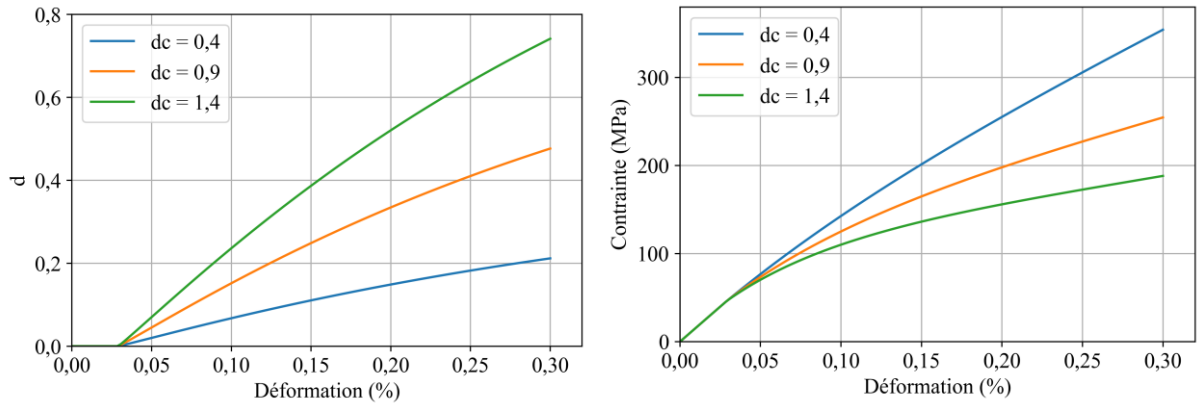
$$E(T) = \frac{E_0}{1 + \exp\left(\frac{T - T_s}{a}\right)} \quad (4-29)$$

A chaque itération, une modification de la température nécessite une réactualisation de la rigidité.

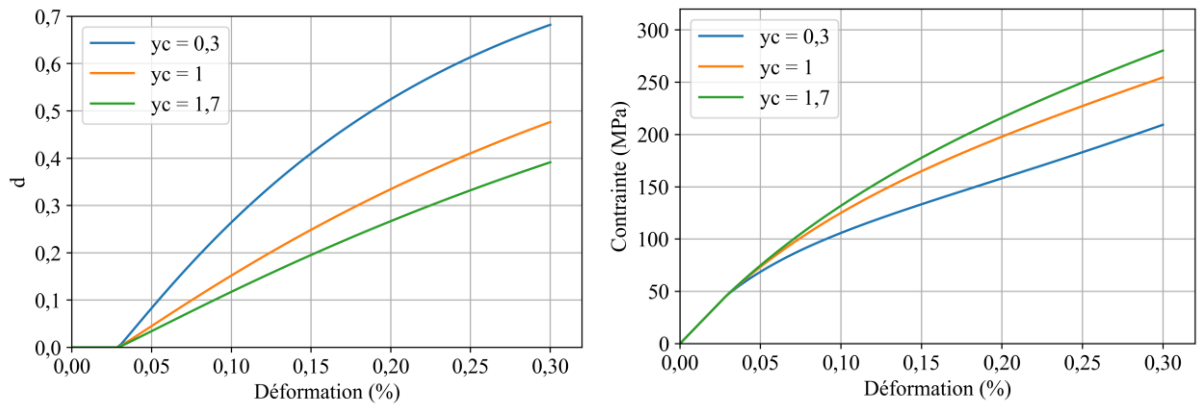
4.3.4 Influence des paramètres sur le comportement simulé

La définition d'une procédure d'identification nécessite de bien comprendre les rôles joués par les différents coefficients du modèle. Le rôle de y_0 est clair : il s'agit de la force motrice au seuil d'endommagement. Les influences respectives des paramètres de la cinétique d'endommagement (d_c, y_c, p_c) et de celui lié aux déformations résiduelles (χ) peuvent être évaluées en observant l'évolution de la variable d'endommagement, ainsi que son influence sur le comportement mécanique simulé.

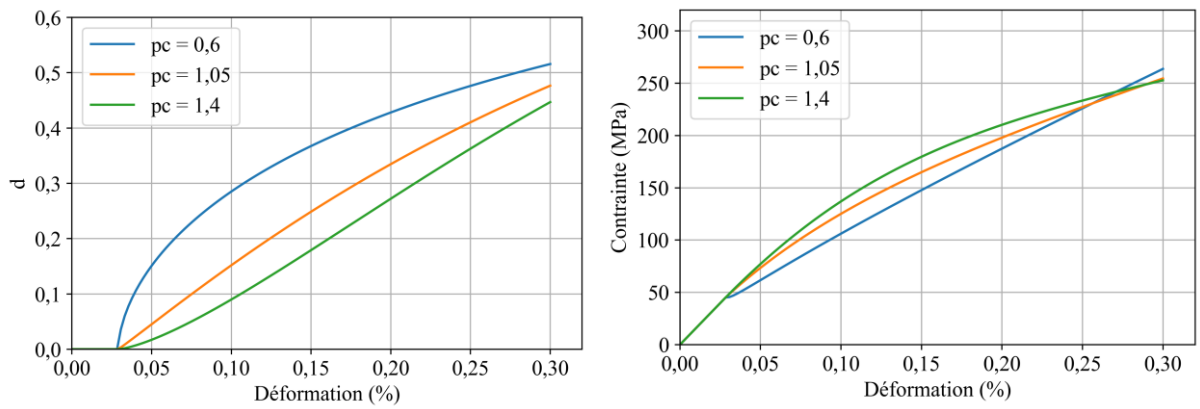
Les trois paramètres sont modifiés un par un autour du quadruplet $(d_c, y_c, p_c, \chi) = (0,9; 1; 1,05; 1)$.



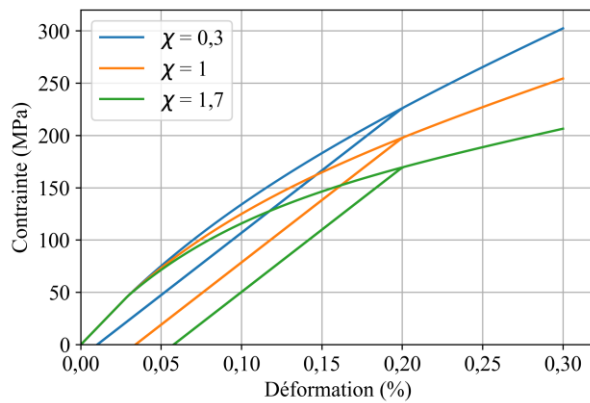
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure 4.5 – Représentation graphique de l'influence des paramètres d_c (a), y_c (b) et p_c (c) et χ (d)

Le paramètre d_c est la valeur à saturation de l'endommagement, qui est en facteur multiplicatif de l'expression de la variable d'endommagement d (cf équation (4-7)). Il va donc amplifier la tendance définie par les autres paramètres. Une saturation de l'endommagement peut conduire à une rigidification non souhaitée du matériau (Figure 4.6).

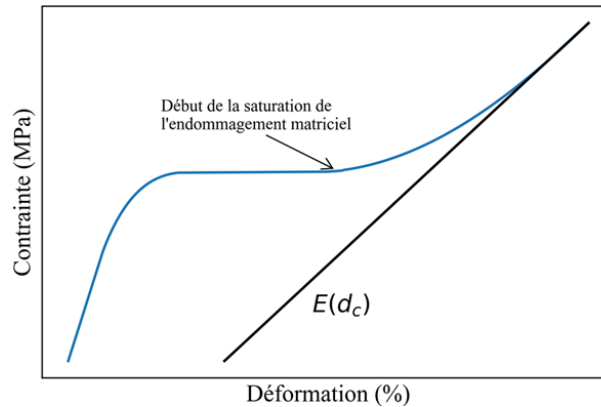


Figure 4.6 – Effet de la saturation de l'endommagement sur la rigidité du matériau

La combinaison des paramètres γ_c et p_c va jouer sur la concavité de la courbe. Le choix de $p_c \leq 1$ introduit une discontinuité de la dérivée de la variable d'endommagement et, par suite, un coude prononcé lors de l'amorçage de l'endommagement. Il semble donc *a priori* préférable de la choisir strictement supérieure à l'unité.

Si χ influe sur l'amplitude des déformations résiduelles, il modifie aussi le comportement global du matériau car celles-ci se développent progressivement avec l'endommagement pour $\chi \neq 0$.

4.4 Identification et validation de la loi de comportement

4.4.1 Identification uniaxiale

Sous sollicitation uniaxiale, sept paramètres sont à identifier. Trois paramètres caractérisent le matériau et sont déterminés expérimentalement : le module d'Young (E), le seuil d'endommagement (ε^{se}) et le coefficient de dilatation (α). Quatre autres paramètres, possiblement corrélés, doivent être déterminés par une méthode numérique. Une première estimation de ces quatre paramètres a été proposée par approximations successives dans l'ordre d_c , p_c et γ_c , en optimisant la description des résultats d'essais monotones. Une valeur de χ a ensuite été estimée en minimisant l'écart entre déformations résiduelles numérique et expérimentale, après application d'un niveau de contrainte élevé. La modification du paramètre χ affectant le comportement global, il est alors nécessaire de réajuster les trois autres paramètres. Cette identification « manuelle » par approximations successives permet d'obtenir un jeu de coefficients décrivant correctement le comportement du matériau, mais ne garantissent en aucun cas l'obtention de la combinaison de paramètres optimale. Seuls des outils numériques permettent l'optimisation objective de la valeur des coefficients.

Une première méthode consiste à classer les coefficients en fonction de leur influence sur le résultat final, puis de les optimiser de manière hiérarchique. En partant d'un jeu de paramètres estimé *a priori*, une optimisation est conduite sur le paramètre d_c . La réponse du modèle est calculée pour différentes valeurs de d_c sur un intervalle choisi. La valeur optimale est définie comme celle permettant d'obtenir une erreur (maximale, quadratique moyenne...) minimale. Ensuite, les valeurs de p_c et y_c peuvent être obtenues par un balayage 2D, c'est-à-dire que des simulations sont réalisées avec différents couples (p_c, y_c) , celui conduisant à l'erreur minimale est conservé. Il ne reste alors qu'une optimisation à conduire sur χ . Ce procédé peut être répété pour améliorer la précision des valeurs des paramètres.

Dans le cadre de ces travaux, des tentatives d'optimisation numérique ont également été effectuées en utilisant un algorithme évolutionnaire nommé CMA-ES [8]. Cette technique d'optimisation consiste à évaluer la fidélité du modèle avec différents jeux de paramètres. Des stratégies d'évolutions sont implémentées de façon à converger vers un jeu de coefficients maximisant la vraisemblance. La flexibilité et la possibilité de recherche multi-objectifs a fait de ces algorithmes un choix classique pour l'identification [9], [10]. Grâce à ce type d'algorithme, il est possible d'obtenir une excellente identification du modèle, que ce soit à partir d'un essai monotone ou d'un essai incrémental. L'identification à partir d'un ensemble de courbes (redondance des essais) nécessite un travail particulier [11]. A l'ONERA, la thèse de C. Labouffie (2019-2022) [12] a pour objectif de prendre en compte les incertitudes de mesures et la variabilité observée.

La méthode proposée ici consiste à évaluer les jeux de paramètres sur l'ensemble des données expérimentales, et de minimiser la somme des erreurs quadratiques moyennes obtenues sur chacun des essais. Les paramètres finalement retenus sont récapitulés dans le Tableau 4.1. Le module d'Young et le seuil d'endommagement ont été déterminés directement à partir des courbes expérimentales, les autres paramètres ayant été obtenus par optimisation numérique.

Paramètre	Description	Valeur
E	Module d'Young	159 GPa
T_s	Température de transition pour l'évolution du module	1200 °C
a	Largeur de la transition pour l'évolution du module	150
ε^{se}	Seuil d'endommagement en traction simple	0,029 %
d_c	Saturation de l'endommagement	0,65
y_c	Paramètre de cinétique de l'évolution de l'endommagement	0,14
p_c	Exposant de l'évolution de l'endommagement	1,005
χ	Amplitude de l'évolution des déformations résiduelles	0,16

Tableau 4.1 – Paramètres optimaux obtenus lors de l'identification du modèle à partir de résultats d'essais uniaxiaux

Le résultat de l'identification est présenté dans la Figure 4.7. A gauche, trois courbes issues de simulations numériques sont superposées à l'ensemble des essais monotones réalisés à température ambiante. La courbe bleue représente le comportement moyen du matériau. Une

première prise en compte simplifiée de la dispersion peut se faire par l'utilisation de courbes enveloppes (courbes rouges). Ces dernières sont obtenues en utilisant les valeurs expérimentales extrémales du module d'Young ($E_{min}=148$ GPa, $E_{max}=168$ GPa). A droite, le comportement incrémental est bien représenté.

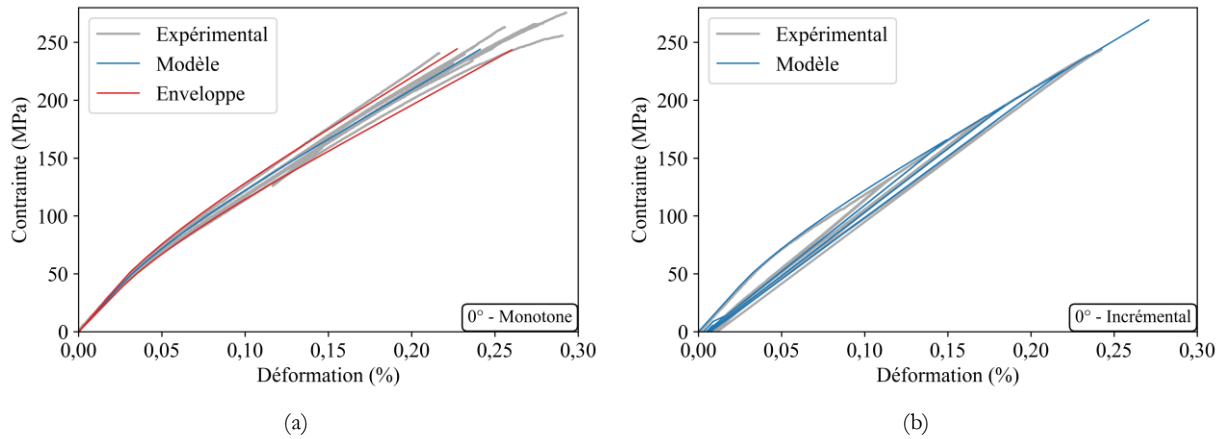


Figure 4.7 – Confrontation de résultats d'essais monotones et du modèle (a) et d'un essai incrémental et du modèle (b)

Au-dessus de la température ambiante, les valeurs expérimentales du module d'Young et du seuil d'endommagement sont conservées. L'amplitude des déformations résiduelles ne variant pas significativement avec la température, χ peut également être considéré comme constant. Une identification par l'algorithme CMA-ES a été réalisée pour chaque température d'essai : il en ressort que d_c, γ_c et p_c ne varient pas de manière significative avec la température.

L'effet de la température sur le comportement est présenté dans la Figure 4.8. La baisse de rigidité observée expérimentalement, notamment entre la température ambiante et 700 °C, est reproduite de manière satisfaisante.

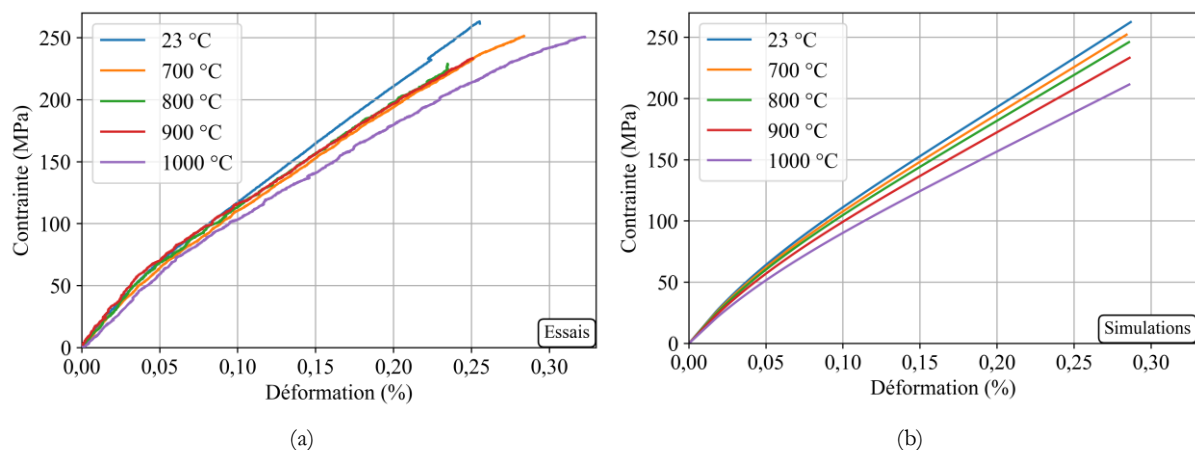


Figure 4.8 – Comparaison en traction en fonction de la température : (a) résultats expérimentaux, (b) simulation

4.4.2 Validation de la loi en flexion 4 points

Pour les matériaux composites dont le comportement est dissymétrique, la simulation d'essais de flexion nécessite d'avoir recours à des méthodes de changement d'échelles, la plus couramment étudiée étant les éléments finis.

Comme décrit dans le Chapitre 2, dans les essais réalisés à l'ONERA, l'éprouvette mesure 75 mm x 13 x 2,3 mm, et les rouleaux en acier ont un diamètre de 3 mm. L'écartement entre les rouleaux est de 32 et 64 mm. Les calculs sont réalisés sous Zset sur un quart de l'éprouvette en considérant les symétries de la géométrie. Les conditions aux limites sont illustrées Figure 4.9. Des appuis linéaires libres de se déplacer selon l'axe X représentent l'application des efforts. Un nœud au centre est bloqué de manière à empêcher les translations de l'éprouvette. La flèche à rupture étant du même ordre de grandeur que l'épaisseur de l'éprouvette le calcul est réalisé sous l'hypothèse des grands déplacements.

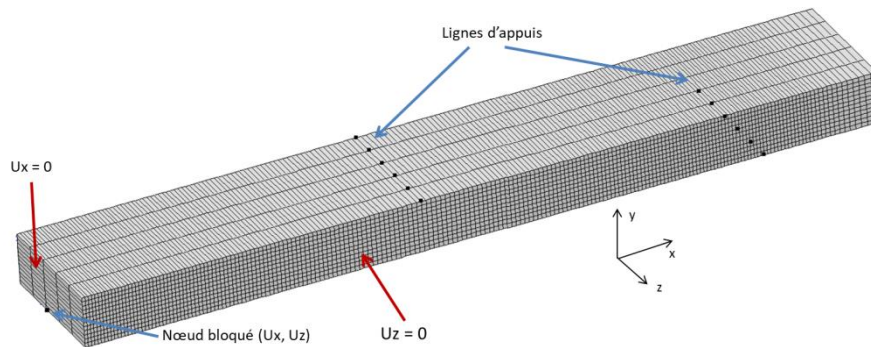


Figure 4.9 – Géométrie étudiée

Un développement des lois ODM en trois dimensions a été réalisées lors d'autres travaux [2]. Le matériau est considéré orthotrope. Les propriétés hors-plan n'étant pas connues, le matériau est considéré élastique dans cette direction. Les coefficients inconnus ont été estimés à l'aide de la littérature. Les valeurs utilisées sont indiquées dans le Tableau 4.2.

Paramètre	Valeur
E_{33}	100 GPa
$G_{13} = G_{23}$	40 GPa
$\nu_{13} = \nu_{12}$	0,05

Tableau 4.2 – Propriétés hors plan utilisées pour le calcul aux éléments finis

Les déformations mesurées expérimentalement sur les plis les plus proches des surfaces en traction et en compression sont comparées avec celles calculées numériquement dans la Figure 4.10. L'hypothèse d'un comportement linéaire élastique en compression est validée. La différence entre les deux courbes provenant d'une raideur initiale différente. En traction, le comportement est endommageable mais le modèle prévoit une courbure plus importante que celle observée expérimentalement. Cette différence entre le comportement en traction pure et celui d'un pli en traction dans une éprouvette sollicitée en flexion 4 points avait déjà été notée précédemment.

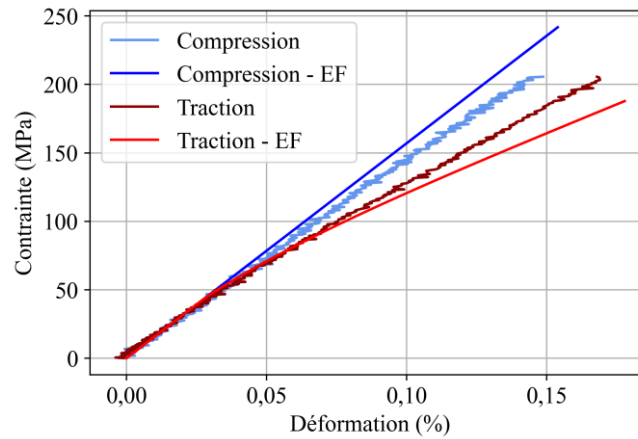


Figure 4.10 – Comparaison expérience-simulation des déformations de peau lors d’un essai de flexion 4 points

La flèche de l’éprouvette peut alors être comparée à celle mesurée expérimentalement comme illustré par la Figure 4.11. L’écart de raideur observé au niveau local est retrouvé à l’échelle macroscopique. La réponse globale de l’éprouvette est bien reproduite numériquement. Cela permet donc de valider la pertinence de la loi de comportement pour les essais de flexion.

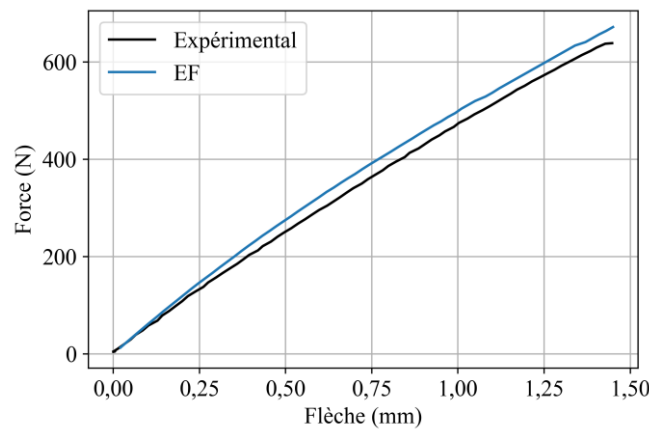


Figure 4.11 – Comparaison flèche expérimentale / numérique par éléments finis

Enfin sur la Figure 4.12, l’observation des contraintes de cisaillement hors plan, maximales sous les appuis, permet de confirmer que celles-ci peuvent être négligées devant les contraintes dans la direction longitudinale (la contrainte maximale σ_{31} étant de 2,6 MPa). Il faut d’ailleurs remarquer que ces maxima sont observés sous les rouleaux.

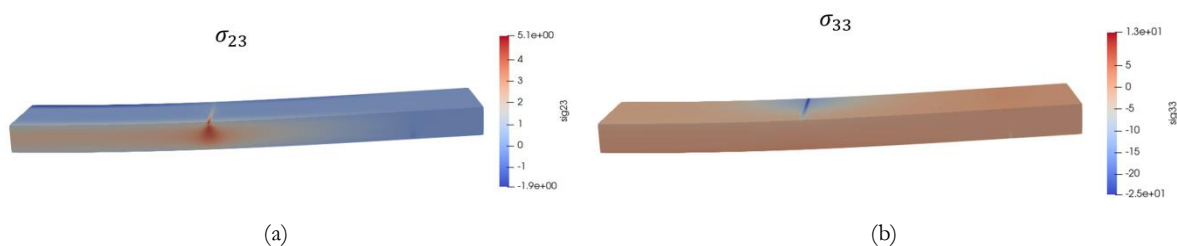


Figure 4.12 – Visualisation des contraintes de cisaillement hors plan pour une contrainte maximale de traction $\sigma_1=300$ MPa

4.5 Loi de comportement en contraintes planes

Le comportement du matériau a été identifié. Un deuxième volet plus numérique dans ces travaux vise à proposer le développement d'une méthode analytique permettant de rendre moins couteuse l'analyse de essais. Pour cela, une extension en deux dimensions de la loi est nécessaire.

4.5.1 Écriture de la loi

Dans la suite du chapitre, les tenseurs des contraintes et des déformations en 2D sont écrits de la façon suivante (notation de Voigt) :

$$\begin{aligned}\boldsymbol{\sigma} &= \begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{12} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_6 \end{bmatrix} \\ \boldsymbol{\epsilon} &= \begin{bmatrix} \epsilon_{11} \\ \epsilon_{22} \\ 2\epsilon_{12} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \epsilon_1 \\ \epsilon_2 \\ \epsilon_6 \end{bmatrix}\end{aligned}\quad (4-30)$$

Le modèle proposé est défini par le potentiel Helmholtz suivant :

$$\begin{aligned}\Psi &= \frac{1}{2\rho} ({}^t\boldsymbol{\epsilon}^* : \mathbb{Q}^{eff} : \boldsymbol{\epsilon}^*) - \frac{1}{2\rho} ({}^t\boldsymbol{\epsilon}^* : \mathbb{Q}^0 : \boldsymbol{\epsilon}^r + {}^t\boldsymbol{\epsilon}^r : \mathbb{Q}^0 : \boldsymbol{\epsilon}^*) \\ &\text{avec } \boldsymbol{\sigma} = \mathbb{Q}^{eff} : (\boldsymbol{\epsilon} - \boldsymbol{\epsilon}^{th}) - \mathbb{Q}^0 : \boldsymbol{\epsilon}^r\end{aligned}\quad (4-31)$$

Avec \mathbb{Q} le tenseur des rigidités réduites dans un état de contraintes planes [13]. Le tenseur des raideurs du matériau initial est défini à partir du tenseur des souplesses :

$$\mathbb{S}^0 = (\mathbb{Q}^0)^{-1} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_{11}} & -\frac{\nu_{12}}{E_{11}} & 0 \\ -\frac{\nu_{12}}{E_{11}} & \frac{1}{E_{22}} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{G_{66}} \end{pmatrix}\quad (4-32)$$

Des essais complémentaires, notamment à 45° des renforts, auraient été nécessaires pour mieux caractériser l'évolution du tenseur d'élasticité en température. Il a été choisi d'appliquer une dépendance à la température du module de cisaillement suivant l'équation (4-29), tout en conservant le coefficient de Poisson constant.

Comme dans le cas uniaxial, nous commençons par définir (de manière non standard) les forces motrices de l'endommagement y_i . Afin de décrire un endommagement différent en traction et compression, ces forces motrices utilisent des déformations positives. Cela implique qu'il n'y a pas d'endommagement en compression pure et qu'une fissure a plus de mal à se créer ou se propager en cisaillement si le milieu est en compression que s'il est en traction. Il s'agit d'ailleurs d'un principe de base de nombreux critères de rupture de composites [14]. L'écriture utilisée a été introduite par C. Rakotoarisoa [6] et E. Hémon [7]. Le tenseur des déformations efficaces correspond, pour chacune des deux directions d'endommagement, à la partie du tenseur des déformations qui contribue réellement à la création d'endommagement. Dans la direction 1, la déformation ϵ_{22} ne contribue pas à l'endommagement. Le tenseur des déformations « utiles » dans la direction 1 (respectivement dans la direction 2) s'écrit alors de la manière suivante :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^{d_1} = \begin{bmatrix} \varepsilon_1^* \\ 0 \\ \varepsilon_6^* \end{bmatrix} \text{ et } \boldsymbol{\varepsilon}^{d_2} = \begin{bmatrix} 0 \\ \varepsilon_2^* \\ \varepsilon_6^* \end{bmatrix} \quad (4-33)$$

Le tenseur efficace des déformations pour d_1 (respectivement pour d_2) est alors défini comme la partie positive des tenseurs précédents (au sens de valeurs propres du tenseur). On pose alors :

$$\lambda_{d_1} = \frac{1}{2} \left(\varepsilon_1^* + \sqrt{\varepsilon_1^{*2} + \varepsilon_6^{*2}} \right) ; \lambda_{d_2} = \frac{1}{2} \left(\varepsilon_2^* + \sqrt{\varepsilon_2^{*2} + \varepsilon_6^{*2}} \right) \quad (4-34)$$

$$\Omega_{d_1} = \lambda_{d_1}^2 + \frac{\varepsilon_6^{*2}}{4} ; \quad \Omega_{d_2} = \lambda_{d_2}^2 + \frac{\varepsilon_6^{*2}}{4}$$

ce qui permet d'obtenir l'expression des déformations positives :

$$\begin{cases} \varepsilon_1^+ = \frac{\lambda_{d_1}^3}{\Omega_{d_1}} \\ \varepsilon_{6(1)}^+ = \frac{\varepsilon_6 \lambda_{d_1}^2}{\Omega_{d_1}} \end{cases} ; \begin{cases} \varepsilon_2^+ = \frac{\lambda_{d_2}^3}{\Omega_{d_2}} \\ \varepsilon_{6(2)}^+ = \frac{\varepsilon_6 \lambda_{d_2}^2}{\Omega_{d_2}} \end{cases} \quad (4-35)$$

Les forces motrices en découlent :

$$y_1 = \frac{1}{2} \left(\varepsilon_1^+ Q_{11}^0 \varepsilon_1^+ + a_1 \cdot \varepsilon_{6(1)}^+ Q_{66}^0 \varepsilon_{6(1)}^+ \right) \quad (4-36)$$

$$y_2 = \frac{1}{2} \left(\varepsilon_2^+ Q_{22}^0 \varepsilon_2^+ + a_2 \cdot \varepsilon_{6(2)}^+ Q_{66}^0 \varepsilon_{6(2)}^+ \right)$$

où a_1 et a_2 sont les termes de couplages qui sont calculés en fonction des seuils d'endommagement observés en traction et en cisaillement purs. Ils sont définis par l'équation (4-37) :

$$a_1 = \frac{1}{4C_{66}^0} Q_{11}^0 \left(16 \left(\frac{\varepsilon_1^{se}}{\varepsilon_6^{se}} \right)^2 - 1 \right) \text{ et } a_2 = \frac{1}{4C_{66}^0} Q_{22}^0 \left(16 \left(\frac{\varepsilon_2^{se}}{\varepsilon_6^{se}} \right)^2 - 1 \right) \quad (4-37)$$

Ce couplage se retrouve dans l'enveloppe du seuil d'endommagement tracée dans le repère $(\varepsilon_1, \varepsilon_6)$ de la Figure 4.13 (a).

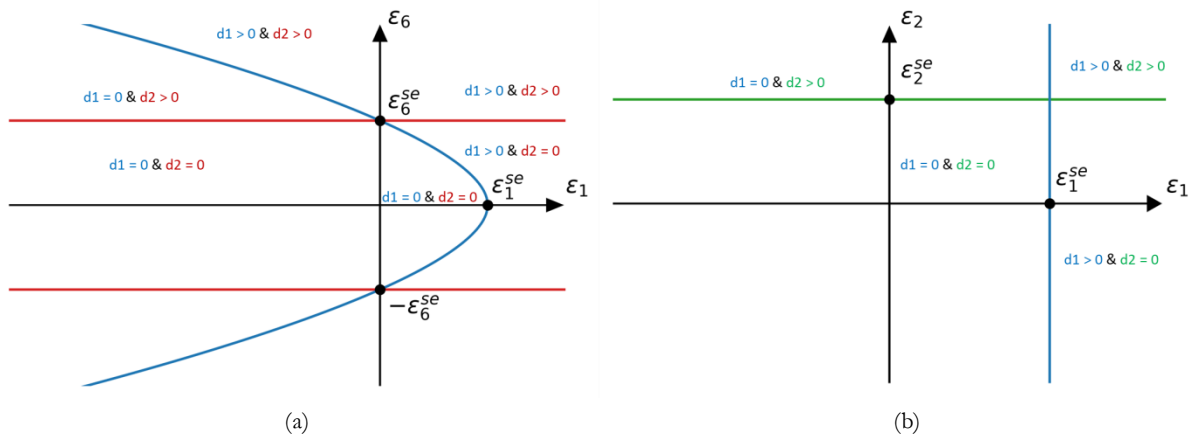


Figure 4.13 – Représentation du critère du premier endommagement dans le plan $(\varepsilon_1, \varepsilon_6)$ (a) et dans le plan $(\varepsilon_1, \varepsilon_2)$ (b)

Quel que soit le chargement en ε_1 , quand le cisaillement atteint une valeur limite, un endommagement est créé dans la direction 2. Cette relation vaut aussi pour la création d'endommagement dans d_1 lorsque $\varepsilon_1 < 0$. En effet, l'utilisation de la déformation positive n'autorise pas la création d'endommagement par un chargement en compression pure dans la

direction 1. On retrouve en traction pure le seuil d'endommagement mesuré expérimentalement. Dans le plan $(\varepsilon_1, \varepsilon_2)$ de la Figure 4.13 (b), le tracé est simple puisque, sans cisaillement, la variable d'endommagement dépend uniquement de la déformation dans la même direction.

Un critère de premier endommagement est donc inscrit dans la loi et plus particulièrement dans l'expression des forces motrices. Un endommagement sera créé dans la direction i dès que la déformation ε_i^{eq} dépassera le seuil d'endommagement en traction pure dans cette direction.

$$\varepsilon_1^{eq} = \sqrt{\frac{(\varepsilon_1^+ \mathbb{Q}_{11}^0 \varepsilon_1^+ + a_1 \cdot \varepsilon_{6(1)}^+ \mathbb{Q}_{66}^0 \varepsilon_{6(1)}^+)}{\mathbb{Q}_{11}^0}} ; \quad \varepsilon_2^{eq} = \sqrt{\frac{(\varepsilon_2^+ \mathbb{Q}_{22}^0 \varepsilon_2^+ + a_2 \cdot \varepsilon_{6(2)}^+ \mathbb{Q}_{66}^0 \varepsilon_{6(2)}^+)}{\mathbb{Q}_{22}^0}} \quad (4-38)$$

Les deux cinétiques de l'endommagement s'expriment alors :

$$g_i(y) = \frac{\sqrt{y_i^{max}} - \sqrt{y_i^0}}{\sqrt{y_{ci}}} \quad (4-39)$$

avec y_i^{max} le maximum de la force motrice y_i observée pendant le chargement et y_i^0 la force motrice au seuil d'endommagement dans la direction i .

Ces valeurs sont utilisées pour le calcul des variables d'endommagement :

$$d_i = d_{ci} (1 - \exp(-\langle g_i(y_i) \rangle_+^{p_{ci}})) \quad (4-40)$$

L'effet de l'endommagement est déterminé en calculant les deux indices d'activation :

$$\eta_i = \begin{cases} 1 & \text{si } (\boldsymbol{\sigma} + \mathbb{Q}^0 : \boldsymbol{\varepsilon}^r)_i > 0 \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} , \quad i = 1, 2 \quad (4-41)$$

puis les tenseurs des effets, obtenu par multiplication terme à terme (produit matriciel de Hadamard) :

$$\mathbb{H}_i = (\eta_i \mathbb{H}_i^{trac} + (1 - \eta_i) \mathbb{H}_i^{compr}) \cdot \mathbb{S}^0 \quad (4-42)$$

Avec les \mathbb{H}_i^t et \mathbb{H}_i^c s'exprimant :

$$\begin{aligned} \mathbb{H}_1^t &= \begin{pmatrix} h_{11}^{1trac} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & h_{66}^{1trac} \end{pmatrix} ; \quad \mathbb{H}_2^t = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & h_{22}^{2trac} & 0 \\ 0 & 0 & h_{66}^{2trac} \end{pmatrix} \\ \mathbb{H}_1^c &= \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & h_{66}^{1compr} \end{pmatrix} ; \quad \mathbb{H}_2^c = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & h_{66}^{2compr} \end{pmatrix} \end{aligned} \quad (4-43)$$

Dans ces expressions, les termes non nuls sont situés uniquement sur la diagonale. Cela revient à supposer que les fissures sont planes, donc que la direction perpendiculaire à la fissure n'est pas impactée. Le terme de cisaillement toujours actif assure une des conditions permettant d'assurer la continuité de la réponse en contrainte et en déformation au moment de l'ouverture et de la fermeture des fissures. Cette hypothèse forte permet de contourner les déformations stockées utilisées dans ODM [15].

Enfin le tenseur des élasticités s'écrit :

$$\mathbb{S}^{eff} = \mathbb{S}^0 + \Delta \mathbb{S} = \mathbb{S}^0 + d_1 \mathbb{H}_1 + d_2 \mathbb{H}_2 \quad (4-44)$$

Les déformations résiduelles sont généralisées dans les relations :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^r = \mathbb{S}^0 : (\dot{\boldsymbol{\sigma}}_1^r + \dot{\boldsymbol{\sigma}}_2^r) \quad ; \quad \dot{\boldsymbol{\sigma}}_i^r = \chi_i \dot{d}_i \mathbb{Q}^{eff} : \mathbb{H}_i : \mathbb{Q}^{eff} : \boldsymbol{\varepsilon}^* \quad ; \quad i = 1, 2 \quad (4-45)$$

Cette expression un peu complexe, issue des modèles ODM aurait pu faire l'objet de simplifications mais a néanmoins été conservée pour assurer la cohérence thermodynamique.

Enfin la contrainte s'exprime :

$$\sigma = \mathbb{Q}^{eff} : (\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^{th}) - \mathbb{Q}^0 : \boldsymbol{\varepsilon}^r = \mathbb{Q}^{eff} : \boldsymbol{\varepsilon}^* - \mathbb{Q}^0 : \boldsymbol{\varepsilon}^r \quad (4-46)$$

De la même façon qu'en 1D, une résolution implicite de type Newton-Raphson nécessite de calculer la matrice tangente $\mathbb{K} = \frac{\partial \sigma}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}}$ pour résoudre le problème de manière implicite. Le calcul correspondant est développé en Annexe 1.

4.5.2 Identification du comportement dans le plan

Pour réaliser un calcul de structure, il est indispensable d'avoir un modèle qui prend en compte la multiaxialité des contraintes. Le cas d'un comportement endommageable présente des couplages dont ne peuvent rendre compte des seuls essais uniaxiaux pour l'identification complète du modèle. Une alternative aux essais multiaxiaux traditionnellement utilisés pour les matériaux isotropes consiste, sur les composites, en la réalisation d'essais uniaxiaux hors axes. Dans le cas d'un modèle 2D, une identification complète peut être obtenue à partir d'essais monotones et incrémentaux à 0 et 90°, ainsi qu'à ±45°. Une vérification est possible à l'aide d'essais à différentes orientations. L'important est de se placer dans des directions suffisamment éloignées de celles utilisées pour l'identification. R. B. Pipes et B. W. Cole proposent une validation à 30 et 60° sur un composite à matrice organique [16] et, sur un composite C/SiC, Q. Yang *et al.* [17] ont mené des essais à 10 et 30°.

Dans ces travaux, les essais ont été réalisés en traction à 0°, ainsi qu'en flexion avec des sollicitations de traction/compression alignées avec l'axe à 0°. Afin de réaliser l'identification des propriétés dans le plan, les essais à ±45° issus de la thèse de C. Ben Ramdane ont été utilisés. Les résultats de l'identification sont présentés dans la Figure 4.14.

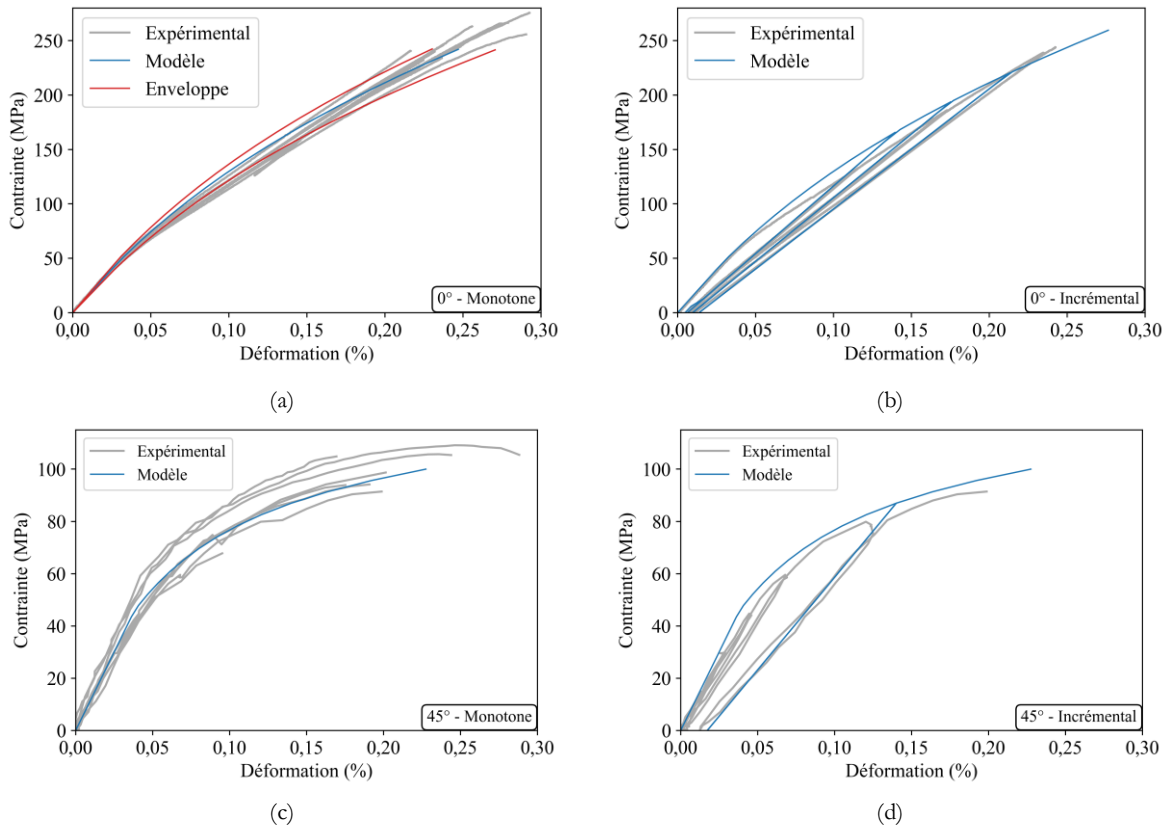


Figure 4.14 – Confrontation de la loi de comportement 2D avec des essais monotones à 0° (a), un essai incrémental à 0° (b) et des essais monotones à 45° (c) et essai incrémental à 45° (d)

Le jeu de valeurs recherché est un optimum permettant simultanément une description satisfaisante des essais à 0 et 45° . Les paramètres finalement retenus sont rassemblés dans le Tableau 4.3.

Dans l'implémentation réalisée, le module de cisaillement a été choisi comme dépendant de la température suivant la même relation que le module d'Young (4-29). Cependant, une caractérisation à 45° des axes des renforts en température aurait été nécessaire pour vérifier cette hypothèse.

Paramètre	Description	Valeur
Paramètres thermoélastiques		
$E_1 = E_2$	Module d'Young dans le sens chaîne et dans le sens trame	157 GPa
T_s	Température de transition pour l'évolution du module	1200 °C
a	Largeur de la transition pour l'évolution du module	150
G_{12}	Module de cisaillement dans le plan	46 GPa
ν_{12}	Coefficient de Poisson	0,19
$\varepsilon_1^{se} = \varepsilon_2^{se}$	Seuil d'endommagement dans le sens chaîne et dans le sens trame	$2,9 \cdot 10^{-2} \%$
ε_6^{se}	Seuil d'endommagement en cisaillement plan	$7 \cdot 10^{-2} \%$
$\alpha_1 = \alpha_2$	Coefficient de dilatation dans le sens chaîne et dans le sens trame	$2,5 \cdot 10^{-9} \cdot T + 7,36 \cdot 10^{-6}$
Paramètres d'endommagement		
$d_{c1} = d_{c2}$	Saturation de l'endommagement dans le sens chaîne et dans le sens trame	1,7
$\gamma_{c1} = \gamma_{c2}$	Paramètre de cinétique de l'évolution de l'endommagement dans le sens chaîne et dans le sens trame	3,0
$p_{c1} = p_{c2}$	Exposant de l'évolution de l'endommagement dans le sens chaîne et dans le sens trame	1,005
$\chi_1 = \chi_2$	Amplitude de l'évolution des déformations résiduelles dans le sens chaîne et dans le sens trame	0,3
$h_{11}^{1t} = h_{22}^{2t}$	Effet de l'endommagement en traction	1
$h_{66}^{1t} = h_{66}^{2t}$		2,3
$h_{11}^{1c} = h_{66}^{1c}$	Effet de l'endommagement en compression	0
$h_{22}^{2c} = h_{66}^{2c}$		2,3

Tableau 4.3 – Paramètres du modèle optimisés

4.6 Développement d'une théorie non linéaire des stratifiés

L'approche proposée ici repose sur l'utilisation de la Théorie Classique des Stratifiés, ou en anglais « Classical Laminate Theory » (CLT). Il s'agit d'une méthode souvent employée pour les composites à matrice organique, dans le but d'estimer le comportement élastique d'un stratifié à empilement complexe. Le comportement global de celui-ci est ainsi estimé à partir des propriétés des plis et de leurs orientations. Elle sera adaptée de façon à intégrer la loi de comportement développée précédemment. L'utilisation de cette théorie implique de se placer dans le cadre des hypothèses de Love-Kirschhoff [13]. Cela suppose que les plis sont parfaitement liés entre eux (pas de délaminage). Ils sont aussi considérés comme élastiques orthotropes et la structure est supposée suffisamment fine pour négliger le cisaillement hors plan. L'hypothèse des petites déformations est supposée vérifiée et l'on suppose que, durant le chargement, la normale au plan moyen reste droite et normale au plan moyen déformé.

4.6.1 La CLT en élasticité

Avec les hypothèses précédentes, le champ des déformations est calculé comme la superposition de déformations planes (de la fibre neutre de la plaque) et de courbures liées à la flexion, comme illustré par la Figure 4.15.

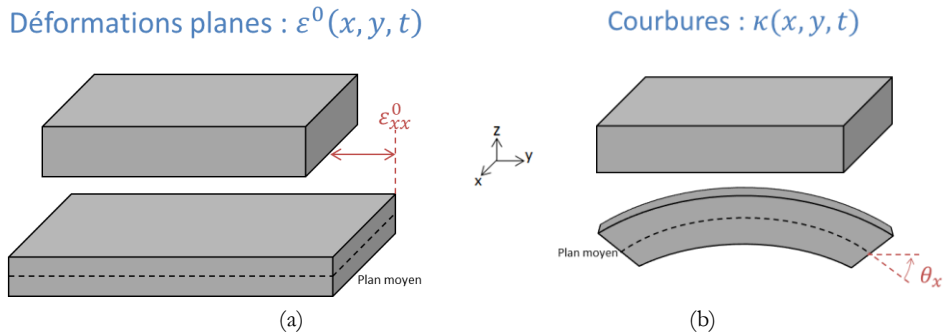


Figure 4.15 – Décomposition de la déformation du stratifié : déformation de membrane (a) et courbures (b)

La déformation totale s'écrit alors comme une combinaison des deux contributions :

$$\boldsymbol{\varepsilon}(x, y, z, t) = \boldsymbol{\varepsilon}_0(x, y, t) + z \boldsymbol{\kappa}(x, y, t) \quad (4-47)$$

Les déformations de membrane du plan moyen (fibre neutre) s'écrivent en dérivant les déplacements u et v , respectivement dans les directions x et y :

$$\boldsymbol{\varepsilon}_0 = \begin{pmatrix} \varepsilon_{0xx} \\ \varepsilon_{0yy} \\ \gamma_{xy} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{\partial u}{\partial x} \\ \frac{\partial v}{\partial y} \\ \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} \end{pmatrix} \quad (4-48)$$

Les courbures sont exprimées en fonction du déplacement w dans la direction z :

$$\boldsymbol{\kappa} = \begin{pmatrix} \kappa_{xx} \\ \kappa_{yy} \\ \kappa_{xy} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -\frac{\partial^2 w}{\partial x^2} \\ -\frac{\partial^2 w}{\partial y^2} \\ -2\frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} \end{pmatrix} \quad (4-49)$$

Ces déformations sont les conséquences de l'application de deux types d'efforts : les efforts de membrane et les moments de flexion (Figure 4.16).

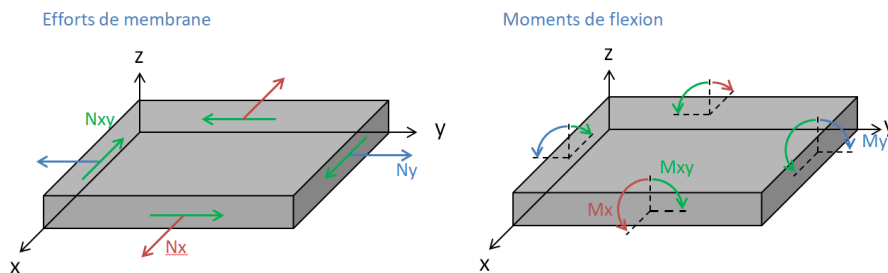


Figure 4.16 – Décomposition des efforts applicables

Les paramètres du matériau sont définis dans un repère propre au pli. Dans le cas d'un tissu 2D, les deux premiers axes du repère propre au matériau sont définis par les directions du tissage (sens chaîne et sens trame), le troisième leur est normal. On définit alors les matrices de passage entre le repère matériau du pli et le repère de la sollicitation respectivement pour les contraintes et les déformations (à noter que, de par la notation de Voigt utilisée, les deux matrices de rotation ne sont pas les mêmes) :

$$\begin{aligned} \mathbb{T}_\sigma(\theta) &= \begin{bmatrix} \cos^2(\theta) & \sin^2(\theta) & 2 \cos(\theta) \sin(\theta) \\ \sin^2(\theta) & \cos^2(\theta) & -2 \cos(\theta) \sin(\theta) \\ -\cos(\theta) \sin(\theta) & \cos(\theta) \sin(\theta) & \cos^2(\theta) - \sin^2(\theta) \end{bmatrix} \\ \mathbb{T}_\varepsilon(\theta) &= \begin{bmatrix} \cos^2(\theta) & \sin^2(\theta) & \cos(\theta) \sin(\theta) \\ \sin^2(\theta) & \cos^2(\theta) & -\cos(\theta) \sin(\theta) \\ -2\cos(\theta) \sin(\theta) & 2 \cos(\theta) \sin(\theta) & \cos^2(\theta) - \sin^2(\theta) \end{bmatrix} \end{aligned} \quad (4-50)$$

avec θ l'angle entre le repère de la sollicitation (x, y) et le repère matériau du pli $(1,2)$, représenté sur la Figure 4.17 :

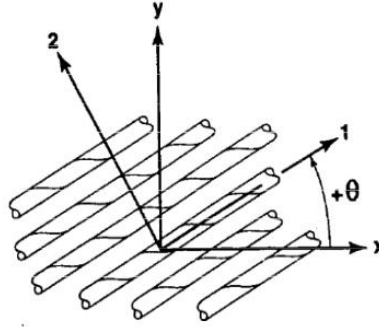


Figure 4.17 – Illustration de l'angle θ

Dans la suite, les grandeurs caractérisées par un exposant p sont exprimées dans le repère du pli et celles sans exposant dans le repère de la sollicitation. L'indice k représente le numéro du pli considéré.

En utilisant les matrices de passage définies dans l'équation (4-50), il est possible de passer les déformations et les contraintes du repère de la sollicitation $(\varepsilon$ et $\sigma)$ au repère du pli $(\varepsilon^p$ et $\sigma^p)$ grâce aux relations :

$$\begin{aligned} \sigma^p &= \mathbb{T}_\sigma(\theta) : \sigma \\ \varepsilon^p &= \mathbb{T}_\varepsilon(\theta) : \varepsilon \end{aligned} \quad (4-51)$$

Des équations précédentes découlent l'expression des tenseurs des souplesses et des rigidités :

$$\begin{aligned} \mathbb{S}_k &= \mathbb{T}_\sigma(\theta_k) : \mathbb{S}_k^p : \mathbb{T}_\varepsilon^{-1}(\theta_k) = \begin{bmatrix} S_{k11} & S_{k12} & S_{k16} \\ S_{k21} & S_{k22} & S_{k26} \\ S_{k61} & S_{k62} & S_{k66} \end{bmatrix} \\ \mathbb{Q}_k &= (\mathbb{S}_k)^{-1} \end{aligned} \quad (4-52)$$

Les contraintes dans le pli k s'écrivent donc dans le repère de la sollicitation à partir de l'équation (4-47) :

$$\sigma_k(x, y, z, t) = \mathbb{Q}_k : (\varepsilon_0(x, y) + z\kappa(x, y)) \quad (4-53)$$

Dans le cadre de la CLT en élasticité, les efforts en membrane sont calculés en intégrant les contraintes dans l'épaisseur du stratifié, le pli k étant compris entre les côtes h_{k-1} et h_k :

$$\mathbf{N}(x, y) = \sum_{k=1}^n \int_{h_{k-1}}^{h_k} \boldsymbol{\sigma}_k(x, y, z, t) dz = \sum_{k=1}^n \int_{h_{k-1}}^{h_k} (\mathbb{Q}_k : \boldsymbol{\varepsilon}_0(x, y, t) + z \mathbb{Q}_k : \boldsymbol{\kappa}(x, y, t)) dz \quad (4-54)$$

Après développement, l'expression précédente peut s'écrire sous la forme matricielle suivante :

$$\mathbf{N}(x, y, t) = \mathbb{A} : \boldsymbol{\varepsilon}_0(x, y, t) + \mathbb{B} : \boldsymbol{\kappa}(x, y, t) \quad (4-55)$$

en introduisant les matrices :

$$\begin{aligned} \mathbb{A} &= [A_{ij}] \text{ avec } A_{ij} = \sum_{k=1}^n (h_k - h_{k-1}) \mathbb{Q}_{kij} \\ \mathbb{B} &= [B_{ij}] \text{ avec } B_{ij} = \frac{1}{2} \sum_{k=1}^n (h_k^2 - h_{k-1}^2) \mathbb{Q}_{kij} \end{aligned} \quad (4-56)$$

De même, les moments s'expriment :

$$\mathbf{M}(x, y, t) = \sum_{k=1}^n \int_{h_{k-1}}^{h_k} \boldsymbol{\sigma}_k(x, y, z, t) \cdot z \cdot dz = \sum_{k=1}^n \int_{h_{k-1}}^{h_k} (z \mathbb{Q}_k : \boldsymbol{\varepsilon}_0(x, y, t) + z^2 \mathbb{Q}_k : \boldsymbol{\kappa}(x, y, t)) dz \quad (4-57)$$

Cela conduit à l'expression matricielle suivante :

$$\mathbf{M}(x, y, t) = \mathbb{B} : \boldsymbol{\varepsilon}_0(x, y, t) + \mathbb{D} : \boldsymbol{\kappa}(x, y, t) \quad (4-58)$$

avec la matrice \mathbb{D} définie comme :

$$\mathbb{D} = [D_{ij}] \text{ avec } D_{ij} = \frac{1}{3} \sum_{k=1}^n (h_k^3 - h_{k-1}^3) \mathbb{Q}_{kij} \quad (4-59)$$

L'équation constitutive du stratifié peut finalement s'écrire sous la forme condensée :

$$\begin{aligned} \begin{bmatrix} \mathbf{N} \\ \mathbf{M} \end{bmatrix} &= \begin{bmatrix} \mathbb{A} & \mathbb{B} \\ \mathbb{B} & \mathbb{D} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \boldsymbol{\varepsilon}_0 \\ \boldsymbol{\kappa} \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} \boldsymbol{\varepsilon}_0 \\ \boldsymbol{\kappa} \end{bmatrix} &= \begin{bmatrix} \mathbb{A}^* & \mathbb{B}^* \\ -{}^t\mathbb{B}^* & \mathbb{D}^* \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \mathbf{N} \\ \mathbf{M} \end{bmatrix} \end{aligned} \quad (4-60)$$

avec :

$$\begin{cases} \mathbb{A}^* = (\mathbb{A} - \mathbb{B} : \mathbb{D}^{-1} : \mathbb{B})^{-1} \\ \mathbb{B}^* = -\mathbb{A}^* : \mathbb{B} : \mathbb{D}^{-1} \\ \mathbb{D}^* = (\mathbb{D} - \mathbb{B} : \mathbb{A}^{-1} : \mathbb{B})^{-1} \end{cases} \quad (4-61)$$

Dans le cas d'un comportement élastique, les déformations et les contraintes dans chaque pli s'écrivent :

$$\boldsymbol{\varepsilon}_k^p = \begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_6 \end{pmatrix}_k = \mathbb{T}_\varepsilon(\theta_k) : (\boldsymbol{\varepsilon}_0 + z \boldsymbol{\kappa}) \quad \text{pour } h_{k-1} \leq z \leq h_k \quad (4-62)$$

$$\boldsymbol{\sigma}_k^p = \begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_6 \end{pmatrix}_k = \mathbb{Q}_k^p : \boldsymbol{\varepsilon}_k^p \quad \text{pour } h_{k-1} \leq z \leq h_k \quad (4-63)$$

où tous les termes de la dernière équation sont exprimés dans le repère du matériau. On constate donc que la CLT en élasticité permet de passer aisément de l'échelle macroscopique à l'échelle du pli (et vice-versa), mais aussi des efforts à la déformation.

4.6.2 Introduction de la thermoélasticité dans la CLT

Les relations énoncées précédemment considèrent le comportement du matériau à une température définie. Dans le domaine de température où le matériau est élastique, il est possible de prendre en compte les effets de la dilatation thermique par l'expression :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^{th^p} = \begin{pmatrix} \varepsilon_1^{th} \\ \varepsilon_2^{th} \\ 0 \end{pmatrix} = (T - T^0) \begin{pmatrix} \alpha_{11} \\ \alpha_{22} \\ 0 \end{pmatrix} \quad (4-64)$$

où T est la température de l'essai, T^0 la température de référence et α le tenseur des dilatations.

Les déformations thermiques dans le repère du matériau sont données par :

$$\boldsymbol{\varepsilon}_k^{th} = \mathbb{T}_\varepsilon^{-1}(\theta_k) : \boldsymbol{\varepsilon}^{th^p} \quad (4-65)$$

La dilatation de certains plis peut être contrariée et conduire à la création d'efforts internes (Figure 4.18). Les efforts de membrane et de moments internes associés s'écrivent :

$$\mathbf{N}^{th}(x, y) = \left(\sum_{k=1}^n \mathbb{Q}_k (h_k - h_{k-1}) \right) : \boldsymbol{\varepsilon}_k^{th}(x, y) \quad (4-66)$$

$$\mathbf{M}^{th}(x, y) = \frac{1}{2} \left(\sum_{k=1}^n \mathbb{Q}_k (h_k^2 - h_{k-1}^2) \right) : \boldsymbol{\varepsilon}_k^{th}(x, y) \quad (4-67)$$

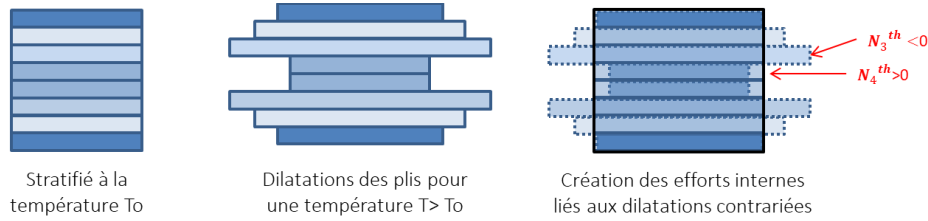


Figure 4.18 – Représentation des efforts internes liés à la dilatation thermique des plis

On peut donc réécrire les efforts globaux de la manière suivante :

$$\mathbf{N}(x, y, t) = \mathbb{A} : \boldsymbol{\varepsilon}_0(x, y, t) + \mathbb{B} : \boldsymbol{\kappa}(x, y, t) - \mathbf{N}^{th}(x, y) \quad (4-68)$$

$$\mathbf{M}(x, y, t) = \mathbb{B} : \boldsymbol{\varepsilon}_0(x, y, t) + \mathbb{D} : \boldsymbol{\kappa}(x, y, t) - \mathbf{M}^{th}(x, y) \quad (4-69)$$

Soit, sous forme condensée :

$$\begin{bmatrix} \mathbf{N} \\ \mathbf{M} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \mathbf{N}^{th} \\ \mathbf{M}^{th} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \mathbb{A} & \mathbb{B} \\ \mathbb{B} & \mathbb{D} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \boldsymbol{\varepsilon}_0 \\ \boldsymbol{\kappa} \end{bmatrix} \quad ; \quad \begin{bmatrix} \boldsymbol{\varepsilon}_0 \\ \boldsymbol{\kappa} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \mathbb{A}^* & \mathbb{B}^* \\ -{}^t\mathbb{B}^* & \mathbb{D}^* \end{bmatrix} \left(\begin{bmatrix} \mathbf{N} \\ \mathbf{M} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \mathbf{N}^{th} \\ \mathbf{M}^{th} \end{bmatrix} \right) \quad (4-70)$$

Finalement, la contrainte dans le pli s'écrit, à partir de la loi de comportement thermoélastique :

$$\boldsymbol{\sigma}_k^p = \mathbb{Q}_k^p : (\boldsymbol{\varepsilon}_k^p - \boldsymbol{\varepsilon}^{th^p}) \quad (4-71)$$

4.6.3 Développement d'une CLT non linéaire

L'objectif est maintenant de traduire le comportement endommageable du matériau dans la CLT. L'évolution des propriétés, notamment celles caractérisant l'élasticité, en fonction de la température doit également être prise en compte.

Dans ce cas, la loi de comportement peut s'exprimer de la façon suivante :

$$\boldsymbol{\sigma} = \mathbb{Q}^{eff}(T, d_i) : (\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^{th}) - \mathbb{Q}^0(T) : \boldsymbol{\varepsilon}^r \quad (4-72)$$

La loi de comportement de chaque pli est alors définie par :

$$\boldsymbol{\sigma}_k^p = \mathbb{Q}_k^{eff^p}(T, d_i) : (\boldsymbol{\varepsilon}_k^p - \boldsymbol{\varepsilon}_k^{th^p}) - \mathbb{Q}_k(T) : \boldsymbol{\varepsilon}_k^{r^p} \quad (4-73)$$

Une solution « directe » pour généraliser la théorie classique des stratifiés aux comportements non linéaires dépendant de la température consisterait à calculer l'effet de la température sur les propriétés, ainsi que les effets des deux variables d'endommagement associées à chaque pli, sur les matrices de rigidité $\mathbb{Q}_k^{eff^p}$, afin de mettre à jour les matrices \mathbb{A} , \mathbb{B} et \mathbb{D} . Il deviendrait alors possible d'appliquer la loi de comportement.

Pour éviter la réactualisation des matrices à chaque évolution d'endommagement ou de température, une alternative consiste à réécrire la loi de comportement. L'introduction d'une déformation généralisée permet d'établir l'expression suivante :

$$\boldsymbol{\sigma} = \mathbb{Q}^0(T_0) : (\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^{th} - \boldsymbol{\varepsilon}^r - \boldsymbol{\varepsilon}^G(d_i, T)) \quad (4-74)$$

L'égalité des expressions (4-72) et (4-74) est vérifiée pour l'expression de la déformation généralisée :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^G(d, T) = (\mathbb{I} - \mathbb{S}^0(T_0) : \mathbb{Q}^{eff}(T, d)) : \boldsymbol{\varepsilon}^* - (\mathbb{I} - \mathbb{S}^0(T_0) : \mathbb{Q}^0(T)) : \boldsymbol{\varepsilon}^r \quad (4-75)$$

La généralisation de la CLT réalisée pour le comportement thermoélastique peut alors être appliquée à la loi de comportement. Des efforts de membrane et des moments « internes » sont associés à la déformation généralisée $\boldsymbol{\varepsilon}^G$, ainsi qu'aux déformations résiduelles. Pour les déformations généralisées les efforts s'écrivent alors :

$$\mathbf{N}^G(x, y) = \sum_{k=1}^n \mathbb{Q}_k : \boldsymbol{\varepsilon}^G(x, y, d) * (h_k - h_{k-1}) \quad (4-76)$$

$$\mathbf{M}^G(x, y) = \frac{1}{2} \sum_{k=1}^n \mathbb{Q}_k : \boldsymbol{\varepsilon}^G(x, y, d) * (h_k^2 - h_{k-1}^2) \quad (4-77)$$

Les efforts liés à la déformation résiduelle sont calculés de manière similaire.

Ces calculs permettent finalement d'obtenir la forme condensée de l'équation constitutive généralisée :

$$\begin{bmatrix} \mathbf{N} \\ \mathbf{M} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \mathbf{N}^{th} \\ \mathbf{M}^{th} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \mathbf{N}^r \\ \mathbf{M}^r \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \mathbf{N}^G \\ \mathbf{M}^G \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \mathbb{A} & \mathbb{B} \\ \mathbb{B} & \mathbb{D} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \boldsymbol{\varepsilon}_0 \\ \boldsymbol{\kappa} \end{bmatrix} \quad (4-78)$$

4.6.4 Implémentation de la CLT non linéaire

4.6.4.1 Calcul des efforts

La CLT repose sur l'intégration des contraintes dans l'épaisseur, afin de calculer les efforts macroscopiques. Dans le cas d'un chargement plan appliqué à un stratifié équilibré, cette intégration est simple puisque la contrainte est constante dans chaque pli. Cependant, dans les autres cas (stratifié non équilibré, application d'un moment, ...) l'évolution de la contrainte devient non linéaire dans l'épaisseur du pli. Le choix de la méthode de résolution s'est porté sur la quadrature de Gauss. Cette méthode consiste à approcher l'intégrale d'une fonction f sur l'intervalle $] -1, 1[$ par la formule :

$$\int_{-1}^1 f(x) dx = \sum_{i=1}^n w_i f(z_i) \quad (4-79)$$

où les z_i sont les racines du $n^{\text{ième}}$ polynôme de Legendre et w_i le poids associé. Cette méthode est exacte pour tout polynôme de degré $2n-1$.

L'intégration des efforts est réalisée aux points de Gauss de chacun des plis. La stratégie de calcul des intégrales est présentée dans le Tableau 4.4. Une méthode d'ordre 1 est utilisée lorsqu'un chargement plan est appliqué à un stratifié équilibré. Une méthode utilisant trois points de Gauss est utilisée dans les autres cas.

	Nombre de points de Gauss	z_i	w_i
Stratifié équilibré et chargement plan	1	0	2
Stratifié déséquilibré et/ou chargement hors plan	3	$-\sqrt{3/5}$	5/9
		0	8/9
		$\sqrt{3/5}$	5/9

Tableau 4.4 – Nombre de points de Gauss et poids associés en fonction du cas étudié

Les calculs de N et M exprimés dans les équations (4-54) et (4-57) sont développés de la manière suivante :

$$N = \sum_{i=1}^n \frac{h_k - h_{k-1}}{2} \sum_{i=1}^p w_i \sigma_k(z = z_i) \quad (4-80)$$

$$M = \sum_{i=1}^n \frac{h_k - h_{k-1}}{2} \sum_{i=1}^p w_i \left(\frac{h_k - h_{k-1}}{2} x_i + \frac{h_k + h_{k-1}}{2} \right) \sigma_k(z = z_i)$$

avec h_k la distance entre interfaces et plan médian et $\sigma_k(z = z_i)$ la contrainte au point de Gauss z_i .

4.6.4.2 Définition de la stratégie de résolution

L'implémentation en déformation imposée est quasiment explicite. La stratégie retenue est schématisée par la Figure 4.19.

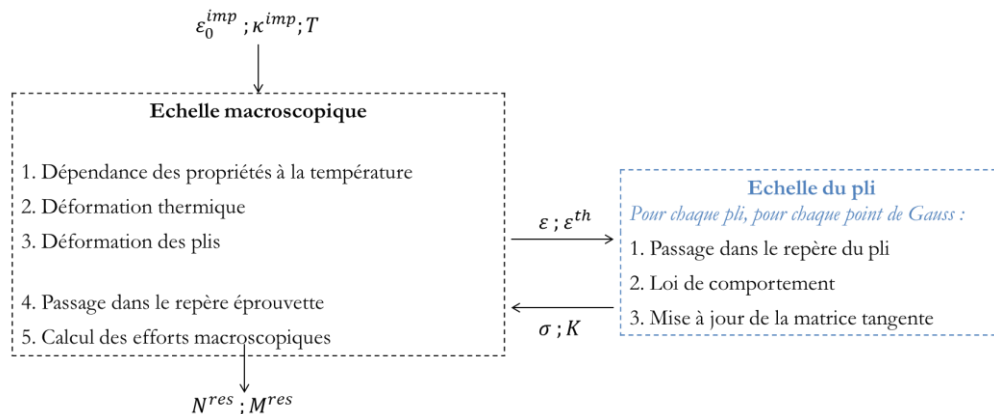


Figure 4.19 – Représentation schématique de la résolution de la CLT non linéaire en déformation imposée

La déformation du stratifié et la température sont imposées en entrée. La CLT permet de déterminer la déformation en chaque point de Gauss. La loi de comportement y est alors appliquée, avant un retour à l'échelle macroscopique pour l'intégration des contraintes.

Pour assurer la représentativité des conditions d'essais, une implémentation implicite, en effort imposé, est nécessaire, qui nécessite le calcul de la matrice tangente. Elle est définie comme :

$$\mathbb{K}^{glob} = \begin{bmatrix} \frac{\partial \mathbf{N}}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}_0} & \frac{\partial \mathbf{N}}{\partial \boldsymbol{\kappa}} \\ \frac{\partial \mathbf{M}}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}_0} & \frac{\partial \mathbf{M}}{\partial \boldsymbol{\kappa}} \end{bmatrix} \quad (4-81)$$

Les différents termes sont obtenus par intégration des matrices tangentes locales. Par exemple :

$$\mathbf{N} = \sum_{k=1}^n \int_{h_{k-1}}^{h_k} \boldsymbol{\sigma}_k dz \rightarrow \frac{\partial \mathbf{N}}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}_0} = \sum_{k=1}^n \int_{h_{k-1}}^{h_k} \frac{\partial \boldsymbol{\sigma}_k}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}_k} dz \quad (4-82)$$

De même :

$$\frac{\partial \mathbf{N}}{\partial \boldsymbol{\kappa}} = \sum_{k=1}^n \int_{h_{k-1}}^{h_k} \frac{\partial \boldsymbol{\sigma}_k}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}_k} z dz \quad (4-83)$$

$$\frac{\partial \mathbf{M}}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}_0} = \sum_{k=1}^n \int_{h_{k-1}}^{h_k} \frac{\partial \boldsymbol{\sigma}_k}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}_k} z dz \quad (4-84)$$

$$\frac{\partial \mathbf{M}}{\partial \boldsymbol{\kappa}} = \sum_{k=1}^n \int_{h_{k-1}}^{h_k} \frac{\partial \boldsymbol{\sigma}_k}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}_k} z^2 dz \quad (4-85)$$

A chaque incrément p , l'effort $\begin{bmatrix} \mathbf{N}^{imp} \\ \mathbf{M}^{imp} \end{bmatrix}^p$ et la température sont imposés. Il est alors possible de proposer une première valeur de la déformation $\begin{bmatrix} \boldsymbol{\varepsilon}_0 \\ \boldsymbol{\kappa} \end{bmatrix}_1^p$ en utilisant l'équation (4-86) :

$$\begin{bmatrix} \boldsymbol{\varepsilon}_0 \\ \boldsymbol{\kappa} \end{bmatrix}_1^p = \begin{bmatrix} \boldsymbol{\varepsilon}_0 \\ \boldsymbol{\kappa} \end{bmatrix}^{p-1} + \left(\mathbb{K}^{glob} \right)^{p-1} : \left(\begin{bmatrix} \mathbf{N}^{imp} \\ \mathbf{M}^{imp} \end{bmatrix}^p + \begin{bmatrix} \mathbf{N}^{th} \\ \mathbf{M}^{th} \end{bmatrix}_1^p - \begin{bmatrix} \mathbf{N}^{imp} \\ \mathbf{M}^{imp} \end{bmatrix}^{p-1} - \begin{bmatrix} \mathbf{N}^{th} \\ \mathbf{M}^{th} \end{bmatrix}^{p-1} \right) \quad (4-86)$$

L'application de cette équation appelle deux remarques :

- $\begin{bmatrix} \mathbf{N}^{th} \\ \mathbf{M}^{th} \end{bmatrix}_1^p$ est calculé à partir de la matrice des rigidités initiales et de la déformation thermique. La température étant imposée et la dilatation étant considérée comme ne dépendant pas de l'endommagement, une itération ne sera pas nécessaire.
- Le cas d'un chargement thermique et/ou élastique ne créant pas d'endommagement, la matrice tangente n'évolue donc pas et la première itération $\begin{bmatrix} \boldsymbol{\varepsilon}_0 \\ \boldsymbol{\kappa} \end{bmatrix}_1^p$ permettra d'atteindre la convergence, sans nécessiter l'utilisation de l'algorithme de Newton-Raphson.

Une fois le couple $\begin{bmatrix} \boldsymbol{\varepsilon}_0 \\ \boldsymbol{\kappa} \end{bmatrix}_i^p$ obtenu, le calcul se déroule comme dans la version explicite. La déformation de chaque point de Gauss en est déduite, puis la loi de comportement est appliquée. Les efforts macroscopiques sont finalement calculés.

La convergence est vérifiée par le calcul du résidu :

$$Res^p = \begin{bmatrix} N^{imp} \\ M^{imp} \end{bmatrix}^p - \left(\begin{bmatrix} A & B \\ B & D \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_0 \\ \kappa \end{bmatrix}^p - \begin{bmatrix} N^{th} \\ M^{th} \end{bmatrix}^p - \begin{bmatrix} N^r \\ M^r \end{bmatrix}^p - \begin{bmatrix} N^G \\ M^G \end{bmatrix}^p \right) \quad (4-87)$$

Si la tolérance n'est pas vérifiée, une nouvelle itération est réalisée à partir d'un nouveau couple (ε_0, κ) obtenu grâce à la matrice tangente. Cette démarche est illustrée par la Figure 4.20.

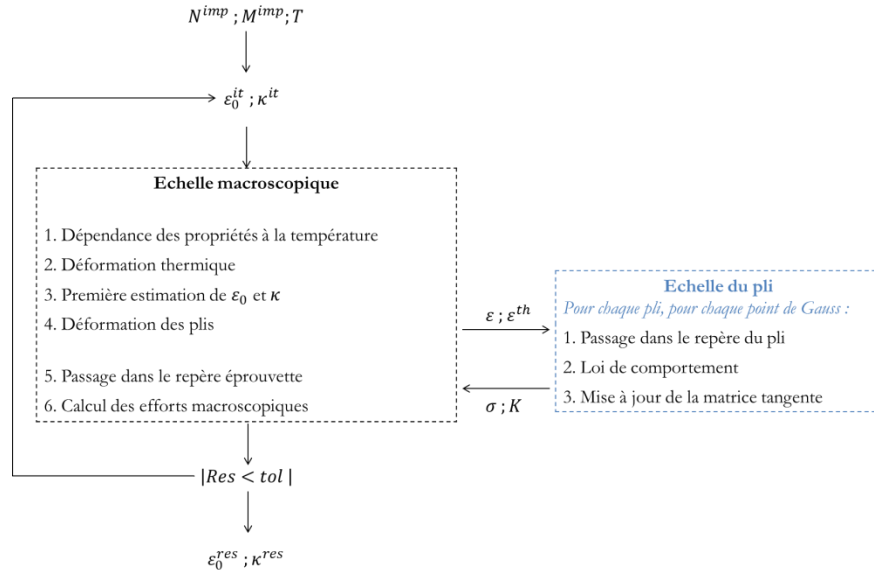


Figure 4.20 – Représentation schématique de la résolution de la CLT non linéaire en effort imposé

4.7 Applications de la CLT

4.7.1 Étude de stratifications complexes

De manière intrinsèque, la CLT est adaptée à la simulation de sollicitations sur des empilements complexes. Cet outil pourra donc contribuer précieusement à la définition de nouvelles stratifications plus complexes. Comme dans le cas des composites à matrice organique, une manière de pallier l'anisotropie lors de l'introduction de ces matériaux dans l'industrie résidera probablement dans la réalisation d'empilements plus complexes, adaptés à des sollicitations multidirectionnelles elles-mêmes complexes. Une première évaluation de l'outil a été proposée sur deux stratifiés d'épaisseur égale en traction. Le premier est l'empilement classique $(0;90)_4$, des plis à ± 45 étant insérés au centre dans le deuxième. Cela conduit à la stratification suivante : $[(0;90)/(+45;-45)]_s$, dite « quasi-isotrope ». Dans la Figure 4.21 (a), une forte sensibilité du comportement à l'orientation de l'effort est observée lors des essais hors axe. Si un empilement de type quasi-isotrope réduit la rigidité globale du stratifié dans l'axe des renforts (Figure 4.21 (b)), lors d'un essai monotone, le comportement devient quasi-insensible à la direction de la sollicitation. Il faudra cependant être vigilant par rapport à l'anisotropie qui apparaîtra avec l'endommagement.

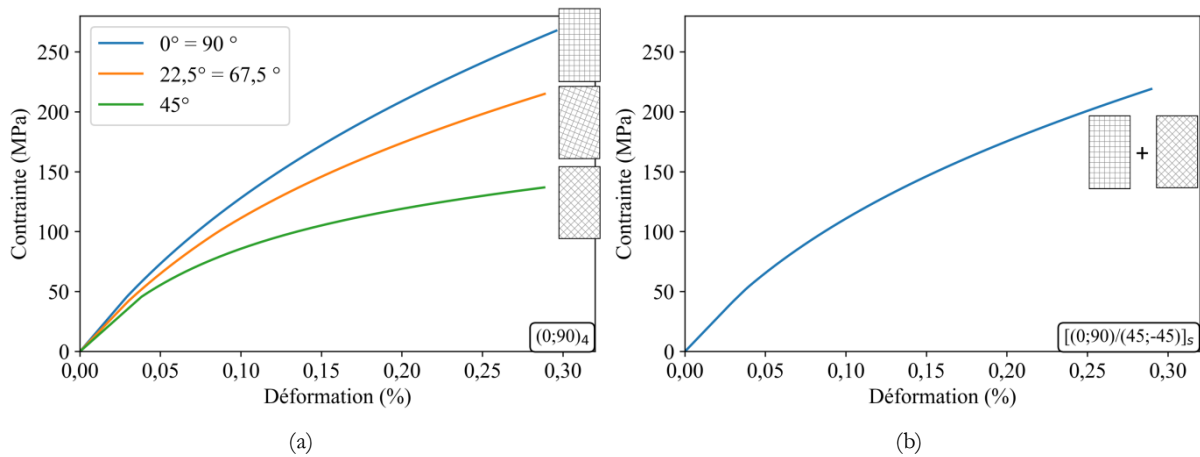


Figure 4.21 – Comparaison du comportement en traction du stratifié étudié (a) et du stratifié proposé (courbes superposées) (b)

Ce type de stratifié aurait été particulièrement intéressant à caractériser expérimentalement. Les résultats auraient pu utilement contribuer à la validation de la théorie.

4.7.2 Étude du comportement en flexion par la CLT

Le deuxième intérêt de la CLT non linéaire développée réside dans la possibilité d'appliquer des moments de flexion. Nous avons donc cherché à comparer les résultats fournis par cette théorie avec un calcul par éléments finis sur les essais de flexion 4 points réalisés. Au niveau local, les comportements observés sur les plis les plus proches des surfaces en traction et en compression sont équivalents à ceux observés lors du calcul aux éléments finis (Figure 4.22 (a)) : un comportement linéaire en compression et une surestimation de l'endommagement en traction. Les gradients de déformation dans l'épaisseur de la plaque obtenus par la CLT et les éléments finis pour deux niveaux d'effort sont tracés Figure 4.22 (b). L'écart entre les deux méthodes est faible. Cela confirme donc l'intérêt de la CLT pour une analyse rapide des essais.

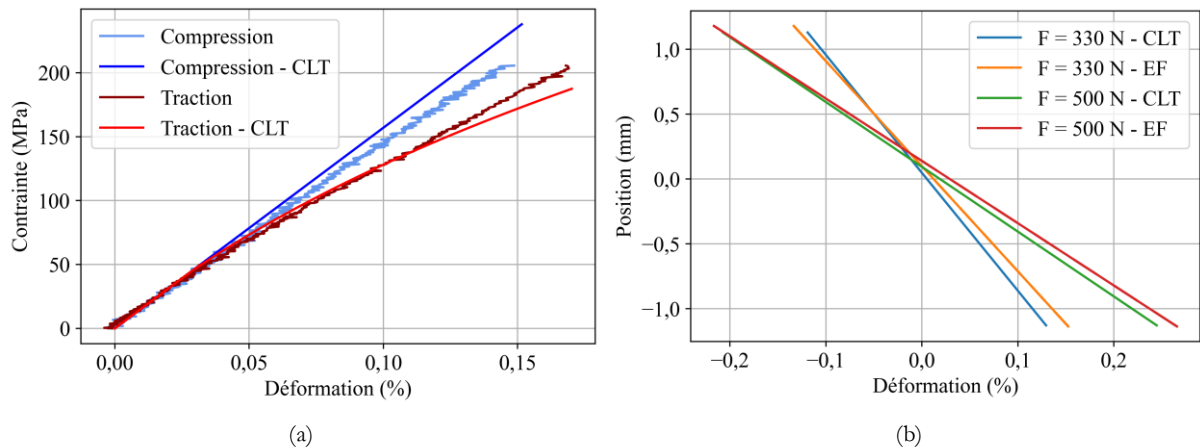


Figure 4.22 – Comparaison des déformations de peau expérimentales et obtenues par la CLT (a) et comparaison des gradients de déformation dans l'épaisseur (b)

La déformée d'une poutre en flexion 4 points est bien connue de manière analytique [18]. Elle forme un arc de cercle entre les rouleaux intérieurs et deux arcs de paraboles à l'extérieur. C'est la dérivée seconde qui est définie à partir du moment appliqué, de la rigidité du matériau et des

dimensions de l'éprouvette. Deux mesures du déplacement de l'éprouvette sont donc nécessaires pour relier la flèche et le rayon de courbure. C. H. Weber et al. ont proposé un dispositif permettant de mesurer une flèche relative entre deux points de l'éprouvette [19]. Une reconstruction géométrique permet alors de calculer la déformation de l'éprouvette. De la même manière, la Figure 4.23 illustre la relation entre l'écart flèche (f) / déplacement des appuis (f_a) et le rayon de courbure ($\kappa = 1/R$). La relation est donnée dans l'équation (4-88). Par cet intermédiaire, il serait alors possible de comparer la flèche expérimentale à celle obtenue par la CLT.

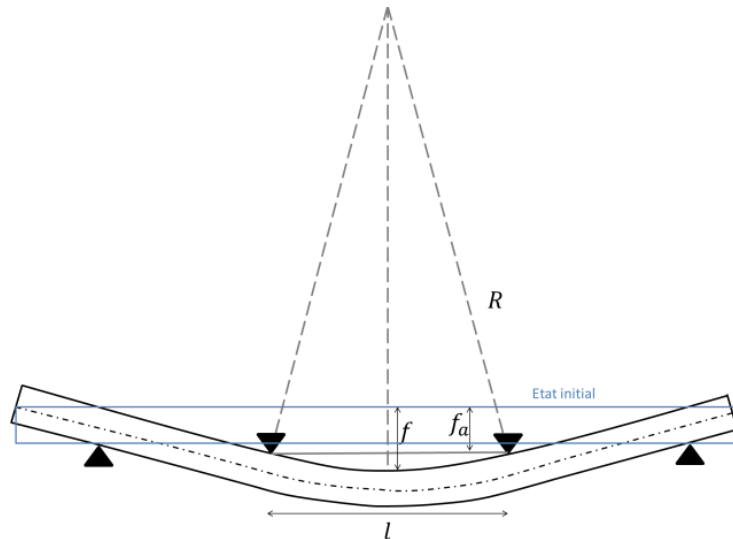


Figure 4.23 – Schématisation de la déformée de l'éprouvette

$$(R - (f - f_a))^2 + \left(\frac{l}{2}\right)^2 = R^2 \quad (4-88)$$

Cette mesure peut aussi être réalisée par corrélation d'images numériques.

Pour analyser ces essais, deux solutions sont donc envisageables. La première consiste à conserver le calcul éléments finis du §4.4.2. Il permet de comparer le maximum d'indicateurs mesurés expérimentalement au calcul. Cependant, cela nécessite un temps de calcul élevé tout en conservant certaines hypothèses de modélisation. D'un autre côté, le modèle analytique proposé dans ces travaux impose de revoir, en partie, la manière de réaliser les essais. Il permet un calcul rapide et des résultats très proches des éléments finis.

4.8 Résumé et perspectives

La loi de comportement développée dans ces travaux est inspirée des modèles ODM développés à l'ONERA. Il s'agit d'une approche simplifiée, mais néanmoins suffisante pour accompagner le développement d'un matériau. Les sollicitations étudiées dans ces travaux étant uniaxiales, un modèle de comportement 1D s'est avéré suffisant. Par rapport aux lois déjà développées à l'ONERA, la prise en compte de la température a été introduite. Les coefficients de la loi de comportement ont été identifiés à partir des résultats d'essais réalisés entre la température ambiante et 1000 °C. La validation de la loi en flexion a nécessité de réaliser des calculs éléments finis.

Dans un second temps, une nouvelle méthode de changement d'échelle basée sur le principe de la théorie classique des stratifiés a été proposée. Cette méthode, couramment employée pour procéder au choix de stratification des composites à matrice organique, permet de calculer la distribution de contraintes et de déformations dans le matériau, à partir des efforts et déformations macroscopiques calculés dans le cadre de l'élasticité linéaire. Elle a été modifiée pour permettre l'introduction de lois de comportement non linéaires. Dans le but de son intégration dans la CLT, la loi de comportement a été étendue au comportement plan sous l'hypothèse des contraintes planes. La loi et son introduction dans la théorie des stratifiées ont été validées par une confrontation aux résultats expérimentaux et à la méthode de référence que sont les calculs par éléments finis. Ces calculs ont permis de valider le comportement à l'échelle macroscopique (réponse force/déplacement) mais aussi à celle du pli (contrainte/déformation) par comparaison aux résultats expérimentaux. Cela permet aussi de valider la pertinence de la CLT. Dans le cas des sollicitations réalisées (traction et flexion 4 points), les réponses obtenues par les deux méthodes sont très proches, le point fort de la CLT développée étant le coût de calcul bien plus faible et la possibilité de simuler des empilements complexes. Des essais hors axes et sur des empilements complexes seront à réaliser pour valider la loi et la théorie développée.

Chapitre 5 :

Etude expérimentale et numérique du fluage

Ce chapitre a pour but d'étudier le composite Oxyde/Oxyde dans des conditions de températures où les déformations anélastiques deviennent importantes. Une étude expérimentale du fluage en traction et en flexion 4 points est réalisée. Dans un premier temps, un intérêt particulier est porté sur le fluage stationnaire. Différentes lois phénoménologiques permettant de prévoir la vitesse de fluage en fonction de la contrainte et de la température sont recensées et évaluées. Dans un deuxième temps, un modèle de comportement est développé afin de décrire le comportement du matériau sous chargement mécanique variable. Finalement, une analyse des essais de flexion est proposée.

Sommaire

5.1	Introduction	127
5.2	Etude expérimentale du fluage	127
5.2.1	Caractérisation en traction.....	127
5.2.2	Caractérisation en flexion 4 points.....	128
5.3	Analyse du fluage en traction	130
5.3.1	Détermination et identification d'une loi de fluage stationnaire.....	130
5.3.2	Etude du fluage sous chargement variable.....	135
5.4	Proposition d'une loi de comportement en traction	138
5.4.1	Expression de la loi.....	138
5.4.2	Implémentation du modèle.....	140
5.4.3	Identification de la loi.....	142
5.5	Analyse du fluage en flexion	143
5.5.1	Analyse du fluage stationnaire en flexion.....	143
5.5.2	Etude de l'effet de la non-linéarité du comportement.....	144
5.5.3	Etude de l'effet de la dissymétrie du comportement.....	145
5.6	Utilisation de la CLT pour l'analyse du fluage	147
5.6.1	Implémentation de la CLT visqueuse.....	147
5.6.2	Simulation du fluage en flexion 4 points par la CLT.....	148
5.7	Résumé et perspectives	150

5.1 Introduction

Les essais de traction conduits à différentes vitesses de sollicitation dans le Chapitre 3 ont montré l'apparition de déformations anélastiques entre 800 et 900 °C. Le fluage sera étudié en traction et en flexion 4 points. Grace aux essais réalisés en traction, un stade de fluage stationnaire sera observé, une loi γ sera associée et l'identification de ses paramètres sera conduite. Une prise en compte du fluage sous chargement variable sera ensuite réalisée.

La loi de fluage développée sera intégrée dans la théorie des stratifiés utilisée dans le Chapitre 4.

5.2 Étude expérimentale du fluage

5.2.1 Caractérisation en traction

Des essais de fluage ont été réalisés en traction à des températures comprises entre 850 °C, température où il a été observé des déformations de fluage mesurables, et 1050 °C avec une durée fixée à 72h. Cette durée était compatible avec la durée totale des essais et celle de la disponibilité de la machine. Des contraintes comprises entre 26 et 182 MPa ont été appliquées, soit 10 à 70 % de la contrainte à rupture moyenne du matériau à la température ambiante. Un récapitulatif des essais réalisés est présenté dans le Tableau 5.1. L'ensemble des courbes enregistrées est présenté en Annexe 2.

	26 MPa	78 MPa	130 MPa	182 MPa
850 °C	–	–	–	✓
900 °C	–	–	✓	✓
950 °C	–	✓	✓	✓
1000 °C	✓	✓ (x2)	✓ (x2)	✓
1050 °C	✓	✓	✓	–

Tableau 5.1 – Conditions de température et de contrainte étudiées en traction

Des réponses très différentes, telles qu'illustrées par la Figure 5.1, ont pu être observées. De faibles cinétiques de fluages sont observées pour des températures inférieures à 900 °C, même pour des contraintes importantes. Au-delà de 1000 °C, des déformations de plusieurs pourcents pouvant conduire à la rupture (indiquée par une étoile) peuvent être obtenues pour des temps relativement courts. Mis à part l'essai réalisé à 850°C pour lequel les déformations mesurées sont très faibles, le stade de fluage primaire est de courte durée et représente une faible proportion de de la déformation totale.

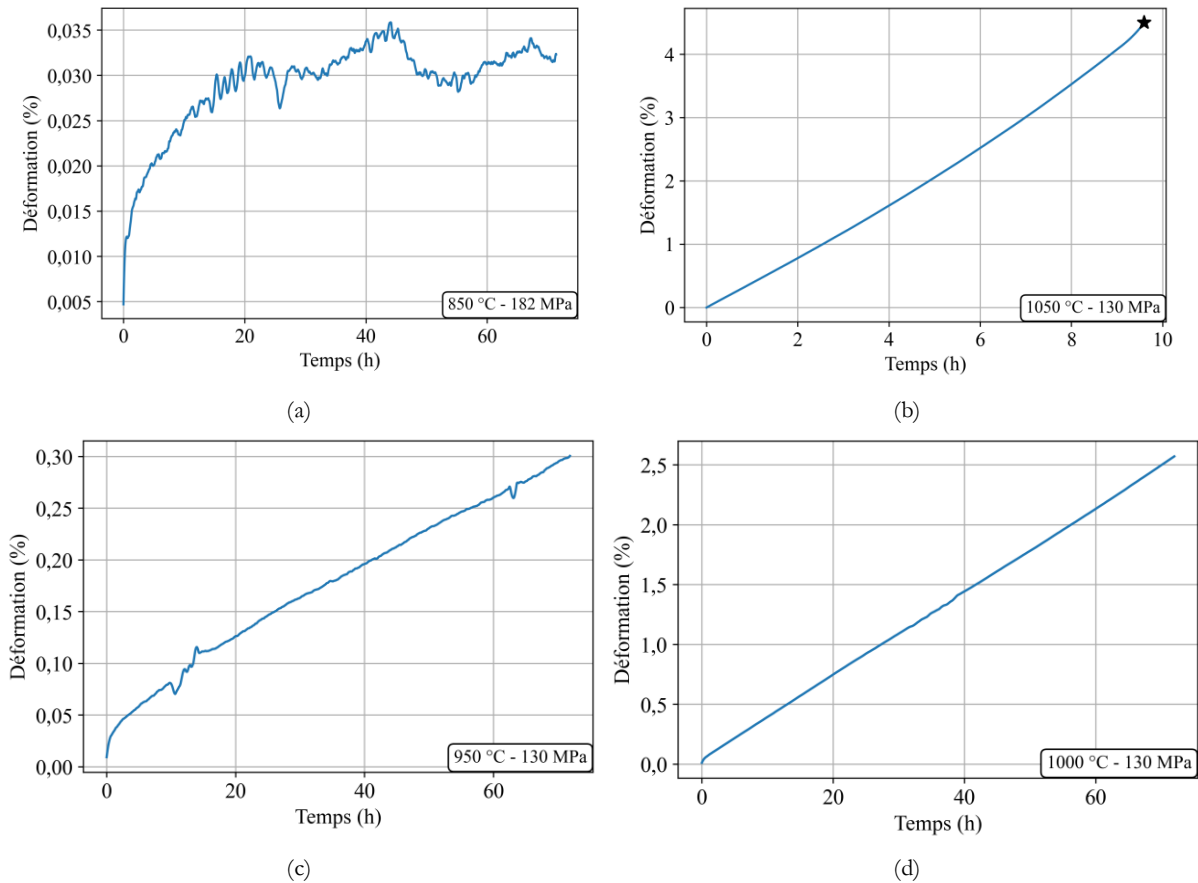


Figure 5.1 – Résultats d’essais de fluage en traction à 850 °C – 182MPa (a), 1050 °C – 130 MPa (* : Rupture) (b), 950 °C – 130MPa (c), 1000 °C – 130MPa (d)

5.2.2 Caractérisation en flexion 4 points

Le fluage du matériau a aussi été évalué en flexion 4 points par des essais de durée fixée également à 72h. Trois niveaux de chargement ont été considérés : 120, 200 et 280 N. Pour rappel, les éprouvettes mesurent 9 mm de large et 50 mm de long et sont sollicitées avec des entraxes de 20 et 40 mm (cf. Figure 2.15). Dans ces conditions, les charges appliquées correspondent à des contraintes maximales de 78, 130 et 182 MPa. Les températures d’essais ont été fixées entre 850 °C et 1050 °C. Les conditions expérimentales investiguées sont récapitulées dans le Tableau 5.2.

	120 N/78 MPa	200 N/130 MPa	280 N/182 MPa
850 °C	–	✓	–
900 °C	✓	✓	✓
950 °C	✓	✓	–
1000 °C	✓	✓	–
1050 °C	✓	–	–

Tableau 5.2 – Conditions de température et de contrainte étudiées en flexion 4 points

Quatre résultats d’essai sont présentés en exemple sur la Figure 5.2. En ordonnée figure le déplacement relatif des points d’appuis internes et externes, différent de la flèche maximale de

l'éprouvette. Les deux premiers représentent des essais réalisés sous une même charge, à des températures extrêmes. Les sollicitations étudiées couvrent une large gamme de cinétiques de fluage représentant plus de deux ordres de grandeur. Comme en traction des essais conduits à des températures et des contraintes intermédiaires ont permis de balayer la gamme de cinétiques observée.

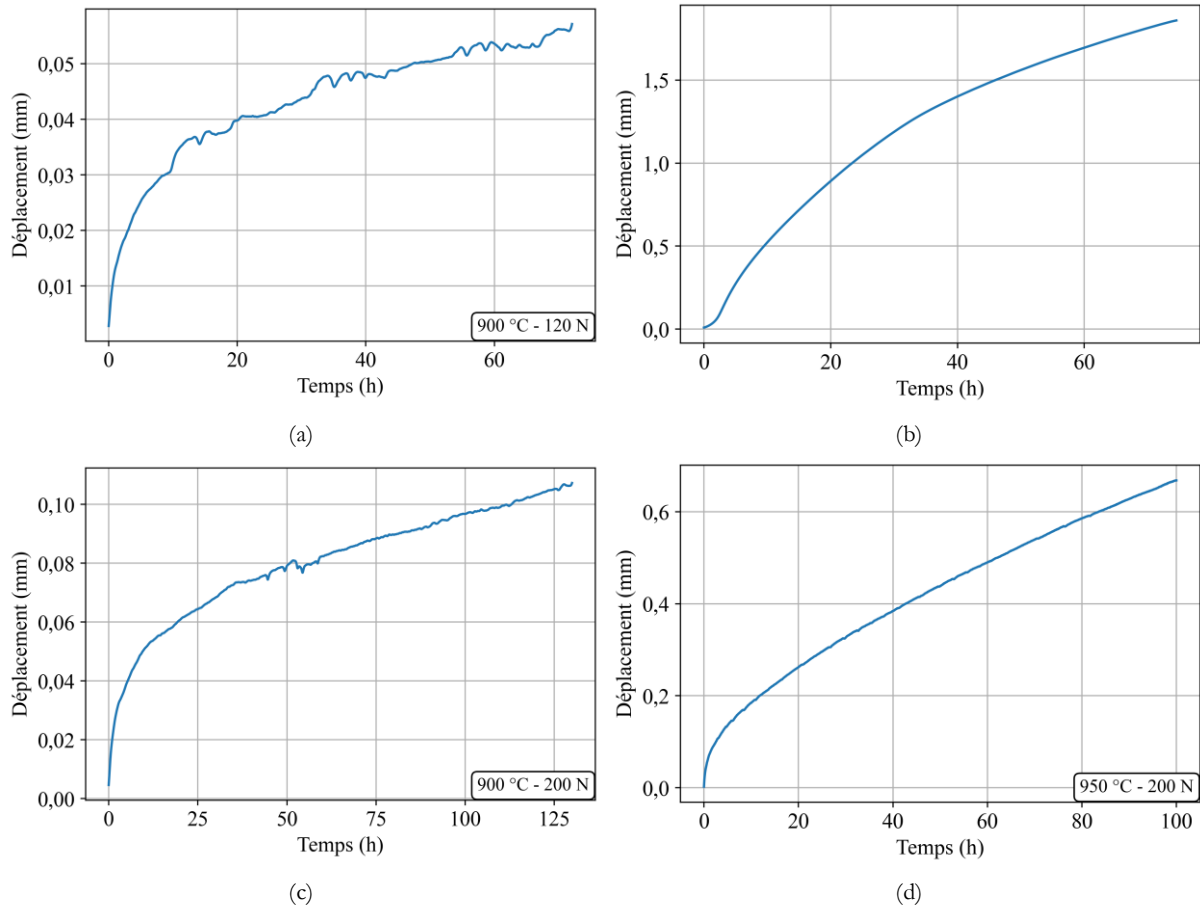


Figure 5.2 – Résultats d'essais de fluage en flexion 4 points à 900 °C – 120 N (a), 1050 °C – 120 N (b), 900 °C – 200 N (c), 950 °C – 200 N (d)

L'ensemble des résultats d'essais est présenté en Annexe 3. On constate que le stade de fluage stationnaire est atteint beaucoup plus tardivement qu'en traction. Il s'agit là d'un fluage transitoire dit « de structure » opérant pendant le temps nécessaire à la redistribution des contraintes dans la structure que constitue une éprouvette de flexion. La distribution des contraintes dans l'épaisseur de l'éprouvette doit en effet évoluer de l'état linéaire élastique (contrainte proportionnelle à l'éloignement au plan neutre) à un régime stable de fluage dans lequel c'est la vitesse de fluage qui dépend de la distance à la ligne neutre. Un état de fluage stationnaire est cependant atteint sur tous les essais réalisés. La principale difficulté associée à l'analyse du fluage en flexion est associée à la redistribution possible des contraintes dans l'éprouvette au cours du temps. Ce problème se pose dès que la vitesse de déformation n'est pas proportionnelle à la contrainte et/ou que les vitesses de fluage sont différentes en traction et compression. Les essais de traction, dans lesquels aucune redistribution des contraintes n'est possible, ont donc, par la suite, été privilégiés pour étudier et modéliser le comportement en fluage intrinsèque du composite.

5.3 Analyse du fluage en traction

5.3.1 Détermination et identification d'une loi de fluage stationnaire

Dans la littérature, un empirisme certain préside dans la détermination des vitesses de fluage stationnaire. Étonnamment, dans ces travaux, un large domaine linéaire a généralement pu être observé entre le début du chargement et la fin de l'essai facilitant la détermination d'une vitesse de fluage stationnaire (cf. Annexe 2). Seuls quelques essais à faibles vitesses de fluage sont entachés d'incertitude sur la mesure de la pente. Par contre l'essai doublé à 1000 °C sous 130 MPa révèle un écart important entre les vitesses mesurées, sans doute attribuable en grande partie à la dispersion notée précédemment sur notre matériau. Les cinétiques déterminées sont récapitulées dans le Tableau 5.3.

	26 MPa	78 MPa	130 MPa	182 MPa
850 °C	✗	✗	✗	7,62.10 ⁻¹¹
900 °C	✗	✗	8,89.10 ⁻¹⁰	5,74.10 ⁻⁹
950 °C	✗	1,90.10 ⁻⁹	9,10.10 ⁻⁹	3,90.10 ⁻⁸
1000 °C	7,95.10 ⁻¹⁰	1,36.10 ⁻⁸ 1,63.10 ⁻⁸	1,45.10 ⁻⁷ 9,68.10 ⁻⁸	5,85.10 ⁻⁷
1050 °C	2,87.10 ⁻⁹	2,36.10 ⁻⁷	1,16.10 ⁻⁶	✗

Tableau 5.3 – Cinétiques de fluage stationnaire en traction (s⁻¹)

Une loi de type Norton associée à un terme d'Arrhenius sont couramment utilisées afin d'évaluer la dépendance de la vitesse de déformation viscoplastique ($\dot{\epsilon}^{vp}$) à la contrainte et à la température d'essai :

$$\dot{\epsilon}^{vp} = A\sigma^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (5-1)$$

Trois termes sont à identifier : Q (J.mol⁻¹) l'énergie d'activation du phénomène limitant, n l'exposant de dépendance à la contrainte et A (MPa⁻ⁿ.s⁻¹) le coefficient multiplicateur.

Naumenko et Altenbach ont recensé différentes lois disponibles dans la littérature [45]. Celles-ci proposent différentes formes de dépendance à la contrainte, l'influence de la température étant toujours obtenue par l'intermédiaire d'un terme d'Arrhenius (Tableau 5.4).

Soderberg	$\dot{\epsilon}^{vp} = b \left(\exp\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right) - 1 \right) \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$
Prandtl	$\dot{\epsilon}^{vp} = a \sinh\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right) \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$
Johnson <i>et al.</i>	$\dot{\epsilon}^{vp} = (a_1\sigma^{n_1} + a_2\sigma^{n_2}) \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$
Garofalo	$\dot{\epsilon}^{vp} = a \left(\sinh\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right) \right)^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$

Tableau 5.4 – Exemples de lois de fluage stationnaire [45]

Il faut noter que ces lois sont purement phénoménologiques (ne visent qu'à décrire mathématiquement la courbe de comportement) et ne dérivent en aucun cas de mécanismes physiques gouvernant le fluage des matériaux.

Dans un premier temps, une analyse par la loi la plus classique (5-1) a été réalisée. Les vitesses ont donc été tracées dans le plan $(\ln(\sigma), \ln(\dot{\epsilon}))$ et sont illustrées Figure 5.3.

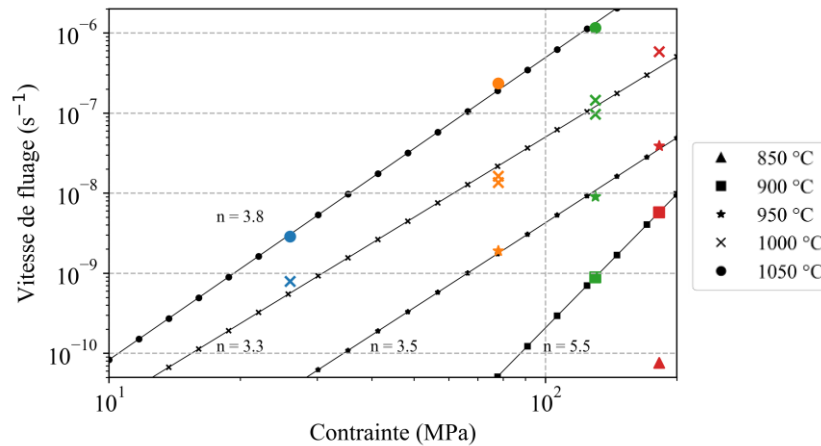


Figure 5.3 – Vérification de la pertinence d’une loi de Norton pour décrire la dépendance à la contrainte de la vitesse de fluage

Les points s’organisent bien selon des droites. Une loi de type Norton, avec une dépendance de la vitesse de déformation à la contrainte par une loi puissance semble donc adaptée à la description du fluage stationnaire de notre composite. Par ailleurs, les valeurs déterminées pour l’exposant de contrainte (pentes des droites) sont proches. Seule la droite correspondant aux plus faibles valeurs de vitesses de déformation s’écarte des autres : rappelons que l’incertitude de mesure est, dans ce cas, plus forte et que la définition d’un régime stationnaire devient très délicate.

En reportant les vitesses de fluage dans un plan $(1/T, \ln(\dot{\epsilon}))$, l’adéquation d’un terme d’Arrhenius pour décrire la dépendance à la température observée expérimentalement peut être vérifiée (Figure 5.4).

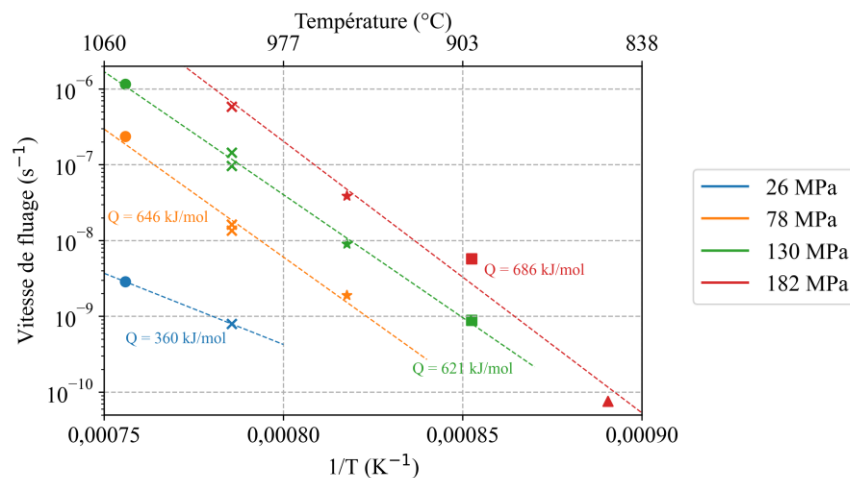


Figure 5.4 – Vérification de la pertinence d’un terme d’Arrhenius pour décrire la dépendance à la température de la vitesse de fluage

Eu égard à la variabilité du matériau, les trois valeurs d'énergie d'activation déterminées pour les contraintes comprises entre 78 et 182 MPa peuvent être considérées comme identiques. A l'opposé, pour les mêmes raisons qu'invoquées précédemment pour l'analyse en contraintes, les faibles cinétiques et les deux seuls essais réalisés à 26 MPa ne permettent pas d'accorder une grande confiance à l'énergie d'activation associée.

Les énergies d'activation et les exposants de contraintes déterminés sont proches. Par conséquent, un unique jeu de coefficient a été identifié à partir de l'ensemble des essais réalisés. Nous avons donc choisi d'identifier simultanément les trois coefficients sur l'ensemble des essais en utilisant une méthode simplifiée. En prenant le logarithme de l'expression (5-1), celle-ci se réécrit :

$$\log(\dot{\epsilon}^{vp}) = \log(A) + n \log(\sigma) - \frac{Q}{RT} \quad (5-2)$$

L'erreur quadratique moyenne entre les valeurs expérimentales et la loi choisie (Equation (5-1)) peut alors être définie :

$$Eqm = \frac{1}{k} \sqrt{\sum_{i=1}^k \left[\log(\dot{\epsilon}_{exp}) - \left(\log(A) + n \log(\sigma_{exp}) - \frac{Q}{RT_{exp}} \right) \right]^2} \quad (5-3)$$

Un balayage des valeurs des deux coefficients à identifier (n et Q) permet de déterminer pour chaque couple la qualité de l'identification par le calcul de l'erreur quadratique moyenne. Le terme $\log(A)$ est obtenu par minimisation de l'erreur selon la relation (5-4).

$$\frac{\partial Eqm}{\partial \log(A)} = 0 \rightarrow \log(A) = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^k \left(\log(\dot{\epsilon}_{exp}) - n \log(\sigma) + \frac{Q}{RT} \right) \quad (5-4)$$

Cela permet alors de tracer en 2D l'erreur quadratique moyenne (Figure 5.5) :

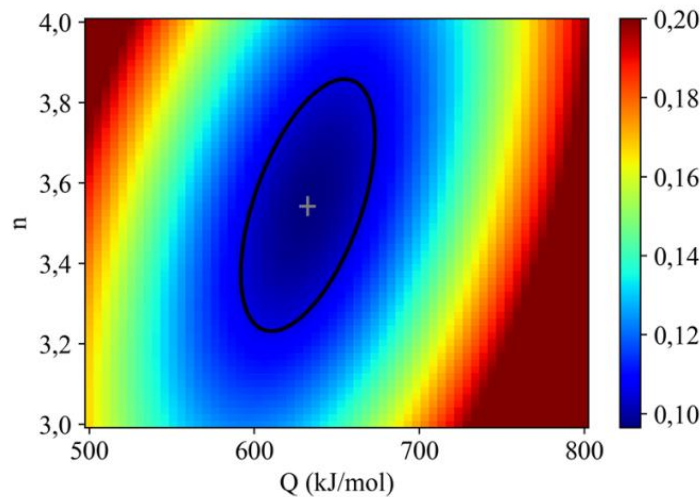


Figure 5.5 – Erreur quadratique moyenne en fonction et Q et n

Les valeurs numériques des trois coefficients de la loi de Norton sont alors identifiées : $n = 3,5$, $Q = 632 \text{ kJ.mol}^{-1}$ et $A = 36.10^{10}$. Il est alors possible de confronter les vitesses calculées par cette loi aux données expérimentales dont elles sont issues (Figure 5.6).

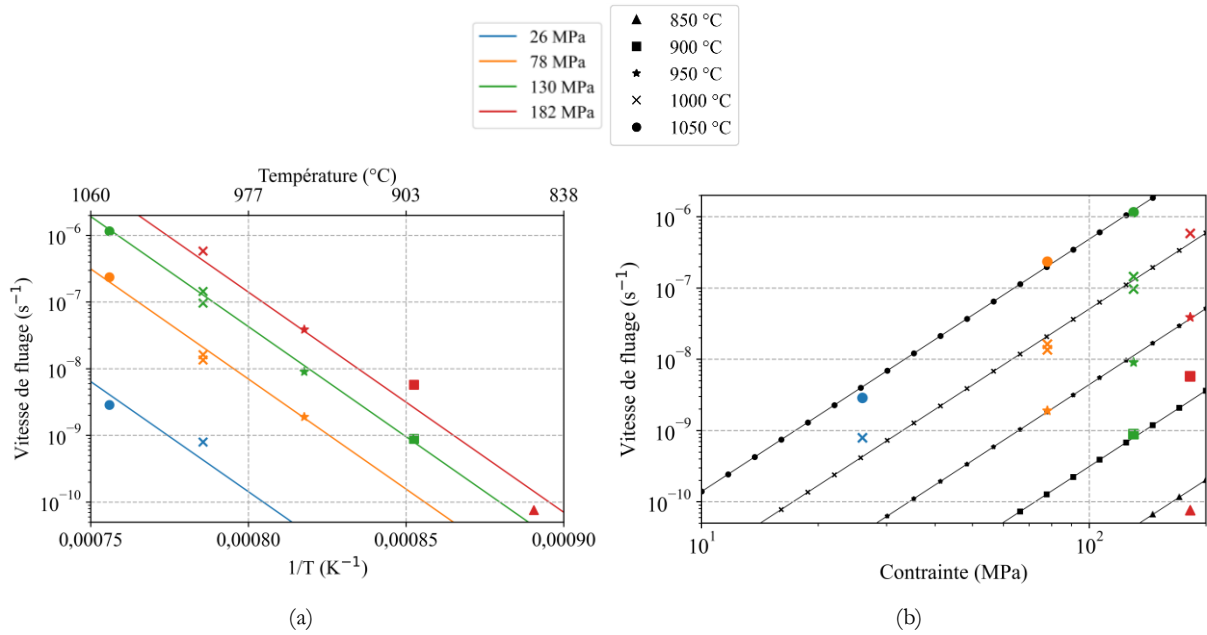


Figure 5.6 – Confrontation de la vitesse de fluage calculée aux données expérimentales

La loi proposée, la plus simple de la littérature combinant une loi de Norton et un terme d'Arrhenius, représente très correctement le fluage stationnaire du matériau étudié. Parmi les lois présentées dans le Tableau 5.4, certaines, comme celle de de Johnson *et al.*, introduisent des paramètres supplémentaires et ne semblent donc pas plus pertinentes. Par acquis de conscience, la loi de Prandtl a été identifiée suivant une procédure analogue à celle utilisée pour la loi de Norton, présentée précédemment. La confrontation entre la loi optimisée et les résultats expérimentaux est illustrée par la Figure 5.7.

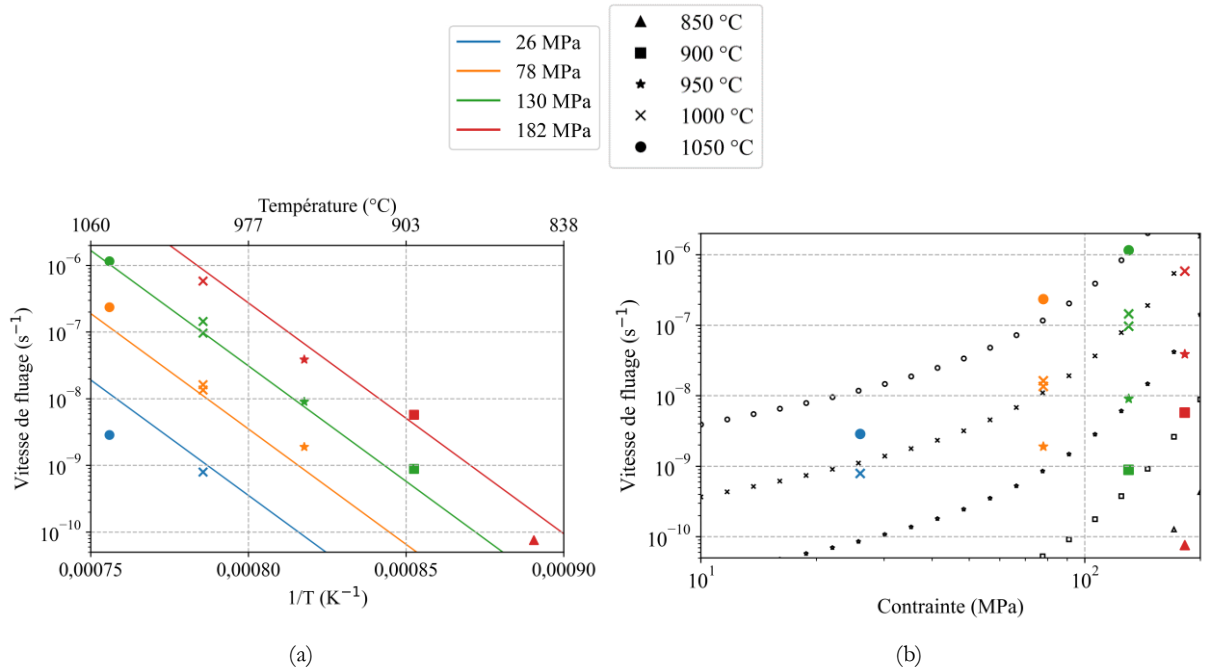


Figure 5.7 – Identification de la vitesse de fluage par la loi de Prandtl

Afin de comparer les identifications obtenues, un graphique de dispersion a été utilisé. Cette méthode consiste à tracer la vitesse calculée par la loi en fonction de la vitesse expérimentale qu'elle est censée décrire (Figure 5.8). Plus la loi est adaptée, plus les points doivent se retrouver proches d'une droite de pente 1. La répartition très proche des points par rapport à la droite prouve que les deux lois utilisées décrivent de manière satisfaisante les résultats expérimentaux, avec des coefficients de corrélation proches de 1. La loi de Prandtl n'améliorant pas la qualité de l'identification et produisant même un coefficient de corrélation légèrement inférieur, la loi de Norton a été préférée.

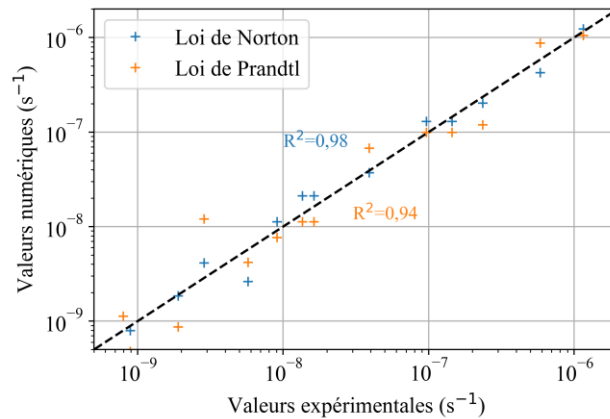


Figure 5.8 – Graphique de dispersion

L'utilisation de la loi de fluage permet d'évaluer la sensibilité de la vitesse de déformation à la température : un écart de 1% sur la température mesurée conduit à une modification de 60% de la vitesse de fluage stationnaire, ce qui traduit une très forte dépendance à la température. La dépendance à la contrainte est plus limitée : une variation de 10% de la contrainte appliquée provoque une différence de 40% sur la cinétique de fluage.

Afin d'analyser ces résultats et d'y conférer une interprétation plus physique, nous les avons comparés à des résultats obtenus sur des fibres seules. V. H. Hammond et D. M. Elzey ont réalisé des essais sur torons à 1000 et 1100 °C pour des contraintes entre 100 et 800 MPa : leurs résultats sont résumés dans la Figure 5.9.

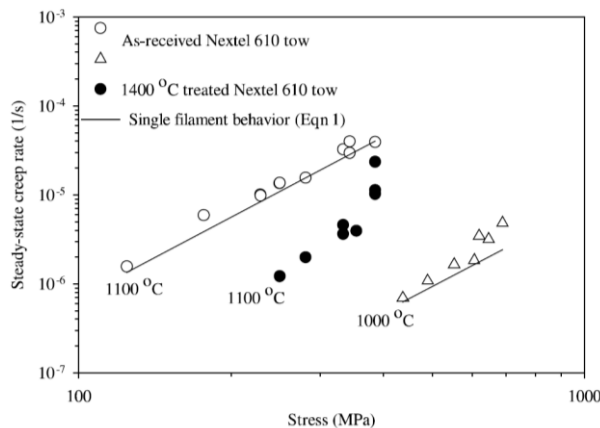


Figure 5.9 – Cinétiques de fluage de torons de fibres N610 et comparaison au comportement observé sur monofilaments [55]

La méthode d'identification précédente a été appliquée à leurs résultats et a permis de calculer, sur les torons, les valeurs de coefficients suivantes : $n = 3$, $Q = 632 \text{ kJ.mol}^{-1}$ et $A = 89.10^{10}$. L'exposant de contrainte et l'énergie d'activation sont très proches de celles déterminées sur le composite. Le fluage semble donc essentiellement piloté par les fibres. Étude du fluage sous chargement variable

En conditions réelles, le chargement appliqué au matériau est généralement anisotherme et/ou à contrainte variable. L'effet d'une diminution importante de la charge appliquée en cours d'essai dénommé « dip-test » a été évalué en traction. Deux réponses différentes sont couramment observées. Dans le premier cas, le fluage se poursuit dans le sens imposé par la contrainte mais la vitesse de fluage décroît dès la diminution de la contrainte. Par exemple, dans le cas d'un matériau possédant un exposant de contrainte égal à un, diviser par deux la contrainte conduit à une cinétique de fluage divisée par deux. Au contraire, le matériau peut exhiber momentanément une déformation opposée à la contrainte appliquée avant de reprendre un régime de fluage dans le sens de la contrainte appliquée, à une vitesse plus faible [113], [114].

Un premier essai de dip-test a été réalisé à 950 °C (Figure 5.10 (a)). Une contrainte de 182 MPa a été appliquée. Après 45h, la contrainte a été brutalement abaissée à 78 MPa.

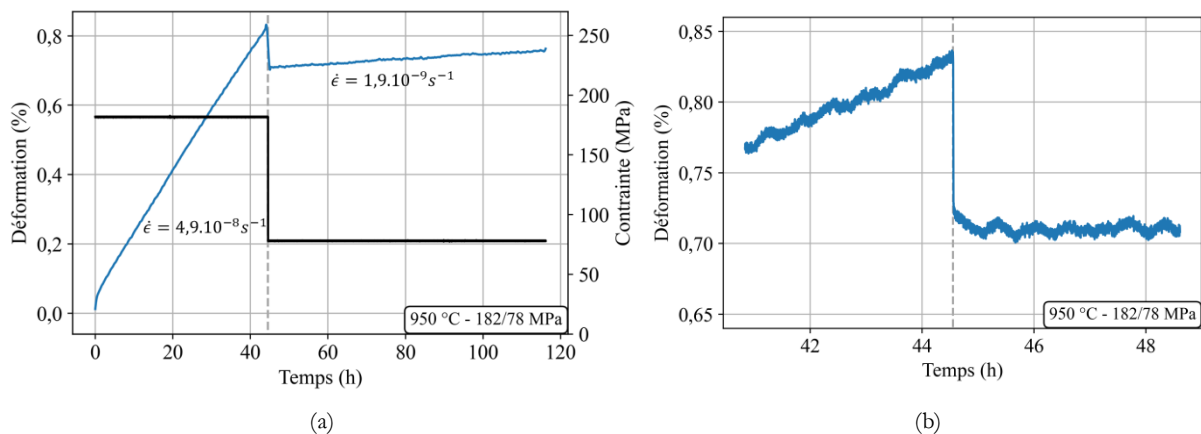


Figure 5.10 – Dip-test à 950 °C, passage de 182 à 78 MPa (a) et zoom autour du changement de contrainte (b)

Les cinétiques de fluage mesurées dans les deux domaines de fluage stationnaire sont en accord avec les cinétiques prévues par la loi (5-1) identifiée précédemment (respectivement $3,0.10^{-8} s^{-1}$ à 182 MPa et $1,5.10^{-9} s^{-1}$ à 78 MPa). Nous retrouvons ici la dispersion matériau notée dans le Tableau 5.3.

Sur un agrandissement réalisé autour du changement de contrainte (Figure 5.10 (b)) on peut remarquer une très faible inflexion au niveau du changement de contrainte suivie d'une reprise rapide de la déformation. Enfin, lors de la décharge, une rigidité de 104 GPa est mesurée. Cette valeur est en bon accord avec les mesures réalisées sur les essais incrémentaux du Chapitre 3.

Un second essai de dip-test a été réalisé à 1000 °C sous une contrainte de 130 brusquement abaissée à 26 MPa est représenté par la Figure 5.11 (a).

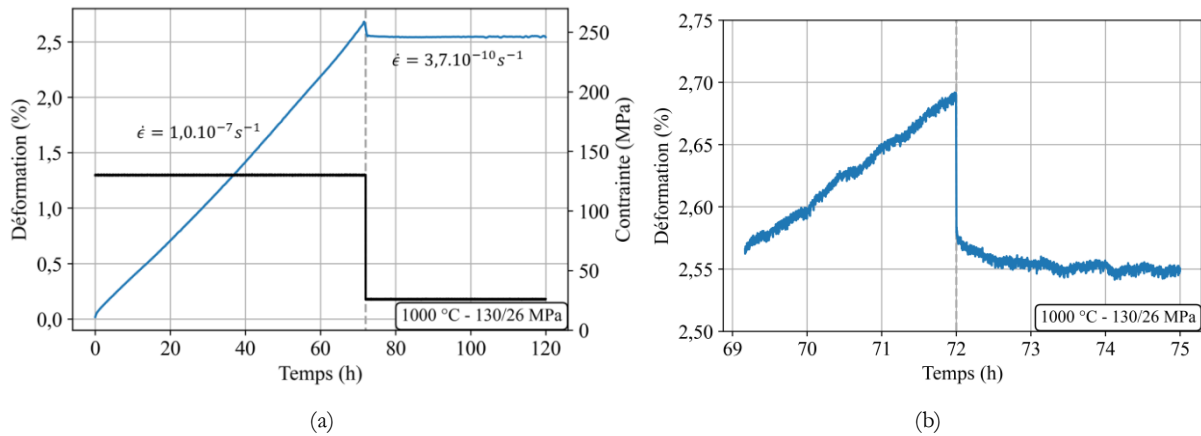


Figure 5.11 – Dip-test à 1000 °C, passage de 130 à 26 MPa (a) et zoom autour du changement de contrainte (b)

Comme pour le premier essai, les cinétiques mesurées sur les deux parties sont comparables à celles calculées ($1,1 \cdot 10^{-7}$ et $3,8 \cdot 10^{-10} \text{ s}^{-1}$). Le zoom (Figure 5.11 (b)) révèle également une très faible courbure.

Le matériau étudié est relativement complexe : il est constitué d'une matrice poreuse, hors-équilibre thermodynamique dans les conditions d'essais, renforcée par des fibres longues possédant une microstructure très fine. Il est d'autant plus étonnant que son comportement visqueux soit aussi simple : après un court stade primaire, le fluage stationnaire s'installe. Lors d'une modification de la sollicitation, le régime transitoire est aussi très court. L'utilisation de la loi (5-1) semble *a priori* suffisante pour décrire le comportement visqueux du matériau. Elle a donc conduit à une première modélisation du fluage. A chaque pas de temps, la déformation élastique et l'incrément de déformation viscoplastique sont calculés. La déformation totale peut alors être tracée en fonction du temps.

Quelques essais ont été simulés afin d'être comparés aux résultats expérimentaux (Figure 5.12).

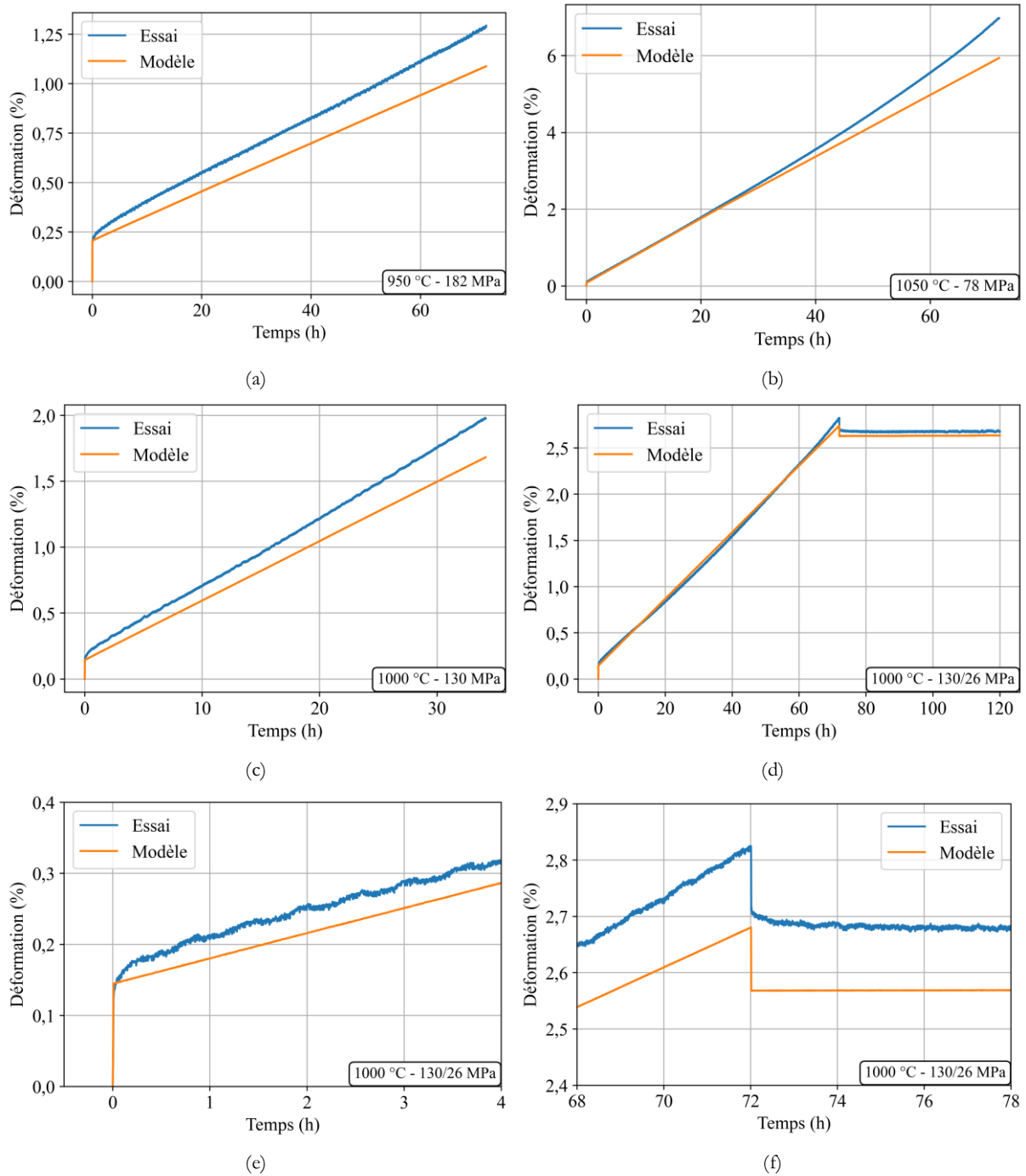


Figure 5.12 – Comparaison essai/calculs de quelques essais (a-d) et zooms sur l'essai de dip-test (e-f)

Sur les trois premiers essais (a-b-c), un écart entre les déformations expérimentale et numérique est observé après la mise en charge et est conservé durant la totalité de l'essai. Le même constat est fait sur le dip-test (d). On remarque bien ces écarts sur les zooms réalisés au moment de la mise en charge mais aussi au moment du changement de contrainte (e-f).

Le fluage en régime stationnaire est donc bien représenté et cette description très simple suffit pour une analyse matériau du comportement. Cela confirme donc l'intérêt de la loi de Norton associée à un terme d'Arrhenius pour la description du fluage de ce matériau.

Dans le cas de sollicitations plus complexes il est possible que cette description devienne insuffisante. C'est pourquoi nous avons développé une loi prenant en compte le fluage transitoire du matériau.

5.4 Proposition d'une loi de comportement en traction

Des lois de fluage visqueux sont disponibles dans la littérature (par exemple [71], [115], [116]), mais nous proposons ici une méthode plus simple numériquement. Elle repose sur la loi de Norton-Arrhenius identifiée précédemment : le fluage stationnaire est donc intrinsèquement déjà bien représenté. Un terme viscoélastique y est associé de façon à traduire les stades transitoires observés lors de la variation de contraintes.

5.4.1 Expression de la loi

Le modèle de fluage s'inscrit dans le cadre classique de la thermodynamique des milieux continus. Ainsi, le potentiel thermodynamique d'Helmholtz (Ψ) est écrit sous la forme :

$$\Psi = \frac{1}{2\rho} [(\varepsilon - \varepsilon^v - \varepsilon^{th}).E^0(T).(\varepsilon - \varepsilon^v - \varepsilon^{th}) + \xi.E^R(T).\xi] \quad (5-5)$$

avec ρ la masse volumique, ε la déformation totale, ε^v et ξ les variables internes représentant respectivement la déformation visqueuse et le mécanisme d'écrouissage, E^0 le module d'Young et E^R le module visqueux.

La définition des deux rigidités E^0 et E^R permet de définir une évolution différente des mécanismes élastiques et visqueux. Pour rappel, comme défini dans le Chapitre 3, le module d'Young dépend de la température par la relation :

$$E(T) = \frac{E_0}{1 + \exp\left(\frac{(T - T_s)}{a}\right)} \quad (5-6)$$

avec E_0 valeur de le module d'Young quand $T \rightarrow 0^\circ\text{K}$.

La déformation thermique s'exprime :

$$\varepsilon^{th} = \alpha(T).(T - T^0) \quad (5-7)$$

Les forces thermodynamiques associées aux variables d'état sont déduites du potentiel :

$$\begin{aligned} \sigma &= \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \varepsilon} = E^0(T).(\varepsilon - \varepsilon^v - \varepsilon^{th}) \\ \sigma^v &= \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \varepsilon^v} = E^0(T).(\varepsilon^v + \varepsilon^{th} - \varepsilon) = -\sigma \\ \chi &= \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \xi} = E^R.\xi \end{aligned} \quad (5-8)$$

Les lois d'évolution des variables internes sont définies de la manière suivante :

$$\begin{aligned} \dot{\xi} &= \frac{1}{\tau} (g(\sigma).S^R.\sigma - \xi) \\ \dot{\varepsilon}_v &= g(\sigma).\dot{\xi} + a(T).f(\xi).S^R.\sigma \end{aligned} \quad (5-9)$$

avec τ le temps caractéristique du mécanisme visqueux ξ (voir Figure 5.13) et $S^R = 1/E^R$.

L'admissibilité thermodynamique se vérifie avec l'inégalité de Clausius-Duhem :

$$\left(\sigma - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \varepsilon}\right) - \sigma^v \cdot \dot{\varepsilon}^v - \chi \cdot \dot{\xi} \geq 0 \quad (5-10)$$

En reprenant les équations (5-8), l'inégalité se réécrit :

$$\sigma \cdot \dot{\varepsilon}^v - \xi \cdot E^R \cdot \dot{\xi} \geq 0 \quad (5-11)$$

De même, en introduisant les lois d'évolution de la relation (5-9), l'équation précédente devient alors :

$$\begin{aligned} \sigma \cdot \dot{\varepsilon}^v - \xi \cdot E^R \cdot \dot{\xi} &= \sigma \cdot (g(\sigma) \cdot \dot{\xi} + a(T) \cdot f(\xi) \cdot S^R \cdot \sigma) - \xi \cdot E^R \cdot \dot{\xi} \\ &= a(T) \cdot f(\xi) \cdot \sigma \cdot S^R \cdot \sigma + (g(\sigma) \cdot \sigma - E^R \cdot \xi) \cdot \dot{\xi} \\ &= a(T) \cdot f(\xi) \cdot \sigma \cdot S^R \cdot \sigma + (g(\sigma) \cdot S^R \cdot \sigma - \xi) \cdot E^R \cdot \dot{\xi} \\ &= a(T) \cdot f(\xi) \cdot \sigma \cdot S^R \cdot \sigma + \tau \cdot \dot{\xi} \cdot E^R \cdot \xi \geq 0 \end{aligned} \quad (5-12)$$

En choisissant les scalaires a , $f(\xi)$ et τ positifs et les tenseurs S^R et E^R comme définis positifs, l'inégalité de Clausius est vérifiée.

Les formes suivantes sont alors proposées pour les fonctions $g(\sigma)$ et $f(\xi)$:

$$\begin{aligned} g(\sigma) &= 1 + \gamma \cdot (\sigma \cdot S^R \cdot \sigma)^{p_1} \\ f(\xi) &= (\xi \cdot E^R \cdot \xi)^{p_2} \end{aligned} \quad (5-13)$$

Avec γ et p_1 les paramètres de non-linéarité de la viscoélasticité. En particulier, si $\gamma = 0$ on se trouve dans le cas d'une viscoélasticité linéaire. Le paramètre p_2 permet de compléter la non-linéarité du fluage primaire pour retrouver l'exposant n de la loi de Norton durant le fluage secondaire.

Dans le but de garder un modèle simple, la viscoélasticité est supposée linéaire, soit $\gamma = 0$ et donc $g(\sigma) = 1$. La rigidité visqueuse (E^R) est considérée indépendante de la température.

L'évolution des variables internes se réécrit donc :

$$\begin{aligned} \dot{\varepsilon}^v &= \dot{\xi} + a(T) \cdot f(\xi) \cdot S^R \cdot \sigma \\ \dot{\xi} &= \frac{1}{\tau} (S^R \cdot \sigma - \xi) \\ f(\xi) &= (\xi \cdot E^R \cdot \xi)^{p_2} \end{aligned} \quad (5-14)$$

En remarquant que, dans le cas viscoélastique linéaire en régime établi, ξ tend vers $S^R \cdot \sigma$, la vitesse déformation visqueuse s'exprime :

$$\dot{\varepsilon}^v = a(T) \cdot (\sigma \cdot S^R \cdot \sigma)^{p_2} \cdot S^R \cdot \sigma \quad (5-15)$$

La loi de Norton est retrouvée à condition que l'égalité suivante soit respectée :

$$\dot{\varepsilon}^v = a(T) \cdot (\sigma \cdot S^R \cdot \sigma)^{p_2} \cdot S^R \cdot \sigma = A \sigma^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (5-16)$$

soit :

$$\begin{cases} 2p_2 + 1 = n \\ a(T) \left(\frac{1}{\beta}\right)^{p_2+1} = A \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \end{cases} \quad (5-17)$$

Pour que la vitesse déformation viscoplastique réponde à la loi de Norton préalablement identifiée (§5.3.1), les conditions suivantes sont imposées :

$$p_2 = \frac{n-1}{2} \quad (5-18)$$

$$a(T) = A \beta^{p_2+1} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$$

Il reste alors deux paramètres à identifier : le temps caractéristique τ et le module visqueux E^R .

La formulation complète du modèle est finalement donnée par les équations (5-19) :

$$\begin{aligned} \sigma &= E^0(T) : (\varepsilon - \varepsilon^v - \varepsilon^{th}) \\ \dot{\varepsilon}^v &= \dot{\xi} + a(T) \cdot f(\xi) \cdot S^R \cdot \sigma \\ \dot{\xi} &= \frac{1}{\tau} (S^R : \sigma - \xi) \\ f(\xi) &= (\xi \cdot E^R \cdot \xi)^{p_2} \end{aligned} \quad (5-19)$$

La vitesse de déformation visqueuse ($\dot{\varepsilon}_v$) provient de deux contributions (Figure 5.13).

La première contribution est liée à un phénomène viscoélastique dont le formalisme a notamment été introduit par Maire [117] et Schieffer [118] pour décrire le comportement visqueux des stratifiés CMO ou Marcin [42] dans les modèles ODM. La forme retenue pour ce terme visqueux permet d'atteindre un palier de déformation pour un temps à peu près égal à trois fois le temps caractéristique τ .

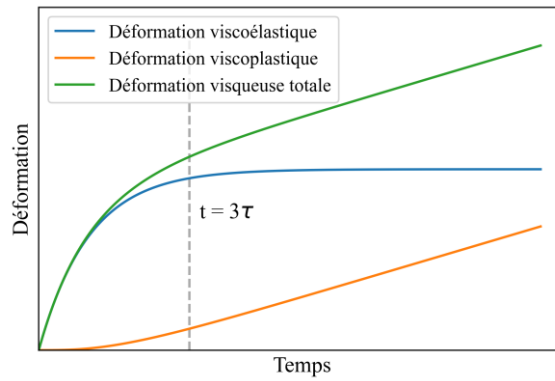


Figure 5.13 – Décomposition de la déformation visqueuse

Le deuxième terme témoigne des phénomènes viscoplastiques et, dans nos conditions, permet de retrouver sous sollicitation uniaxiale et en régime établi une déformation à vitesse constante égale à celle prévue par la loi de Norton.

5.4.2 Implémentation du modèle

A chaque instant, la contrainte et la température sont imposées. La déformation thermique est calculée (5-7) et le tenseur des rigidités est mis à jour (5-6). Le terme d'écrouissage est ensuite déterminé. La réécriture de l'expression de $\dot{\xi}$ sous une forme incrémentale permet un calcul immédiat. En effet, en écrivant l'écrouissage à l'incrément i sous la forme : $\xi_i = \xi_{i-1} + d\xi$, l'équation (5-14) devient :

$$\dot{\xi} = \frac{d\xi}{dt} = \frac{1}{\tau} (S^R \cdot \sigma - (\xi_{i-1} + d\xi)) \quad (5-20)$$

Cette dernière expression se réécrit :

$$\frac{d\xi}{dt} + \frac{d\xi}{\tau} = \frac{1}{\tau} (S^R \cdot \sigma - \xi_{i-1}) \rightarrow d\xi = \frac{dt}{dt+\tau} (S^R \cdot \sigma - \xi_{i-1}) \quad (5-21)$$

Soit finalement :

$$\xi_i = \xi_{i-1} + d\xi = \xi_{i-1} + \frac{dt}{dt + \tau} (S^R \cdot \sigma - \xi_{i-1}) \quad (5-22)$$

De la même façon, l'incrément de déformation visqueuse est obtenu en modifiant l'expression (5-14) :

$$d\varepsilon^v = d\xi + a(T) \cdot f(\xi) \cdot S^R \cdot \sigma$$

$$f(\xi) = (\xi \cdot C^R \cdot \xi)^{p_2} \quad (5-23)$$

L'implémentation de la loi est schématisée Figure 5.14.

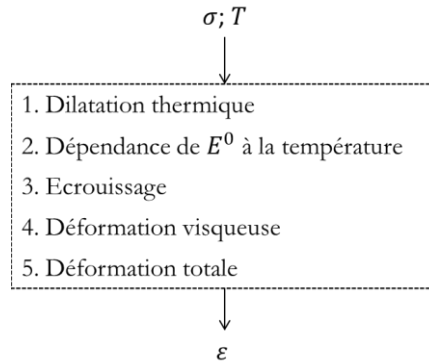


Figure 5.14 – Schéma de résolution de la loi de comportement

L'influence sur le comportement des deux paramètres à identifier est illustrée par la Figure 5.15. Le premier, τ , permet de jouer sur le temps de mise en place du fluage secondaire, alors que le module visqueux E^R permet règle le palier de saturation de la courbe bleue de la Figure 5.13. Ainsi, le rôle de E^R est donc de régler le niveau de déformation avant l'atteinte du stade de fluage secondaire. Ces deux paramètres n'ont pas d'effet sur la vitesse de fluage stationnaire, gouvernée par la loi de Norton précédemment identifiée.

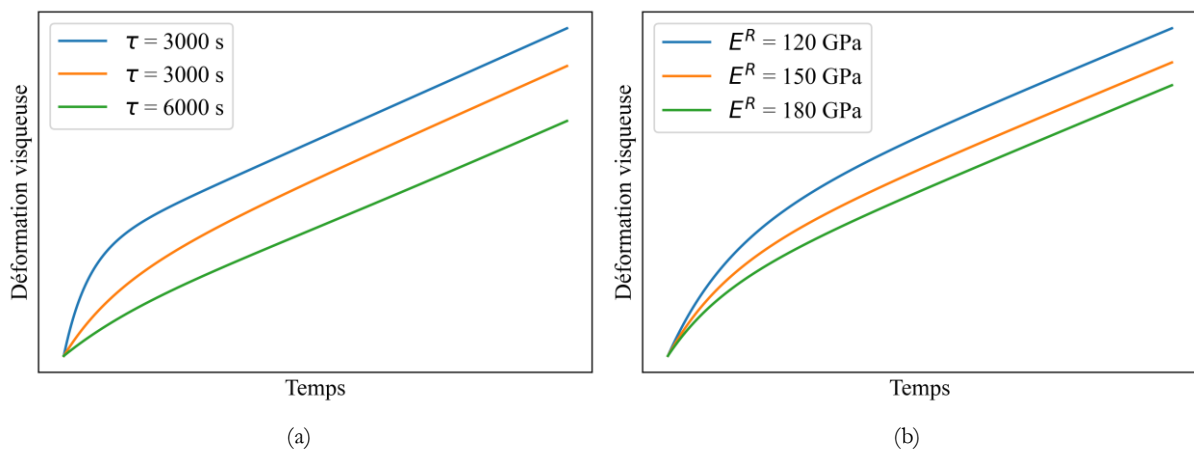


Figure 5.15 – Influence de τ (a) et E^R (b) sur la déformation visqueuse

5.4.3 Identification de la loi

L'algorithme évolutionnaire CMA-ES présenté dans le Chapitre 4 a été utilisé pour identifier les deux paramètres manquants. L'ensemble des essais réalisés a été utilisé pour trouver le meilleur compromis sur les valeurs des deux paramètres. Un temps caractéristique de 1010 s et un module visqueux de 196 GPa ont été déterminés. Quelques résultats d'essais ont été comparés aux deux lois proposées (Figure 5.16). Le terme viscoélastique permet de corriger l'écart permanent observé entre les courbes expérimentales et le premier modèle purement viscoplastique proposé dans le §0.

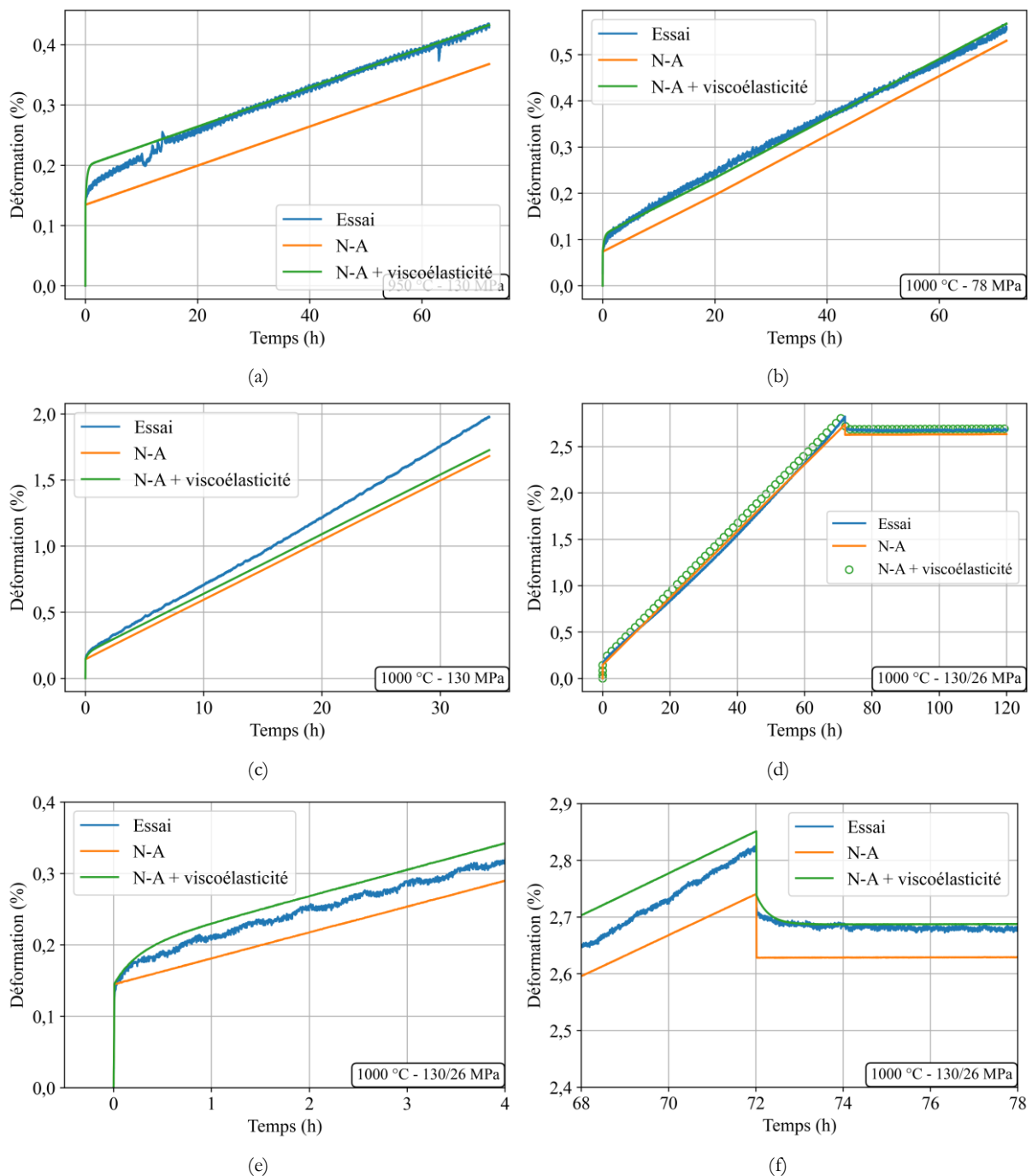


Figure 5.16 – Comparaison des deux lois : Norton-Arrhenius (N-A) et Norton-Arrhenius complété d'un terme de viscoélasticité.

5.5 Analyse du fluage en flexion

Le fluage stationnaire en traction obéit à une loi de Norton d'exposant de contrainte 3,5. Lors d'essais de flexion, une redistribution de la contrainte dans l'épaisseur du matériau va donc avoir lieu. Dans un premier temps, les relations analytiques issues de la littérature permettent de réfléchir sur l'analyse de ces essais. Le potentiel d'un modèle reposant sur la CLT comme cela a été réalisé dans le Chapitre 4 est ensuite évalué. Un travail sur l'analyse des essais de flexion est réalisé à l'aide de données issues de la littérature.

5.5.1 Analyse du fluage stationnaire en flexion

A priori, le comportement en compression peut être différent de celui en traction. En effet, R. S. Hay *et al.* ont prouvé qu'en traction, une fraction de la déformation pouvait être générée par la cavitation [52]. Un effet de structure du tissage peut également être envisagé. Enfin, l'influence de la densification de la matrice n'est pas claire en traction puisque deux mécanismes s'opposent. La contrainte appliquée tend à étirer la matrice mais, en même temps, la température élevée tend à la densifier, donc à la contracter. En compression, les deux mécanismes s'accordent pour provoquer une augmentation de la déformation. Cette différence peut donc contribuer à une dissymétrie de comportement. Cet effet a d'ailleurs été observé par P. R. Jackson *et al.* [21] et par M. B. Ruggles-Wrenn et N. R. Szymczak [119] sur des composites oxyde/oxyde.

Comme illustré par la Figure 5.2, un état stationnaire est atteint lors des essais de fluage en flexion, dans lequel la structure dans son ensemble se déforme à vitesse constante. La loi de Norton-Arrhenius peut donc être réécrite de manière macroscopique :

$$\dot{f} = AP^{n_f} \exp\left(-\frac{Q_f}{RT}\right) \quad (5-24)$$

où P est la force appliquée et \dot{f} la dérivée de la flèche.

La dérivée de la flèche en fonction de la température est tracée dans la Figure 5.17. Un terme d'Arrhenius décrit bien la dépendance de la vitesse de fluage à la température.

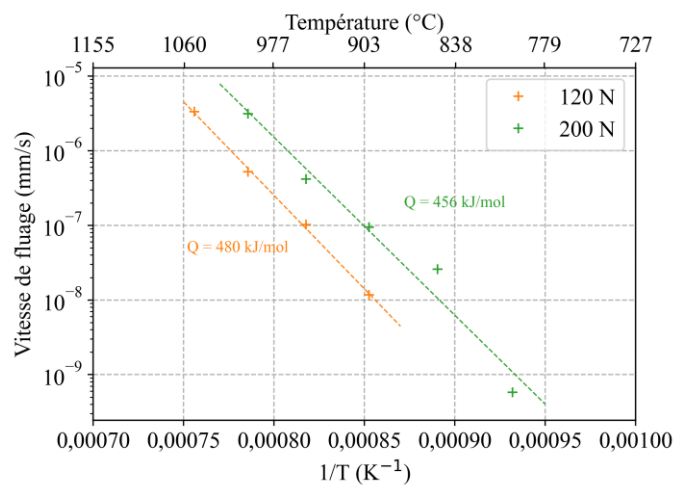


Figure 5.17 – Vitesse de prise de flèche en fonction de la température

L'identification simultanée sur l'ensemble des essais décrite dans le §5.3.1 permet de déterminer un unique triplet de coefficients. Cette identification, bien que biaisée par un effet de structure, conduit à la détermination d'un exposant de contrainte n égal à 3,6, donc très proche de celui identifié par des essais en traction simple.

Dans le but de déterminer la loi de compression par méthode inverse, une intégration de la loi dans un code de calcul par éléments finis pourrait être réalisée. Cela demanderait de revoir son implémentation et de coupler le calcul par éléments finis à un solveur type Newton-Raphson. De manière itérative, l'algorithme permettrait alors de déterminer les jeux de paramètres de la loi de Norton en compression permettant de rendre compte de la prise de flèche expérimentale.

5.5.2 Étude de l'effet de la non-linéarité du comportement

La continuité du milieu impose que la déformation soit proportionnelle à la distance à la ligne neutre. Un comportement non linéaire tel qu'une loi de fluage avec un exposant de contrainte supérieur à un va impliquer une redistribution des contraintes initialement linéaire dans l'épaisseur de l'éprouvette. Une première méthode proposée par D. J. Lee [120] pour analyser ses essais de flexion en fluage en fonction du comportement en traction a consisté à négliger le fluage en compression. Il a réalisé cette étude sur différents matériaux : SiC, Al_2O_3/SiC , Mullite... Cette hypothèse semble trop forte pour être pertinente sur les composites oxyde/oxyde. A l'opposé, il est aussi possible de supposer un comportement symétrique en traction et en compression comme il est fait généralement pour un milieu continu en théorie des poutres [121]. Pour un matériau qui suit une loi de Norton d'exposant de contrainte n , symétrique en traction et en compression, une redistribution de la contrainte des contraintes dans l'épaisseur du matériau pendant l'essai est observée. H. Timoshenko propose une expression pour la contrainte maximale dans le matériau après la redistribution des contraintes (σ_{max}^{Tim}) en fonction de la contrainte élastique initialement appliquée (σ_{max}^{el}) :

$$\sigma_{max}^{Tim} = \frac{2n + 1}{3n} \sigma_{max}^{el} \quad (5-25)$$

Pour un matériau caractérisé par une loi de fluage de Norton dont l'exposant de contrainte est égal à l'unité, la distribution des contraintes dans l'épaisseur (donc la contrainte maximale) est conservée. Pour une valeur de $n > 1$, le fluage tend à uniformiser les contraintes au sein de l'éprouvette : si $n = 3,5$, la fibre la plus tendue voit la contrainte diminuer de 24% après redistribution totale.

G.W. Hollenberg *et al.* [122] ont proposé une méthode de calcul des contraintes et des déformations pour une éprouvette sollicitée en flexion 4 points en reprenant les hypothèses précédentes. Ils définissent notamment une expression de la contrainte en fonction de la distance à la ligne neutre :

$$\sigma(z) = \frac{\frac{1}{z^n} (2n + 1) (L - l) P}{n \frac{2}{2b \left(\frac{h}{2}\right)^{\frac{2n+1}{n}}} } \quad (5-26)$$

avec L et l les entraxes respectifs entre les rouleaux externes et internes, $2P$ le chargement appliqué, h l'épaisseur de l'éprouvette et b sa largeur.

Cette distribution de contrainte permet de retrouver à la surface (pour $z = h/2$) l'expression de la contrainte maximale prévue par Timoshenko.

L'expression (5-26) a été appliquée à la géométrie étudiée dans ces travaux et à un matériau au fluage symétrique répondant à une loi de Norton d'exposant de contrainte 3,5. Le résultat obtenu est comparé à la distribution initiale linéaire en élasticité (Figure 5.18).

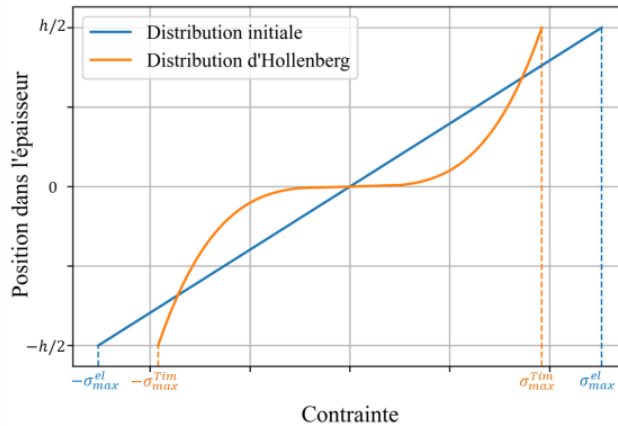


Figure 5.18 – Distributions de contrainte à $t=0$ et $t=+\infty$ dans l'épaisseur pendant un essai de fluage pour un fluage de type Norton d'exposant 3,5

La distribution reste symétrique et la contrainte tend à s'homogénéiser dans le matériau. Les auteurs [122] proposent aussi une expression de la déformation en fonction de la flèche sous les appuis pendant le régime stationnaire :

$$\varepsilon = \frac{2h(n + 2)}{(L - l)(L + l(n + 1))} f_a \quad (5-27)$$

où n est l'exposant de contrainte de la loi de Norton, l et L les entraxes intérieurs et extérieurs, e l'épaisseur de l'éprouvette et f_a la flèche mesurée entre appuis.

Pour $n = 1$, l'expression précédente est réduite à la relation définie en élasticité, soit :

$$\varepsilon = \frac{6h}{(L - l)(L + 2l)} f_a \quad (5-28)$$

Pour la loi de Norton du matériau ($n = 3, 5$) et la géométrie étudiés, utiliser l'équation définie dans le cadre de l'élasticité (5-28) conduit à une sous-estimation de la déformation d'un facteur 2,2. Même avec l'hypothèse d'un fluage symétrique, la théorie des poutres appliquée au fluage est donc fortement mise en défaut et l'introduction de la dissymétrie du fluage est nécessaire.

5.5.3 Étude de l'effet de la dissymétrie du comportement

P. R. Jackson *et al.* [21] ainsi que M. B. Ruggles-Wrenn et N. R. Szymczak [119] ont observé une dissymétrie très significative entre traction et compression du fluage des composites oxyde/oxyde. G. Dusserre *et al.* ont observé cette dissymétrie par corrélation d'image 3D sur un

matériau réfractaire renforcé par des fibres [123], qui conduit à un déplacement de la ligne neutre vers la face en compression qui flue le plus lentement.

T.-J. Chuang a proposé une méthode numérique permettant de prendre en compte cette différence de comportement en fonction de la sollicitation [124]. Il définit une loi de Norton pour le fluage en traction (de paramètres A_t et n_t) et une seconde pour celui en compression (A_c et n_c).

Les équations d'équilibre permettent de définir une relation entre la position de la ligne neutre (h_c) et les paramètres des deux lois de Norton, ainsi que la dérivée de la courbure de l'éprouvette en fonction du temps (\dot{K}), paramètre indépendant du problème (5-29) :

$$\frac{1}{R^{n_t+1}} \cdot \dot{k}^{\frac{n_t-n_c}{n_c(n_t+1)}} \cdot \left(\frac{n_c(n_t+1)}{n_t(n_c+1)} \right)^{\frac{n_t}{n_t+1}} \cdot h_c^{\frac{n_t(n_c+1)}{n_c(n_t+1)}} + h_c = 1 \quad (5-29)$$

avec $R = A_t/A_c$, $\dot{k} = \frac{\dot{K}e}{A_c}$, $h_c = \frac{e_c}{e}$, e l'épaisseur de l'éprouvette, e_c l'épaisseur de la partie en compression dans l'éprouvette et \dot{K} la vitesse de courbure (dérivée temporelle du rayon de courbure). Cette équation nécessite une résolution numérique.

Le moment appliqué est également lié aux paramètres précédemment cités par l'équation (5-30).

$$m = \dot{k}^{\frac{1}{n_c}} \left(\frac{\dot{k}^{\frac{1}{n_t}} \frac{1}{n_c}}{R^{\frac{1}{n_t}}} \frac{n_t}{2n_t+1} (1-h_c)^{\frac{2n_t+1}{n_t}} + \frac{n_c}{2n_c+1} h_c^{\frac{2n_c+1}{n_c}} \right) \quad (5-30)$$

avec $m = \frac{M}{be^2\sigma_0}$ le moment normalisé où M est le moment appliqué, b l'épaisseur de l'éprouvette et σ_0 une contrainte arbitraire permettant de normaliser le moment.

Connaissant les deux couples de paramètres des lois de Norton, il est possible d'obtenir numériquement la position de la ligne neutre (h_c) en fonction du moment appliqué.

Les travaux de T.-J. Chuang ont notamment été appliqués par M. K. Ferber *et al.* [125]. Ces derniers ont observé le fluage en flexion de céramiques monolithiques et l'ont comparé aux données obtenues en traction et en compression. Ils obtiennent notamment un bon accord entre la vitesse de déformation expérimentale de la fibre la plus tendue en flexion et celle obtenue numériquement à partir des essais de traction et de compression. La principale raison de désaccord semble être liée à l'incapacité de prendre en compte numériquement le fluage primaire. Pour finir, dans le cas des oxyde/oxyde et plus généralement des CMC, la dissymétrie entre traction et compression intervient même en élasticité : le matériau est plus rigide en compression, sa capacité à s'endommager plus facilement en traction tendant à accentuer la dissymétrie.

5.6 Utilisation de la CLT pour l'analyse du fluage

Dans le cadre de ces travaux, un modèle analytique basé sur le principe de la CLT appliquée précédemment au modèle d'endommagement a été proposé (cf Chapitre 4). La loi de Norton en traction ayant été identifiée et des essais de flexion 4 points étant disponibles, il devenait envisageable de calculer la redistribution des contraintes, ainsi que les déformations dans l'épaisseur de l'éprouvette. L'extension en deux dimensions de la loi proposée §5.4.1 est nécessaire. Elle n'a cependant pas pu être identifiée complètement et ne peut pas être utilisée en dehors des axes des renforts. Elle est présentée en Annexe 4.

5.6.1 Implémentation de la CLT visqueuse

Pour rappel, à l'échelle du pli, la loi de comportement s'écrit :

$$\boldsymbol{\sigma} = \mathbb{Q}^0(T) : (\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^v - \boldsymbol{\varepsilon}^{th}) \quad (5-31)$$

De manière similaire à ce qui a été développé dans le Chapitre 4, celle-ci peut être réécrite sous une forme macroscopique :

$$\begin{bmatrix} \mathbf{N} \\ \mathbf{M} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \mathbf{N}^{th} \\ \mathbf{M}^{th} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \mathbf{N}^v \\ \mathbf{M}^v \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \mathbb{A} & \mathbb{B} \\ \mathbb{B} & \mathbb{D} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \boldsymbol{\varepsilon}_0 \\ \boldsymbol{\kappa} \end{bmatrix} \quad (5-32)$$

avec \mathbf{N} et \mathbf{M} les efforts imposés, $\boldsymbol{\varepsilon}_0$ et $\boldsymbol{\kappa}$ les déformations de membrane et les courbures, les matrices \mathbb{A} , \mathbb{B} et \mathbb{D} s'exprimant à l'aide de la rigidité des plis. Les efforts thermiques (\mathbf{N}^{th} et \mathbf{M}^{th}) ainsi que les efforts visqueux (\mathbf{N}^v et \mathbf{M}^v) permettent de rendre compte dans le stratifié des efforts internes créés par, respectivement, la dilatation thermique et les déformations visqueuses.

Une implémentation explicite de la CLT visqueuse a été réalisée. Une version algorithmique est représentée par la Figure 5.19.

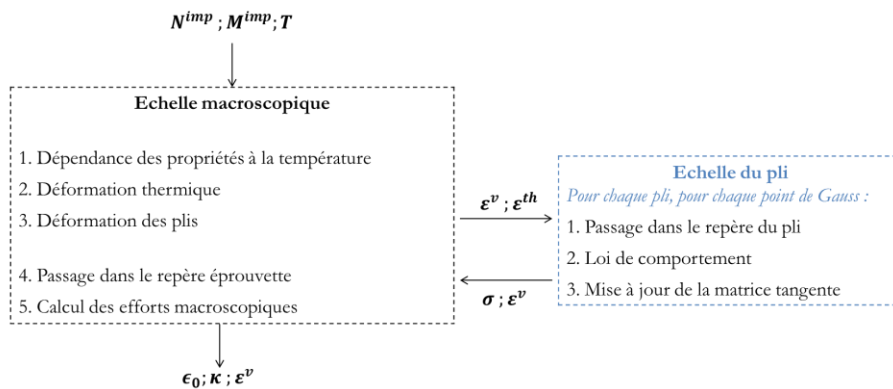


Figure 5.19 – Algorithme de la résolution explicite de la CLT visqueuse

La méthode utilisée est très proche de celle employée pour le modèle d'endommagement. La mise en œuvre détaillée de la CLT est présentée dans le Chapitre 4. La principale différence se situe à l'échelle du pli. La loi de comportement définie dans l'Annexe 4 y est appliquée. Une modification de la loi de comportement est cependant nécessaire pour prendre en compte la dissymétrie observée en fluage sur les composites oxyde/oxyde. La solution retenue dans ces travaux consiste à utiliser deux lois de Norton : une pour le fluage en traction, identifiée

précédemment, et une deuxième pour le fluage en compression. Le signe de la contrainte dans le pli définit alors le jeu de coefficients à utiliser pour le calcul. La loi développée ne reste bien sûr utilisable que dans la direction des renforts.

5.6.2 Simulation du fluage en flexion 4 points par la CLT

La pertinence l'utilisation de la CLT combinée à une loi de comportement développée est évaluée par une comparaison de la distribution de contrainte calculée dans l'épaisseur à celle déterminée par les relations d'Hollenberg (§5.5.2). Un matériau au comportement en fluage symétrique en traction/compression est considéré. Les distributions sont représentées par la Figure 5.20 (a). Les deux méthodes permettent d'obtenir des profils analogues en régime stationnaire. L'avantage de la démarche proposée réside dans la phase transitoire précédant cette distribution. Celle-ci est illustrée par la Figure 5.20 (b). Le matériau considéré suit la loi de Norton identifiée en traction et la géométrie d'essai est conservée. La distribution initialement linéaire tend progressivement vers la distribution prévue par le calcul analytique d'Hollenberg. Cette évolution varie avec la cinétique de fluage. Cela a donc deux conséquences : l'écart entre les distributions expérimentale et théorique reste plus important plus longtemps pour de faibles contraintes et, plus le terme $A \cdot \exp(-\frac{Q}{RT})$ est grand, plus la distribution stationnaire sera atteinte rapidement. Contrairement à ce qui a été observé expérimentalement, l'état de fluage stationnaire de structure n'est pas atteint dans la limite des 72h choisie dans ces travaux. Cependant on peut remarquer que près des surfaces, soit au maximum des contraintes, la redistribution est plus rapide. Cette redistribution lente à cœur, là où le niveau de contrainte est faible, semble donc être négligeable sur la prise de flèche macroscopique.

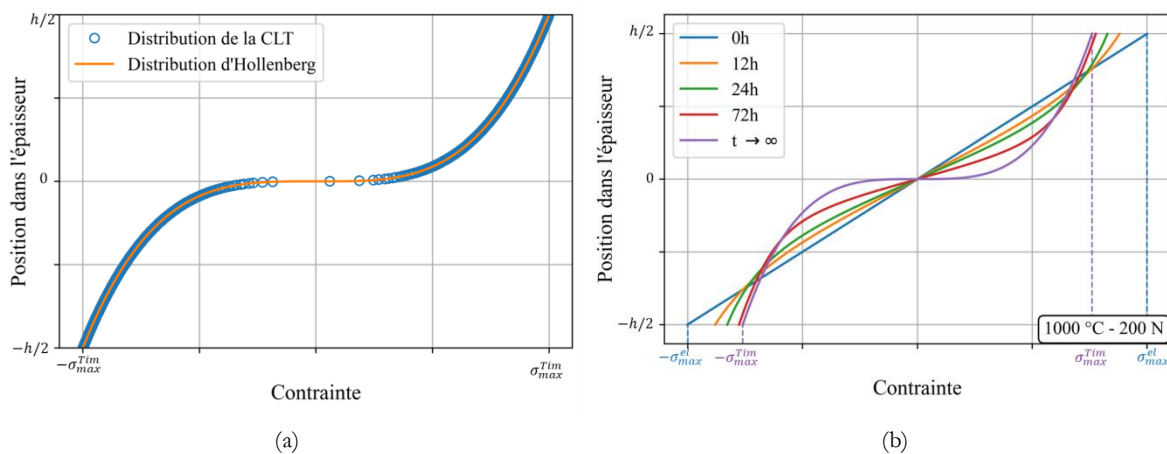


Figure 5.20 – Comparaison des distributions de contrainte dans l'épaisseur (a) et évolution au cours du temps (b)

Pour un matériau au fluage non symétrique, les relations analytiques proposées ne permettent pas de prévoir la distribution de contrainte. Seule la position de la ligne neutre est prévue par T.-J. Chuang comme présenté dans le §5.5.3. La capacité de la CLT à prendre en compte le fluage non symétrique est évaluée par l'intermédiaire des lois identifiées sur le composite de P. R. Jackson *et al.* [21]. Des essais conduits à 1100 °C sur les composites à fibres N160 revêtues

de monazite dans une matrice d'alumine (N610/M/A) ont permis d'identifier les lois de Norton suivantes :

$$\begin{aligned} \dot{\epsilon}_t &= 1,08 \cdot 10^{-11} \sigma^{3,5} \\ \dot{\epsilon}_c &= 6,78 \cdot 10^{-14} \sigma^{3,3} \end{aligned} \quad (5-33)$$

Les exposants de contrainte sont proches. Ce sont les coefficients multiplicateurs qui conduisent aux différences importantes observées en traction et en compression. Sur des composites N720/Alumine M. B. Ruggles-Wrenn et N. R. Szymczak ont aussi observé un exposant similaire pour les deux sollicitations.

La cinétique de fluage en compression étant plus faible que celle en traction, la ligne neutre se décale au cours du temps vers la face en compression (Figure 5.21).

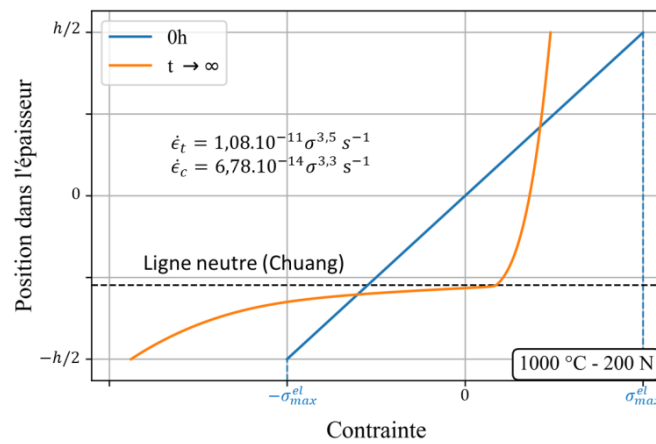


Figure 5.21 – Evolution de la distribution de contrainte pour un matériau au fluage non symétrique

Les positions de la ligne neutre données par la CLT et les relations analytiques de T.-J. Chuang sont comparables. La contrainte maximale de traction est divisée par 2 alors qu'elle est multipliée par 1,9 en compression par rapport au cas élastique.

Les déformations aux points de Gauss les plus proches des surfaces en traction et en compression (Figure 5.22 (a)) diffèrent d'un facteur 4.

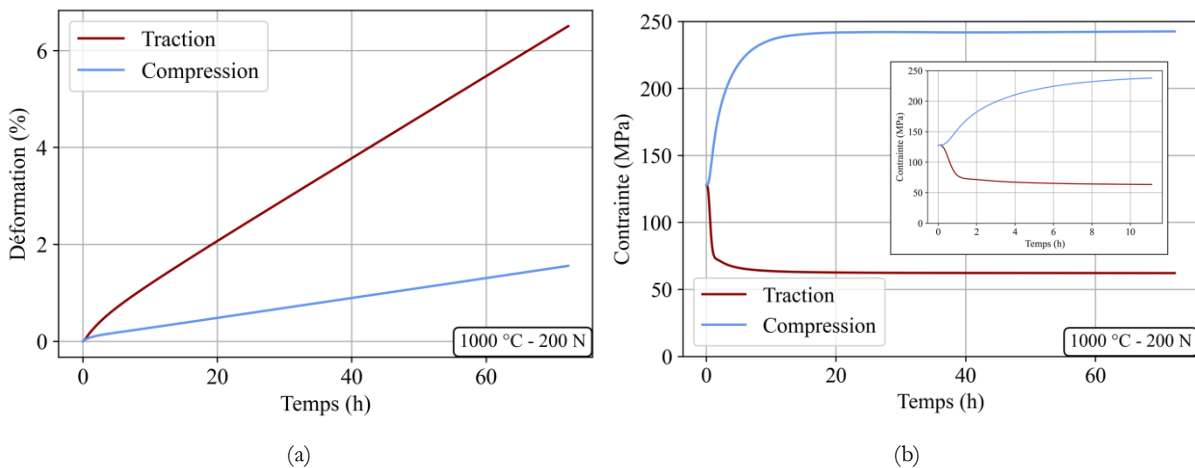


Figure 5.22 – Déformation (a) et contrainte (b) aux points de Gauss les plus proches des surfaces

On peut cependant remarquer que les niveaux de contraintes sont aussi très différents. Après un transitoire d'une dizaine d'heures au niveau des plis extrémaux, un palier de contrainte est observé (Figure 5.22 (b)).

Comme cela a déjà été discuté, dépouiller les essais par l'intermédiaire de ce modèle analytique demande un changement lors de la réalisation des essais. Les solutions de modification du dispositif expérimental proposées dans le Chapitre 4 restent applicables. L'utilisation de la corrélation d'image semble dans ce cas très pertinente puisque les niveaux de déformation atteints sont bien supérieurs à ceux observés lors des essais monotones. C'est d'ailleurs par ce moyen que P. Leplay *et al.* ont identifié le comportement mécanique d'une céramique entre 25 et 900 °C [126] et celui en fluage d'une zircone industrielle à 1350 °C [127].

5.7 Résumé et perspectives

Le fluage a été étudié en traction et en flexion 4 points entre 850 (apparition des premières déformations viscoplastiques mesurables) et 1050 °C, température où les cinétiques deviennent très élevées. Un premier travail a été réalisé sur le fluage stationnaire en traction. C'est le domaine le plus étudié : il permet de comparer les matériaux entre eux et répond généralement à des lois phénoménologiques simples. Une loi de Norton d'exposant de contrainte 3,5, associée à un terme d'Arrhenius avec une énergie d'activation de 632 kJ.mol⁻¹ a été identifiée. Il s'agit de valeurs très proches de ce qui a été déterminé sur les fibres seules. Les fibres semblent donc régir le comportement du matériau. Lors d'essais de dip-test, soit des essais de fluage lors desquels la contrainte est brusquement réduite pendant l'essai, un très faible transitoire est observé avant que le matériau reprenne une vitesse de fluage prédite par la loi de Norton-Arrhenius.

Un modèle simple a été proposé autour de la loi de fluage stationnaire identifiée associée à un terme viscoélastique permettant de reproduire les courts régimes transitoires observés en début d'essai ou lors de dip-tests.

En flexion, le fluage stationnaire n'est atteint que quand le matériau et la structure sont dans un état d'équilibre. Cela se traduit par un fluage transitoire plus long qu'en traction pure. Dans la littérature, un comportement dissymétrique a été observé entre la face en traction et celle en compression. Une discussion de l'impact de cette dissymétrie, basée sur les lois analytiques de la littérature a alors été proposée. Connaissant la loi en traction et le comportement en flexion, la loi de compression pourrait être déterminée par méthode inverse. La simple analyse des vitesses a permis de conclure que les exposants de contrainte en traction et en compression devraient être très proches, ce qui est cohérent avec les autres composites oxyde/oxyde de la littérature. Le couplage entre un algorithme d'optimisation et un calcul éléments finis reste à conduire pour déterminer les deux paramètres manquant de la loi de fluage en compression.

Pour finir, un travail plus numérique a été conduit autour de la CLT. Son intérêt a été évalué en comparant sa réponse en flexion aux lois analytiques présentes dans la littérature. Les travaux d'Hollenberg sur la redistribution des contraintes et de Chuang sur la position de la ligne neutre sont bien retranscrits par la CLT. En plus de pouvoir facilement traiter de stratifications plus

complexes, elle a l'avantage de tracer les distributions de contraintes ou de déformations dans l'épaisseur de l'éprouvette.

Le comportement en fluage devra être caractérisé aussi lors d'essais $\pm 45^\circ$ des fibres. La réponse du matériau dépendra fortement de celle de la matrice et permettra de proposer une loi de comportement visqueuse pour le comportement du matériau dans le plan.

Résumé et perspectives

La nécessité de la réduction de l’empreinte humaine sur l’environnement touche tous les domaines et notamment l’industrie aéronautique. Les matériaux composites, déjà utilisés pour des applications structurales froides ou tièdes telles que le fuselage des avions, pourraient prendre une part de plus en plus importante dans la conception des appareils de nouvelle génération. L’introduction de composites à matrice céramique dans les turboréacteurs permettrait de réduire la masse des pièces embarquées, tout en autorisant des températures de fonctionnement supérieures. C’est dans ce contexte qu’est envisagée l’utilisation de composites oxyde/oxyde pour les arrière-corps des moteurs.

L’objectif de ce travail était la caractérisation mécanique d’un composite oxyde/oxyde sur une large gamme de température. Pour cela, deux types de comportement mécaniques se chevauchant à partir de 800 °C ont été distingués et une modélisation de ceux-ci a été proposée. A basse température, le matériau conserve un comportement similaire à celui observé à température ambiante. Au-dessus, une apparition progressive du fluage a été observée. Le bilan des travaux réalisés ainsi que les perspectives peuvent être alignés selon quatre axes.

1. Endommagement des composites oxyde/oxyde et modélisation du comportement à température ambiante

Le comportement mécanique à température ambiante du matériau élaboré à l’ONERA était connu en traction et en compression dans les axes des renforts et à $\pm 45^\circ$ des fibres avant le début de ces travaux. Une caractérisation complémentaire a permis de confirmer les propriétés en traction dans les axes des renforts. Le matériau exhibe un comportement endommageable : pour un niveau de contrainte de l’ordre de 50 MPa, une cassure apparaît sur la réponse contrainte/déformation du matériau pour former une courbe quasiment linéaire jusqu’à la rupture.

Des essais de flexion quatre points ont mis en évidence un comportement différent : la réponse est quasi-linéaire lors de la totalité de l’essai. Les essais à l’échelle macroscopique ne permettant pas l’observation de l’endommagement, ce suivi a été réalisé à l’aide d’une platine d’essai micromécanique placée dans un MEB. Cette technique, qui avait déjà permis l’observation de l’endommagement matriciel lors d’essais de traction, a été appliquée aux essais de flexion 4 points. Elle a révélé le développement d’un réseau périodique de fissures dans la partie en traction de l’éprouvette, la partie en compression ne s’endommageant pas. Un gradient d’endommagement est aussi noté dans la partie en traction.

Le comportement a été modélisé par une loi inspirée des modèles ONERA Damage Model (ODM). Celle-ci a été simplifiée de façon à faciliter son extension aux essais en température. Une réflexion sur les techniques d’identification a aussi été menée et a conduit à l’utilisation de méthodes numériques plus robustes pour la détermination des paramètres de la loi. L’identification a été réalisée à partir des essais de traction monotone et incrémentaux réalisés à

0° dans ces travaux mais aussi de ceux disponible à 45° des renforts. La loi a été intégrée dans un calcul éléments finis afin d'être validée par comparaison aux résultats expérimentaux obtenus en flexion 4 points. Si les réponses macroscopiques sont proches, un écart est observé sur la déformation moyenne des plis extrémaux. Le matériau semble plus s'endommager lorsqu'il est sollicité en traction pure que lors des essais de flexion.

L'identification du comportement hors plan sera nécessaire pour pouvoir envisager des calculs de structure. La faible résistance à ce type de sollicitation des composites à matrice faible rend essentielle la connaissance des modules de cisaillement hors plan et des seuils d'endommagement associés. Un travail sera également à mener sur la définition de critères de rupture ou, a minima, celle d'admissibles. En effet, le faible niveau de contrainte du seuil d'endommagement de ces matériaux nécessitera probablement de tolérer un endommagement des pièces utilisées. La fatigue mécano-thermique de ces matériaux devra aussi être prise en compte pour la définition de ces admissibles.

2. Effet de la température sur le comportement et fluage des composites oxyde/oxyde

Les effets de la température ont été évalués par des essais de traction qui ont permis de mettre en évidence deux types de comportement. En dessous de 800 °C, une réduction d'un facteur cent de la vitesse de sollicitation ne modifie pas la réponse du matériau : dans ces conditions, le comportement mécanique du matériau est considéré comme élastique-endommageable. Les essais monotones conduits jusqu'à 1000 °C ont révélé une baisse du module d'Young de l'ordre de 10 %. Cette baisse de rigidité initiale s'accompagne d'une diminution de la contrainte à rupture du même ordre de grandeur, pour une déformation à rupture constante. Par l'intermédiaire d'une loi phénoménologique, cette évolution de la rigidité a été implémentée dans la loi de comportement développée à température ambiante. Ces travaux ont permis de constater que, jusqu'à 1000 °C, la température ne joue pas de rôle majeur sur l'endommagement car la seule variation de la rigidité initiale permet de rendre compte de la modification de comportement.

Les fibres N610 sont connues pour se dégrader rapidement au-delà de 1000 °C. Les évolutions microstructurales et les cinétiques de fluage élevées ne permettent alors pas d'envisager une application longue durée. Le fluage du matériau a été étudié sur la gamme de température : 800-1050 °C. Le matériau présente un régime de fluage transitoire de faible durée avant qu'un long régime stationnaire ne s'installe. Une analyse de la vitesse de fluage stationnaire a révélé que le fluage est gouverné par les fibres, donc de nature essentiellement viscoplastique. Les vitesses de déformation stationnaires suivent une loi de type Norton associée à un terme d'Arrhenius et lorsque le matériau est déchargé, il ne montre qu'un très court transitoire d'hésitation au fluage. Une loi de comportement a été proposée à partir de ces observations. Un terme viscoélastique a été rajouté pour prendre en compte le fluage primaire et la viscoplasticité est écrite de manière à converger vers la loi de type Norton identifiée en traction dans l'axe des renforts.

Le comportement du matériau a aussi été étudié en flexion 4 points. L'effet de la température ayant été évalué en traction, un effort particulier a été porté sur la caractérisation du

comportement sous sollicitation monotone à 800 °C. Les essais à température ambiante ont révélé que la première rupture intervenant dans l'éprouvette se traduisait par une brusque diminution de la charge, cette rupture présentant un caractère aléatoire. Les essais conduits à température ambiante et à 800 °C ont été analysés par une loi de Weibull.

Le fluage en flexion a aussi été étudié. Les tendances sur les températures d'activation des phénomènes visqueux observées en traction ont été confirmées. Le fluage stationnaire de l'éprouvette est toutefois atteint plus tardivement en raison de la redistribution des contraintes dans l'épaisseur de l'éprouvette qui provoque un transitoire de structure.

L'utilisation d'une méthode inverse pourrait permettre d'obtenir la loi de fluage en compression à partir de la loi déterminée en traction et des essais réalisés en flexion. Une caractérisation du comportement à $\pm 45^\circ$ du renfort sera aussi nécessaire, sur des essais monotones, notamment pour observer l'influence de la température sur le module de cisaillement. Le fluage en dehors des axes des renforts sera aussi à étudier. Ces essais permettront d'observer de manière indirecte le comportement de la matrice et ainsi d'affiner la loi de comportement visqueuse développée dans ces travaux.

3. Analyse des essais de flexion sur CMC

Par la suite, une analyse des essais de flexion a été proposée. De manière classique, l'analyse de essais de flexion 4 points sur composites nécessite l'utilisation de calculs par éléments finis. Une partie plus numérique de ces travaux a consisté à proposer une méthode analytique sur le principe de la théorie classique des stratifiés (CLT pour Classical Laminate Theory). Ces équations, initialement développées pour les composites à matrice organiques, permettent d'établir un lien entre le comportement macroscopique (efforts/déformations du stratifié) et celui pli.

La théorie a été étendue dans un premier temps à la modélisation du comportement linéaire endommageable. Elle permet donc de simuler les essais de flexion 4 points réalisés. Une première comparaison à un calcul par éléments finis (EF) montre que les résultats obtenus par la CLT représentent une bonne estimation du comportement.

De nombreux auteurs ont constaté que le comportement des composites en fluage n'est pas identique en compression et en traction et que cette dissymétrie implique une redistribution des contraintes dans l'épaisseur de l'éprouvette. Reposant sur la CLT, une solution a été proposée pour analyser ces résultats, à partir de la loi de comportement développée.

La CLT produit des résultats proches de ceux produits par les éléments finis. Elle pourrait donc constituer une alternative intéressante aux calculs par éléments finis notamment dans le cas d'empilements plus complexes. Elle présente l'avantage de nécessiter des temps de calcul très inférieurs. Cependant, l'enrichissement de la base expérimentale sera un point clé pour l'utilisation de cette méthode comme outil d'analyse des essais, la corrélation d'image permettant de fournir les champs de déformation nécessaires à la validation expérimentale.

4. Applications des composites oxyde/oxyde dans le domaine aéronautique

Les composites oxyde/oxyde sont des candidats au remplacement des alliages de titane ou de nickel pour réaliser des pièces thermostructurales des turboréacteurs. La fabrication du composite ONERA reste relativement artisanale et son amélioration ne faisait pas partie des objectifs de ce travail. Le passage à des procédures plus industrielles (meilleur contrôle de l'imprégnation, séchage sous autoclave...) devrait permettre d'améliorer les propriétés et la reproductibilité de ce composite. La montée en maturité du matériau s'accompagnera d'un meilleur contrôle de la qualité des matériaux élaborés. Actuellement, par exemple, les macropores soupçonnés d'être à l'origine de ruptures en délaminage ne sont pas détectés. La tomographie aux rayons X ainsi que les techniques de contrôle par TeraHertz pourraient aider à les localiser et les quantifier.

Enfin, la conception d'empilements plus complexes pourrait contribuer à améliorer l'isotropie du composite, le rendant moins sensible à la direction de la sollicitation. L'utilisation de la CLT non linéaire développée dans ces travaux pourra aider dans le choix des empilements à élaborer.

Le changement de renfort et/ou de la matrice fait l'objet d'une nouvelle étude. Alors que les fibres peuvent représenter jusqu'à 70% du coût des composites oxyde/oxyde, 3M propose de nouveaux renforts moins onéreux. Bien que ces derniers présentent des propriétés légèrement inférieures, une diminution importante des coûts ne pourrait que faciliter le développement et l'introduction dans l'industrie de ces matériaux. A l'opposé, dans une recherche de performance, l'évolution de la nature des fibres (N720, Cerafib 75) et/ou de la matrice (alumine-silice, alumine-zircone) pourrait améliorer la tenue en température même si une limite de l'ordre 800 °C ne paraît pas aujourd'hui problématique pour des applications d'arrière-corps.

Références

- [1] « Boeing CLEEN Program Overview.pdf ». https://www.faa.gov/about/office_org/headquarters_offices/apl/research/aircraft_technology/cleen/2014_consortium/media/boeing_cleen_projects_briefing_november_2014.pdf (consulté le juill. 19, 2021).
- [2] « GE's Passport 20 Engine Program Is On Schedule for 2016 Entry into Service | Business Aviation News: Aviation International News ». <https://www.ainonline.com/aviation-news/business-aviation/2013-10-22/ges-passport-20-engine-program-schedule-2016-entry-service> (consulté le juill. 19, 2021).
- [3] K. A. Keller, G. Jefferson, et R. J. Kerans, « Oxide-Oxide composites », in *Handbook of Ceramic Composites*, N. P. Bansal, Éd. Boston, MA: Springer US, 2005, p. 377–421. doi: 10.1007/0-387-23986-3_16.
- [4] C. Ben Ramdane, « Etude et modélisation du comportement mécanique de CMC oxyde/oxyde », Thèse de l'Université de Bordeaux, 2014.
- [5] F. W. Zok et C. G. Levi, « Mechanical Properties of Porous-Matrix Ceramic Composites », *Advanced Engineering Materials*, vol. 3, n° 1-2, p. 15-23, janv. 2001, doi: 10.1002/1527-2648(200101)3:1/2<15::AID-ADEM15>3.0.CO;2-A.
- [6] J. Goering, B. Kanka, U. Steinhauser, et H. Schneider, « Thermal Barrier Coated Nextel 720 Fiber/Mullite Matrix Composites: Their Potential for Long-Term High Temperature Use in Gas Turbines », in *24th Annual Conference on Composites, Advanced Ceramics, Materials, and Structures: A: Ceramic Engineering and Science Proceedings*, John Wiley & Sons, Ltd, 2000, p. 613-618. doi: 10.1002/9780470294628.ch72.
- [7] F. W. Zok, « Developments in Oxide Fiber Composites », *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 89, n° 11, p. 3309-3324, nov. 2006, doi: 10.1111/j.1551-2916.2006.01342.x.
- [8] P. E. D. Morgan et D. B. Marshall, « Functional interfaces for oxide/oxide composites », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 162, n° 1-2, p. 15-25, avr. 1993, doi: 10.1016/0921-5093(90)90026-Y.
- [9] A. R. Bunsell et M.-H. Berger, « Fine diameter ceramic fibres », *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 20, n° 13, p. 2249-2260, 2000, doi: 10.1016/S0955-2219(00)00090-X.
- [10] T. E. Wood, D. M. Wilson, et H. G. Sowman, « Microcrystalline alumina-based ceramic articles », EP 0 294 208, déc. 07, 1988
- [11] M.-H. Berger, « A la recherche de la fibre céramique idéale. », Université Pierre et Marie Curie Sorbonne Universités, 2011.
- [12] D. M. Wilson, « New High Temperature Oxide Fibers », in *High Temperature Ceramic Matrix Composites*, W. Krenkel, R. Naslain, et H. Schneider, Éd. Weinheim, FRG: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2006, p. 1-12. doi: 10.1002/3527605622.ch1.
- [13] J. C. Goldsby, H. M. Yun, G. N. Morscher, et J. A. DiCarlo, « Annealing effects on creep of polycrystalline alumina-based fibers », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 242, n° 1-2, p. 278-283, févr. 1998, doi: 10.1016/S0921-5093(97)00537-6.
- [14] « Technical Reference Guide ». 3M Nextel Ceramic Fibers and Textiles, 2018. Consulté le: juin 07, 2021. [En ligne]. Disponible sur: <http://multimedia.3m.com/mws/media/1327055O/3m-nextel-technical-reference-guide.pdf>.
- [15] E. Volkmann, K. Tushtev, D. Koch, C. Wilhelmi, J. Göring, et K. Rezwani, « Assessment of three oxide/oxide ceramic matrix composites: Mechanical performance and effects of heat treatments », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 68, p. 19-28, janv. 2015, doi: 10.1016/j.compositesa.2014.09.013.
- [16] W. E. C. Pritzkow, « Oxide Ceramic Matrix Composites – Manufacturing, Machining, Properties and Industrial Applications », *Ceramic Applications*, vol. 3, 2015.

- [17] C. G. Levi, J. Y. Yang, B. J. Dalgleish, F. W. Zok, et A. G. Evans, « Processing and Performance of an All-Oxide Ceramic Composite », *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 81, n° 8, p. 2077-2086, janv. 2005, doi: 10.1111/j.1151-2916.1998.tb02590.x.
- [18] M. B. Ruggles-Wrenn, S. S. Musil, S. Mall, et K. A. Keller, « Creep behavior of Nextel™610/Monazite/Alumina composite at elevated temperatures », *Composites Science and Technology*, vol. 66, n° 13, p. 2089-2099, oct. 2006, doi: 10.1016/j.compscitech.2005.12.026.
- [19] R. A. Simon, « Progress in Processing and Performance of Porous-Matrix Oxide/Oxide Composites », *International Journal of Applied Ceramic Technology*, vol. 2, n° 2, p. 141-149, mars 2005, doi: 10.1111/j.1744-7402.2005.02016.x.
- [20] R. A. Jurf et S. C. Butner, « Advances in Oxide-Oxide CMC », *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power*, vol. 122, n° 2, p. 202-205, janv. 2000, doi: 10.1115/1.483195.
- [21] P. R. Jackson, M. B. Ruggles-Wrenn, S. S. Baek, et K. A. Keller, « Compressive creep behavior of an oxide–oxide ceramic composite with monazite fiber coating at elevated temperatures », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 454-455, p. 590-601, avr. 2007, doi: 10.1016/j.msea.2006.11.131.
- [22] W. E. C. Pritzkow, R. S. M. Almeida, L. B. Mateus, K. Tushtev, et K. Rezwani, « All-oxide ceramic matrix composites (OCMC) based on low cost 3M Nextel™ 610 fabrics », *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 41, n° 5, p. 3177-3187, mai 2020, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2020.05.070.
- [23] C. Ben Ramdane *et al.*, « Microstructure and mechanical behaviour of a Nextel™610/alumina weak matrix composite subjected to tensile and compressive loadings », *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 37, n° 8, p. 2919-2932, juill. 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2017.02.042>.
- [24] S. T. Gonczya, « Federal Aviation Administration (FAA) airworthiness certification for ceramic matrix composite components in civil aircraft systems », présenté à MATEC Web of Conferences, 2015.
- [25] V. Kostopoulos, T. . Loutas, A. Kontsos, G. Sotiriadis, et Y. . Pappas, « On the identification of the failure mechanisms in oxide/oxide composites using acoustic emission », *NDT & E International*, vol. 36, n° 8, p. 571-580, déc. 2003, doi: 10.1016/S0963-8695(03)00068-9.
- [26] N. Guel, « Comportement mécanique de composites oxydes : relations procédé-microstructure-propriétés », Thèse de l'Université de Lyon, 2018.
- [27] O. Sally, « Stratégies de calcul pour la prévision de la durée de vie de structures composites soumises à des chargements complexes : Application aux composites oxyde/oxyde », Thèse de l'Université Paris-Saclay, 2020.
- [28] A. Thionnet et J. Renard, « Meso-macro approach to transverse cracking in laminated composites using Talreja's model », *Composites Engineering*, vol. 3, n° 9, p. 851-871, janv. 1993, doi: 10.1016/0961-9526(93)90044-K.
- [29] P. Ladeveze et G. Lubineau, « An enhanced mesomodel for laminates based on micromechanics », *Composites Science and Technology*, vol. 62, n° 4, p. 533-541, mars 2002, doi: 10.1016/S0266-3538(01)00145-2.
- [30] G. Lubineau, « Sur un mésomodèle d'endommagement des composites stratifiés : relations micro-méso, possibilités et limites », Thèse de l'École Normale Supérieure de Cachan, 2002.
- [31] J.-M. Berthelot, « Transverse cracking and delamination in cross-ply glass-fiber and carbon-fiber reinforced plastic laminates: Static and fatigue loading », *Applied Mechanics Reviews*, vol. 56, n° 1, p. 111-147, janv. 2003, doi: 10.1115/1.1519557.

- [32] F. Laurin, N. Carrere, C. Huchette, et J.-F. Maire, « A multiscale hybrid approach for damage and final failure predictions of composite structures », *Journal of Composite Materials*, vol. 47, n° 20-21, p. 2713-2747, janv. 2013, doi: 10.1177/0021998312470151.
- [33] G. Couégnat, « Approche multiéchelle du comportement mécanique de matériaux composites à renfort tissé », Université de Bordeaux 1, 2008.
- [34] P. Ladeveze, « An anisotropic damage theory with unilateral effects : applications to laminate and three-and four-dimensional composites », in *Continuum damage mechanics of materials and structures*, 2002, p. 205-233.
- [35] J.-F. Maire et J. L. Chaboche, « A new formulation of continuum damage mechanics (CDM) for composite materials », *Aerospace Science and Technology*, vol. 1, n° 4, p. 247-257, juin 1997, doi: 10.1016/S1270-9638(97)90035-3.
- [36] J.-L. Chaboche et J.-F. Maire, « A new micromechanics based CDM model and its application to CMC's », *Aerospace Science and Technology*, vol. 6, n° 2, p. 131-145, févr. 2002, doi: 10.1016/S1270-9638(02)01154-9.
- [37] F. Laurin, N. Carrère, et J.-F. Maire, « A multiscale progressive failure approach for composite laminates based on thermodynamical viscoelastic and damage models », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 38, n° 1, p. 198-209, janv. 2007, doi: 10.1016/j.compositesa.2006.01.018.
- [38] P. Ladeveze et E. Ledantec, « Damage modelling of the elementary ply for laminated composites », *Composites Science and Technology*, vol. 43, n° 3, p. 257-267, 1992, doi: 10.1016/0266-3538(92)90097-M.
- [39] P. Maimí, P. P. Camanho, J. A. Mayugo, et C. G. Dávila, « A continuum damage model for composite laminates: Part I – Constitutive model », *Mechanics of Materials*, vol. 39, n° 10, p. 897-908, oct. 2007, doi: 10.1016/j.mechmat.2007.03.005hoc.
- [40] C. Hochard, P.-A. Aubourg, et J.-P. Charles, « Modelling of the mechanical behaviour of woven-fabric CFRP laminates up to failure », *Composites Science and Technology*, vol. 61, n° 2, p. 221-230, févr. 2001, doi: 10.1016/S0266-3538(00)00199-8.
- [41] C. Hochard et Y. Thollon, « Comportement à rupture dans le sens des fibres de FRP sous chargement statique et de fatigue », présenté à JNC 16, Toulouse, 2009.
- [42] L. Marcin, « Modélisation du comportement, de l'endommagement et de la rupture des matériaux composites à renforts tissés pour le dimensionnement robuste de structures », Thèse de l'Université de Bordeaux 1, 2010.
- [43] H. Liu, H. Yuan, et Z. Yang, « Damage modeling of oxide/oxide ceramic matrix composites under cyclic loading conditions », *Ceramics International*, vol. 46, n° 15, p. 23379-23389, oct. 2020, doi: 10.1016/j.ceramint.2020.05.208.
- [44] L. Marcin, J.-F. Maire, N. Carrère, et E. Martin, « Development of a Macroscopic Damage Model for Woven Ceramic Matrix Composites », *International Journal of Damage Mechanics*, vol. 20, août 2011.
- [45] K. Naumenko et H. Altenbach, *Modeling of Creep for Structural Analysis*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2007. doi: 10.1007/978-3-540-70839-1.
- [46] W. R. Cannon et T. G. Langdon, « Creep of ceramics - Part 1 Mechanical characteristics », *Journal of Materials Science*, vol. 18, p. 1-50, 1983.
- [47] M. Schmücker et P. Mechnich, « Microstructural Coarsening of Nextel™ 610 Fibers Embedded in Alumina-Based Matrices », *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 91, n° 4, p. 1306-1308, avr. 2008, doi: 10.1111/j.1551-2916.2007.02236.x.
- [48] N. Louet, H. Reveron, et G. Fantozzi, « Sintering behaviour and microstructural evolution of ultrapure α -alumina containing low amounts of SiO₂ », *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 28, n° 1, p. 205-215, janv. 2008, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2007.04.015.

- [49] H. Song et R. L. Coble, « Origin and Growth Kinetics of Platelike Abnormal Grains in Liquid-Phase-Sintered Alumina », *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 73, n° 7, p. 2077-2085, juill. 1990, doi: 10.1111/j.1151-2916.1990.tb05271.x.
- [50] E. Vokmann *et al.*, « Influence of the Matrix Composition and the Processing Conditions on the Grain Size Evolution of Nextel 610 Fibers in Ceramic Matrix Composites after Heat Treatment », *Advanced Engineering Materials*, vol. 17, n° 5, p. 610-614, mai 2015, doi: 10.1002/adem.201400220.
- [51] C. J. Armani, M. B. Ruggles-Wrenn, G. E. Fair, et R. S. Hay, « Creep of Nextel™ 610 Fiber at 1100°C in Air and in Steam », *International Journal of Applied Ceramic Technology*, vol. 10, n° 2, p. 276-284, mars 2013, doi: 10.1111/j.1744-7402.2012.02831.x.
- [52] R. S. Hay, C. J. Armani, M. B. Ruggles-Wrenn, et G. E. Fair, « Creep mechanisms and microstructure evolution of Nextel™ 610 fiber in air and steam », *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 34, n° 10, p. 2413-2426, sept. 2014, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2014.01.032.
- [53] R. S. Hay, G. E. Fair, et T. Tidball, « Fiber Strength After Grain Growth in Nextel™ 610 Alumina Fiber », *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 98, n° 6, p. 1907-1914, juin 2015, doi: 10.1111/jace.13523.
- [54] H. M. Yun et C. Goldsby, « Tensile Creep Behavior of Polycrystalline Alumina Fibers », NASA Technical Memorandum 106269, juill. 1993.
- [55] V. H. Hammond et D. M. Elzey, « Comparing the creep response of alumina tows and single filaments », *Scripta Materialia*, vol. 46, n° 4, p. 287-291, févr. 2002, doi: 10.1016/S1359-6462(01)01240-4.
- [56] S. Hackemann, F. Flucht, et W. Braue, « Creep investigations of alumina-based all-oxide ceramic matrix composites », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 41, n° 12, p. 1768-1776, déc. 2010, doi: 10.1016/j.compositesa.2010.08.012.
- [57] D. M. Wilson et L. R. Visser, « High performance oxide fibers for metal and ceramic composites », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 32, n° 8, p. 1143-1153, août 2001, doi: 10.1016/S1359-835X(00)00176-7.
- [58] L. A. Xue et I.-W. Chen, « Deformation and Grain Growth of Low-Temperature-Sintered High-Purity Alumina », *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 73, n° 11, p. 3518-3521, nov. 1990, doi: 10.1111/j.1151-2916.1990.tb06489.x.
- [59] O. A. Ruano, J. Wadsworth, et O. D. Sherby, « Deformation of fine-grained alumina by grain boundary sliding accommodated by slip », *Acta Materialia*, vol. 51, n° 12, p. 3617-3634, juill. 2003, doi: 10.1016/S1359-6454(03)00180-0.
- [60] M.-H. Ritti et M. Parlier, « Evaluation de fibres céramiques », RT 1/06879 DMSC, avr. 2003.
- [61] G. N. Morscher et J. A. DiCarlo, « A Simple Test for Thermomechanical Evaluation of Ceramic Fibers », *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 75, n° 1, p. 136-140, janv. 1992, doi: 10.1111/j.1151-2916.1992.tb05455.x.
- [62] A. Poulon-Quintin, M. H. Berger, et A. R. Bunsell, « Mechanical and microstructural characterisation of Nextel 650 alumina-zirconia fibres », *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 24, n° 9, p. 2769-2783, août 2004, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2003.08.011.
- [63] R. S. M. Almeida, K. Tushtev, B. Clauß, G. Grathwohl, et K. Rezwan, « Tensile and creep performance of a novel mullite fiber at high temperatures », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 76, p. 37-43, sept. 2015, doi: 10.1016/j.compositesa.2015.05.013.
- [64] R. S. M. Almeida *et al.*, « Thermal Exposure Effects on the Strength and Microstructure of a Novel Mullite Fiber », *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 99, n° 5, p. 1709-1716, mai 2016, doi: 10.1111/jace.14093.

- [65] M. B. Ruggles-Wrenn, T. Yeleser, G. E. Fair, et J. B. Davis, « Effects of Steam Environment on Creep Behavior of Nextel™610/Monazite/Alumina Composite at 1,100°C », *Applied Composite Materials*, vol. 16, n° 6, p. 379-392, déc. 2009, doi: 10.1007/s10443-009-9105-7.
- [66] S. Hoenig, E. Klatt, M. Frieß, C. Martin, I. Naji, et D. Koch, « Influence of Fiber Fabric Density and Matrix Fillers as well as Fiber Coating on the Properties of OXIPOL Materials », in *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, Hoboken, NJ, USA, déc. 2012, p. 195-206. doi: 10.1002/9781118217467.ch19.
- [67] R. Jiang, L. Yang, H. Liu, X. Sun, et H. Cheng, « High-temperature mechanical properties of Nextel TM 610 fiber reinforced silica matrix composites », *Ceramics International*, vol. 44, n° 13, p. 15356-15361, sept. 2018, doi: 10.1016/j.ceramint.2018.05.185.
- [68] Y. Gowayed *et al.*, « Accumulation of time-dependent strain during dwell-fatigue experiments of iBN-Sylramic melt infiltrated SiC/SiC composites with and without holes », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 42, n° 12, p. 2020-2027, déc. 2011, doi: 10.1016/j.compositesa.2011.09.008.
- [69] T. Bessho, T. Ogasawara, T. Aoki, T. Ishikawa, et Y. Ochi, « Transient Creep Behavior of a Plain Woven SiC Fiber/SiC Matrix Composite », *JSME International Journal Series A*, vol. 48, n° 4, p. 210-214, 2005, doi: 10.1299/jsmea.48.210.
- [70] J.-L. Chaboche, « Description thermodynamique et phénoménologique de la viscoplasticité cyclique avec endommagement », Thèse de Doctorat d'Etat de l'Université Paris 6, 1978.
- [71] J. L. Chaboche, « A review of some plasticity and viscoplasticity constitutive theories », *International Journal of Plasticity*, vol. 24, n° 10, p. 1642-1693, oct. 2008, doi: 10.1016/j.ijplas.2008.03.009.
- [72] J. Lamon, « Review: creep of fibre-reinforced ceramic matrix composites », *International Materials Reviews*, vol. 65, n° 1, p. 28-62, janv. 2020, doi: 10.1080/09506608.2018.1564182.
- [73] Y. H. Park et J. W. Holmes, « Finite element modelling of creep deformation in fibre-reinforced ceramic composites », *J Mater Sci*, vol. 27, n° 23, p. 6341-6351, déc. 1992, doi: 10.1007/BF00576283.
- [74] P. Carrère et J. Lamon, « Creep behaviour of a SiC/Si-B-C composite with a self-healing multilayered matrix », *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 23, n° 7, p. 1105-1114, juin 2003, doi: 10.1016/S0955-2219(02)00273-X.
- [75] F. R. Larson et J. Miller, « Time-Temperature Relationship for Rupture and Creep Stresses », *Transactions of ASME*, vol. 74, p. 765-771, 1952.
- [76] « Ceramic Textiles Technical Notebook ». 3M Ceramics Textiles and Composites, 2004.
- [77] W. J. Parker, R. J. Jenkins, C. P. Butler, et G. L. Abbott, « Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity », *Journal of Applied Physics*, vol. 32, n° 9, p. 1679-1684, sept. 1961, doi: 10.1063/1.1728417.
- [78] A. Degiovanni, « Diffusivité et méthode flash », *Revue générale de thermique*, n° 185, p. 420-441, 1977.
- [79] B. Hay, J.-R. Filtz, et J.-C. Batsale, « Mesure de la diffusivité thermique par la méthode flash », *Techniques de l'ingénieur*, p. 19, 2004.
- [80] C. Trottier, « Détection de défauts en milieu fortement diffusant par utilisation de capteurs multiéléments et filtrage de la diffusion multiple », Thèse de l'Université Paris Diderot, 2016.
- [81] J. Dumont-Fillon, « Contrôle non destructif (CND) », p. 52, 1996.
- [82] S. P. Timoshenko, *Résistance des matériaux*, Dunod., vol. 1. 1977.
- [83] F. Brémand, M. Cotttron, P. Doumalin, J.-C. Dupré, A. Germaneau, et V. Valle, « Mesures en mécanique par méthodes optiques », p. 28, 2011.
- [84] J. Roget, « Émission acoustique », p. 13, 1990.
- [85] G. Huchet, « Propriétés thermomécaniques de cermets à base de ferrite spinelle: influence de l'oxydation », Thèse de l'École nationale supérieure des mines de Paris, 2010.

- [86] A. Hurmane, F.-X. Irisarri, F. Laurin, S. Leclercq, et M. Benzeggagh, « Analyse de la tenue d'éprouvettes trouées composites tissées 3D sous sollicitations de compression au moyen d'un dialogue essais/calculs », *Matériaux & Techniques*, vol. 104, n° 4, p. 403, 2016, doi: 10.1051/mattech/2016034.
- [87] M. B. Ruggles-Wrenn et J. C. Braun, « Effects of steam environment on creep behavior of Nextel™720/alumina ceramic composite at elevated temperature », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 497, n° 1-2, p. 101-110, déc. 2008, doi: 10.1016/j.msea.2008.06.036.
- [88] A. Gasser, P. Ladeveze, et M. Poss, « Damage-mechanisms-of-a-woven-SiCSiC-composite-Modelling-and-identificationComposites-Science-and-Technology.pdf », *Composites Science and Technology*, vol. 56, p. 779-784, 1996.
- [89] G. Camus, « Modelling of the mechanical behavior and damage processes of fibrous ceramic matrix composites: application to a 2-D SiC/SiC », *International Journal of Solids and Structures*, vol. 37, p. 919-942, 2000.
- [90] A. K. Singh, K. Kahle, H. James, A. L. Horner, D. Villaflor, et Z. Benedict, « Environmental effects on the strength and impact damage resistance of alumina based oxide/oxide ceramic matrix composites », *Ceramics International*, vol. 47, n° 12, p. 17268-17275, juin 2021, doi: 10.1016/j.ceramint.2021.03.038.
- [91] D. J. Mortell, D. A. Tanner, et C. T. McCarthy, « In-situ SEM study of transverse cracking and delamination in laminated composite materials », *Composites Science and Technology*, vol. 105, p. 118-126, déc. 2014, doi: 10.1016/j.compscitech.2014.10.012.
- [92] M. Mehdikhani, E. Steensels, A. Standaert, K. A. M. Vallons, L. Gorbatikh, et S. V. Lomov, « Multi-scale digital image correlation for detection and quantification of matrix cracks in carbon fiber composite laminates in the absence and presence of voids controlled by the cure cycle », *Composites Part B: Engineering*, vol. 154, p. 138-147, déc. 2018, doi: 10.1016/j.compositesb.2018.07.006.
- [93] Y. Bai, T. Keller, et T. Vallée, « Modeling of stiffness of FRP composites under elevated and high temperatures », *Composites Science and Technology*, vol. 68, n° 15-16, p. 3099-3106, déc. 2008, doi: 10.1016/j.compscitech.2008.07.005.
- [94] C. . Mahieux et K. . Reifsnider, « Property modeling across transition temperatures in polymers: a robust stiffness–temperature model », *Polymer*, vol. 42, n° 7, p. 3281-3291, mars 2001, doi: 10.1016/S0032-3861(00)00614-5.
- [95] W. Weibull, « A statistical Distribution Function of Wide Applicability », *Journal of Applied Mechanics*, vol. 1951, p. 293-297, 1951.
- [96] M. Krit, « Goodness-of-fit tests in reliability: Weibull distribution and imperfect maintenance models », Thèse de l'Université de Grenoble, 2014.
- [97] K. Trustrum et A. D. S. Jayatilaka, « On estimating the Weibull modulus for a brittle material », *J Mater Sci*, vol. 14, n° 5, p. 1080-1084, mai 1979, doi: 10.1007/BF00561290.
- [98] S. M. Ross, *Introduction to Probability and Statistics for Engineers and Scientists*. Academic Press, 2014.
- [99] J.-L. Chaboche, « Damage Induced Anisotropy: On the Difficulties Associated with the Active/Passive Unilateral Condition », *International Journal of Damage Mechanics*, vol. 1, n° 2, p. 148-171, avr. 1992, doi: 10.1177/105678959200100201.
- [100] C. Rakotoarisoa, « Prédiction de la durée de vie en fatigue des composites à matrice organique tissés interlock », Thèse de l'Université de Technologie de Compiègne, 2014.
- [101] E. Hemon, « Modèles multi-niveaux de prédiction des durées de vie en fatigue des structures composites à matrice céramique pour usage en turbomachines aéronautiques », Thèse de l'Université de Bordeaux 1, 2013.
- [102] A. Ostermeier, A. Gawelczyk, et N. Hansen, « A Derandomized Approach to Self-Adaptation of Evolution Strategies », *Evolutionary Computation*, vol. 2, n° 4, p. 369-380, déc. 1994, doi: 10.1162/evco.1994.2.4.369.

- [103] K. N. Solanki, M. F. Horstemeyer, W. G. Steele, Y. Hammi, et J. B. Jordon, « Calibration, validation, and verification including uncertainty of a physically motivated internal state variable plasticity and damage model », *International Journal of Solids and Structures*, vol. 47, n° 2, p. 186-203, janv. 2010, doi: 10.1016/j.ijsolstr.2009.09.025.
- [104] S. Avril *et al.*, « Overview of Identification Methods of Mechanical Parameters Based on Full-field Measurements », *Experimental Mechanics*, vol. 48, n° 4, p. 381-402, août 2008, doi: 10.1007/s11340-008-9148-y.
- [105] M. Lavielle, *Mixed Effects Models for the Population Approach: Models, Tasks, Methods and Tools*, Chapman and Hall/CRC. 2014. [En ligne]. Disponible sur: <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-01122873>
- [106] C. Laboulfie, M. Balesdent, et L. Brevault, « Calibration of material model using mixed-effects models », 4th ECCOMAS Thematic Conference on Uncertainty Quantification in Computational Sciences and Engineering, juin 2021, p. 39.
- [107] F. Laurin, « Approche multiéchelle des mécanismes de ruine progressive des matériaux stratifiés et analyse de la tenue de structures composites », Thèse de l'Université de Franche-Comté, 2005.
- [108] R. B. Pipes et B. W. Cole, « On the Off-Axis Strength Test for Anisotropic Materials¹ », *Journal of Composite Materials*, vol. 7, n° 2, p. 246-256, févr. 1973, doi: 10.1177/002199837300700208.
- [109] Q. Yang, X. Han, C. Xu, W. Xie, et S. Meng, « Development and validation of an anisotropic damage constitutive model for C/SiC composite », *Ceramics International*, vol. 44, n° 18, p. 22880-22889, déc. 2018, doi: 10.1016/j.ceramint.2018.09.081.
- [110] J.-M. Berthelot, *Mécanique des Matériaux et Structures Composites*. Editions Tec & Doc, 2012.
- [111] S. P. Timoshenko, *Résistance des matériaux tome 1*, Dunod. 1977.
- [112] C. H. Weber, J. P. A. Löfvander, et A. G. Evans, « Creep Anisotropy of a Continuous-Fiber-Reinforced Silicon Carbide/Calcium Aluminosilicate Composite », *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 77, n° 7, p. 1745-17, 1994.
- [113] M. Boussuge, « Some numerical approaches of creep, thermal shock, damage and delayed failure of ceramics and refractories », *Bull Mater Sci*, vol. 24, n° 2, p. 97-100, avr. 2001, doi: 10.1007/BF02710082.
- [114] S. V. Nair et Jakus, *High temperature mechanical behavior of ceramic composites*, Butterworth-Heinemann. Boston, 1995.
- [115] K. Ho, « A unified constitutive law for cyclic viscoplasticity », *International Journal of Solids and Structures*, vol. 46, n° 5, p. 1007-1018, mars 2009, doi: 10.1016/j.ijsolstr.2008.10.005.
- [116] S. Vincent et R. Billardon, « Identification of an elasto-viscoplasticity damage model for a copper alloy submitted to extreme thermo-mechanical loading », p. 6, 2009.
- [117] J.-F. Maire, « Etudes théorique et expérimentale du comportement de matériaux composites en contraintes planes », Thèse de l'Université de Franche-Comté, 1992.
- [118] A. Schieffer, « Modélisation multiéchelle du comportement mécanique des composites à matrice organique et effets du vieillissement thermique », Thèse de l'Université de Technologie de Troyes, 2003.
- [119] M. B. Ruggles-Wrenn et N. R. Szymczak, « Effects of steam environment on compressive creep behavior of NextelTM720/Alumina ceramic composite at 1200°C », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 39, n° 12, p. 1829-1837, déc. 2008, doi: 10.1016/j.compositesa.2008.09.005.
- [120] D.-J. Lee et I. Palley, « Tensile creep in ceramics using four-point bending test », *KSME Journal*, vol. 8, n° 3, sept. 1994, doi: 10.1007/BF02953361.
- [121] H. Timoshenko, « Non-stationary stress distribution in a ceramic bending beam during constant load », *Res Mech*, vol. 10, p. 55-71, 1984.

- [122] G. W. Hollenberg, G. R. Terwilliger, et R. S. Gordon, « Calculation of Stresses and Strains in Four-Point Bending Creep Tests », *Journal of The American Ceramic Society*, vol. 54, n° 4, p. 196-199, 1971.
- [123] G. Dusserre, F. Nazaret, L. Robert, et T. Cutard, « Applicability of image correlation techniques to characterise asymmetric refractory creep during bending tests », *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 33, n° 2, p. 221-231, févr. 2013, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2012.09.011.
- [124] T.-J. Chuang, « Estimation of power-law creep parameters from bend test data », *Journal of Materials Science*, vol. 21, p. 165-175, 1986.
- [125] M. K. Ferber, M. G. Jenkins, et V. J. Tennery, « Comparison of Tension, Compression, and Flexure Creep for Alumina and Silicon Nitride Ceramics », *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, vol. 11, p. 1028-1045, janv. 1990, doi: 10.1002/9780470313008.ch34.
- [126] P. Leplay, J. Réthoré, S. Meille, et M.-C. Baietto, « Identification of asymmetric constitutive laws at high temperature based on Digital Image Correlation », *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 32, n° 15, p. 3949-3958, nov. 2012, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2012.03.024.
- [127] P. Leplay, O. Lafforgue, et F. Hild, « Analysis of Asymmetrical Creep of a Ceramic at 1350°C by Digital Image Correlation », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 98, n° 7, p. 2240-2247, juill. 2015, doi: 10.1111/jace.13601.
- [128] E. Blond, N. Schmitt, F. Hild, P. Blumenfeld, et J. Poirier, « Modelling of high temperature asymmetric creep behavior of ceramics », *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 25, n° 11, p. 1819-1827, juill. 2005, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2004.06.004.

Annexe 1 :

Expression de la matrice tangente

Le calcul de cette matrice tangente est un peu plus complexe en 2D. Elle s'exprime :

$$\mathbb{K} = \frac{\partial \sigma}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} = \mathbb{C}^{eff} + \frac{\partial \mathbb{C}^{eff}}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} : \boldsymbol{\varepsilon}^* - \mathbb{C}^0 : \frac{\partial \boldsymbol{\varepsilon}^r}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} \quad (34)$$

Le second terme se réécrit :

$$\frac{\partial \mathbb{C}^{eff}}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} : \boldsymbol{\varepsilon}^* = -\mathbb{C}^{eff} : \left(\frac{\partial \mathbb{S}^{eff}}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} : \boldsymbol{\varepsilon}^* \right) : \mathbb{C}^{eff} \quad (35)$$

On a aussi :

$$\frac{\partial \mathbb{S}^{eff}}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} : \boldsymbol{\varepsilon}^* = (\mathbb{H}_1^{eff} : \boldsymbol{\varepsilon}^*) \otimes \frac{\partial d_1}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} + (\mathbb{H}_2^{eff} : \boldsymbol{\varepsilon}^*) \otimes \frac{\partial d_2}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} \quad (36)$$

Il reste alors le calcul des $\frac{\partial d_i}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}}$ qui se décomposent de la manière suivante :

$$\frac{\partial d}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} = \frac{\partial d}{\partial g} \cdot \frac{\partial g}{\partial y} \cdot \frac{\partial y}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} \quad (37)$$

Avec :

$$\begin{cases} \frac{\partial d}{\partial g} = d_c p_c g^{p_c-1} \exp(-g^{p_c}) \\ \frac{\partial g}{\partial y} = \begin{cases} 0 & \text{si } y_{max} \leq y_0 \text{ ou } y < y_{max} \\ \frac{1}{2\sqrt{y_c} \cdot \sqrt{y_{max}}} & \text{sinon} \end{cases} \end{cases} \quad (38)$$

Enfin :

$$\frac{\partial y_1}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} = \begin{pmatrix} \frac{\partial y_1}{\partial \varepsilon_1} \\ \frac{\partial y_1}{\partial \varepsilon_2} \\ \frac{\partial y_1}{\partial \varepsilon_6} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \varepsilon_1^+ C_{11}^0 \frac{\partial \varepsilon_1^+}{\partial \varepsilon_1} + a_1 \varepsilon_{6(1)}^+ C_{66}^0 \frac{\partial \varepsilon_{6(1)}^+}{\partial \varepsilon_1} \\ 0 \\ \varepsilon_1^+ C_{11}^0 \frac{\partial \varepsilon_1^+}{\partial \varepsilon_6} + a_1 \varepsilon_{6(1)}^+ C_{66}^0 \frac{\partial \varepsilon_{6(1)}^+}{\partial \varepsilon_6} \end{pmatrix} \quad (39)$$

L'expression de $\frac{\partial y_2}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}}$ est obtenue par permutation d'indice et les dérivées des ε_i^+ se calculent aisément.

Il reste à calculer :

$$\frac{\partial \boldsymbol{\varepsilon}^r}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} = \frac{\partial \boldsymbol{\varepsilon}^r}{\partial d_1} : \frac{\partial d_1}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} + \frac{\partial \boldsymbol{\varepsilon}^r}{\partial d_2} : \frac{\partial d_2}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} \quad (40)$$

Avec :

$$\begin{cases} \frac{\partial \boldsymbol{\varepsilon}^r}{\partial d_1} = \chi_1 \mathbb{S}^0 : \mathbb{C}^{eff} : \mathbb{H}_1^{eff} : \mathbb{C}^{eff} : \boldsymbol{\varepsilon}^* \\ \frac{\partial \boldsymbol{\varepsilon}^r}{\partial d_2} = \chi_2 \mathbb{S}^0 : \mathbb{C}^{eff} : \mathbb{H}_2^{eff} : \mathbb{C}^{eff} : \boldsymbol{\varepsilon}^* \end{cases} \quad (41)$$

Dans de nombreux modèles d'endommagement, le calcul analytique est souvent difficile voire impossible. Dans ce cas, on a recours à un calcul numérique de cette matrice tangente (ce calcul

numérique est toujours plus coûteux que le calcul analytique). Dans ce travail, nous nous sommes servis du calcul numérique de la matrice tangente pour vérifier l'expression et l'implémentation de la matrice tangente analytique. Pour la calculer de manière numérique, il est possible d'employer une méthode dite de perturbation. Cela consiste à appliquer successivement 3 chargements élémentaires :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^{(1)} = \begin{bmatrix} \varepsilon_1 + \Delta\varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_6 \end{bmatrix}; \boldsymbol{\varepsilon}^{(2)} = \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 + \Delta\varepsilon_2 \\ \varepsilon_6 \end{bmatrix}; \boldsymbol{\varepsilon}^{(3)} = \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_6 + \Delta\varepsilon_6 \end{bmatrix} \quad (42)$$

En appliquant la loi de comportement, on obtient alors les 3 états de contraintes perturbés $(\boldsymbol{\sigma}^{(1)}, \boldsymbol{\sigma}^{(2)}, \boldsymbol{\sigma}^{(3)})$, puis la matrice tangente numérique avec la relation suivante :

$$K_{num} = \begin{bmatrix} \frac{\boldsymbol{\sigma}_1^{(1)} - \boldsymbol{\sigma}_1}{\Delta\varepsilon_1} & \frac{\boldsymbol{\sigma}_1^{(2)} - \boldsymbol{\sigma}_1}{\Delta\varepsilon_2} & \frac{\boldsymbol{\sigma}_1^{(3)} - \boldsymbol{\sigma}_1}{\Delta\varepsilon_6} \\ \frac{\boldsymbol{\sigma}_2^{(1)} - \boldsymbol{\sigma}_2}{\Delta\varepsilon_1} & \frac{\boldsymbol{\sigma}_2^{(2)} - \boldsymbol{\sigma}_2}{\Delta\varepsilon_2} & \frac{\boldsymbol{\sigma}_2^{(3)} - \boldsymbol{\sigma}_2}{\Delta\varepsilon_6} \\ \frac{\boldsymbol{\sigma}_6^{(1)} - \boldsymbol{\sigma}_6}{\Delta\varepsilon_1} & \frac{\boldsymbol{\sigma}_6^{(2)} - \boldsymbol{\sigma}_6}{\Delta\varepsilon_2} & \frac{\boldsymbol{\sigma}_6^{(3)} - \boldsymbol{\sigma}_6}{\Delta\varepsilon_6} \end{bmatrix} \quad (43)$$

La Figure A1.1 illustre l'évolution des 9 composantes de la matrice tangente, lors d'un chargement de traction suivi d'un chargement de cisaillement plan.

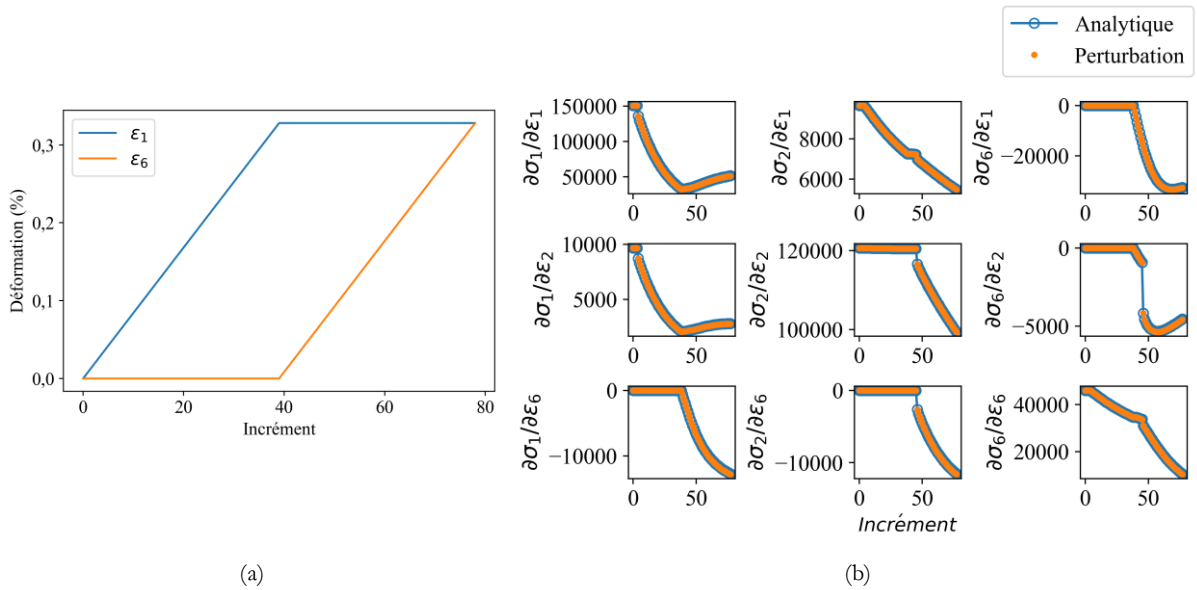


Figure A1.1 – Chargement appliqué : traction (direction 1) et en cisaillement plan (a) et comparaison des évolutions de la matrice tangente (b)

Cette méthode semble plus simple à mettre en place puisqu'elle ne repose que sur le calcul de la loi de comportement. Cependant, elle peut être coûteuse : dans le cas d'un modèle 2D, il est nécessaire de réévaluer le modèle 3 fois supplémentaires à chaque itération. La différence est encore plus flagrante en 3D, puis que 6 évaluations de la loi de comportement sont nécessaires. Le coût de calcul est donc élevé et peu pertinent lors d'une potentielle implémentation dans un code éléments finis. Aussi, cette méthode nécessite de prendre des précautions lors de certains chargements tels que $-\varepsilon_6$. Dans l'exemple illustré Figure A1.2, considérer un incrément de

déformation positif revient à calculer la tangente en décharge. Cependant, du fait de la fermeture des fissures, cette tangente n'est pas équivalente à la tangente en charge. L'implémentation de cette méthode permet de valider, assez rapidement, la matrice tangente analytique dans de nombreux cas. Il conviendra cependant d'être vigilant vis-à-vis des résultats obtenus (même si cela paraît plus simple, il est facile de faire des erreurs dans le calcul de la matrice tangente numérique) ainsi que de privilégier le calcul analytique qui sera souvent plus efficace.

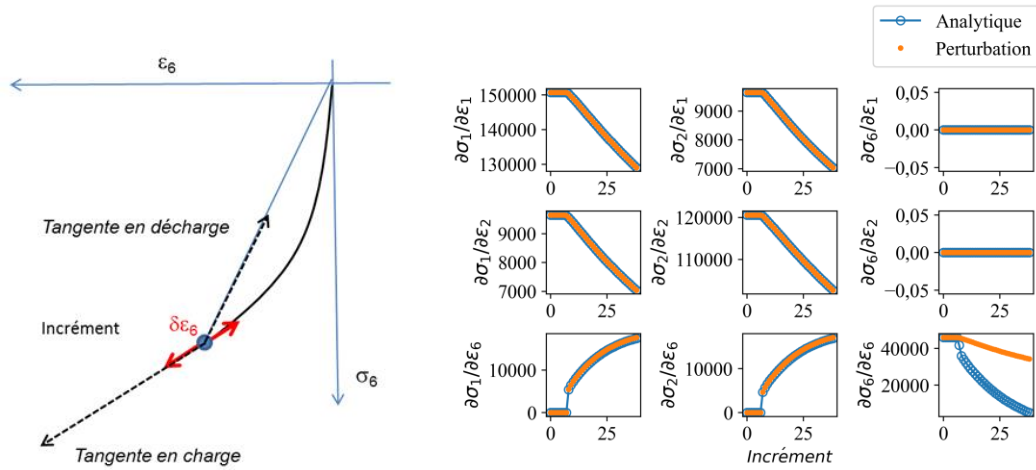
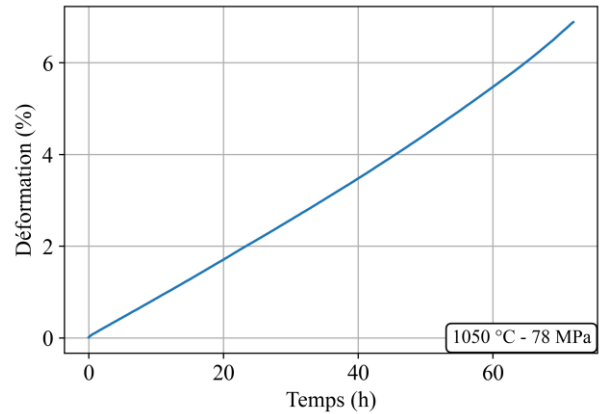
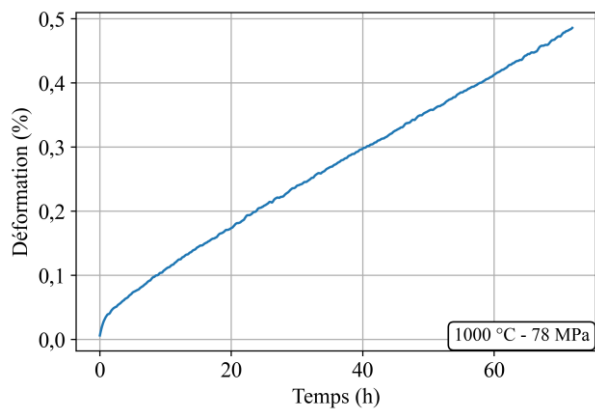
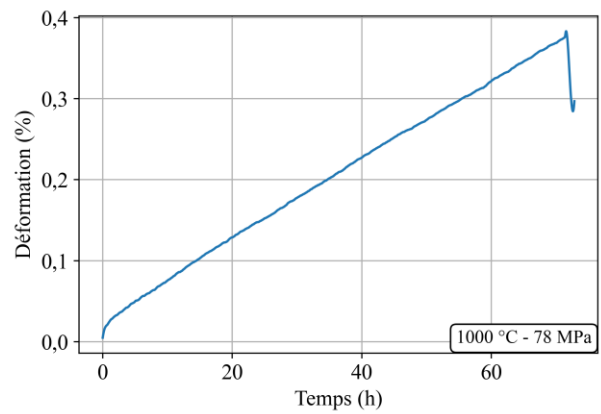
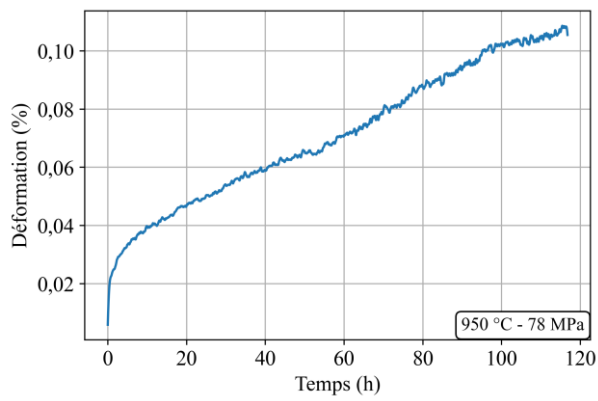
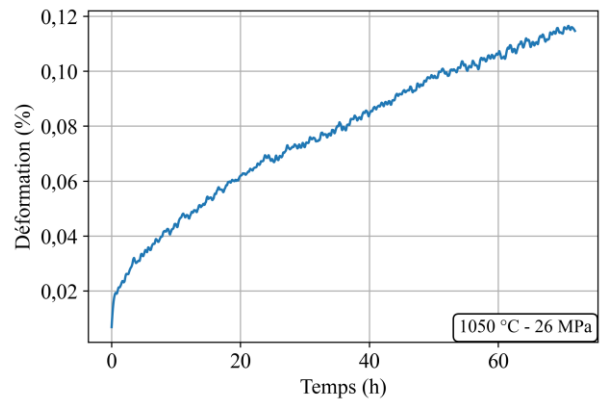
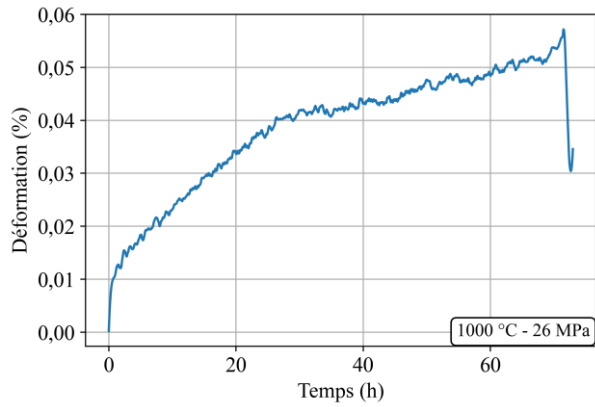


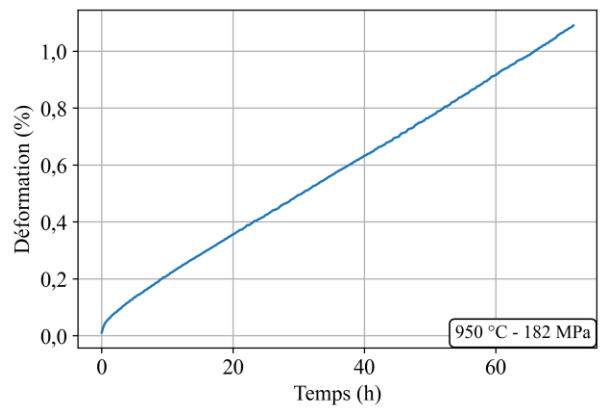
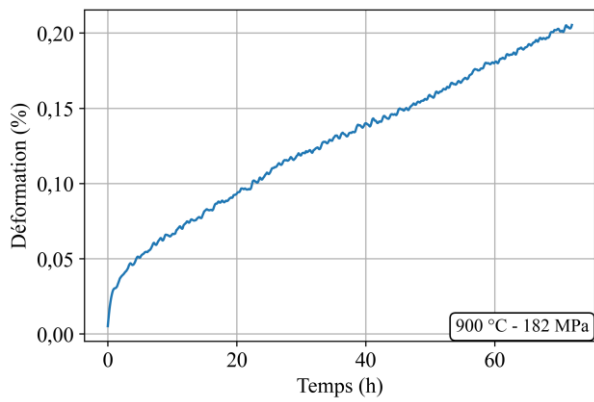
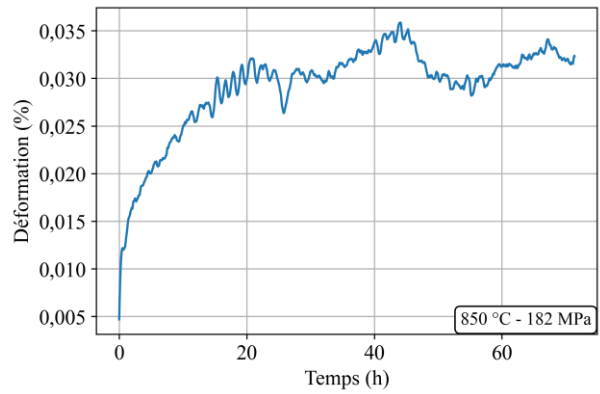
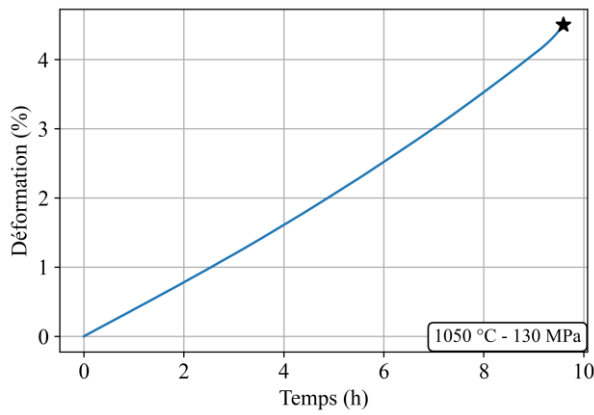
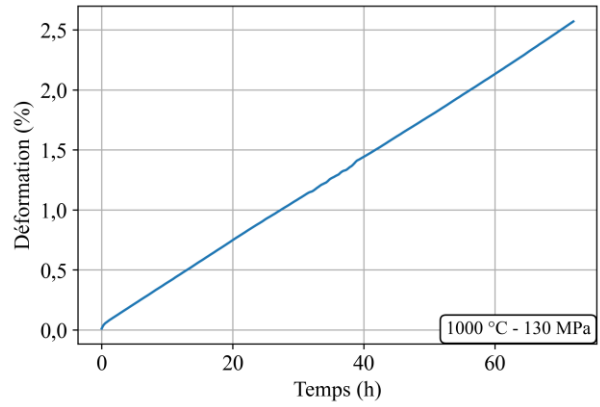
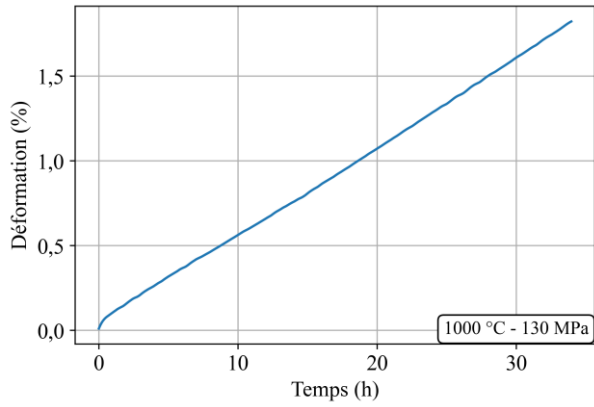
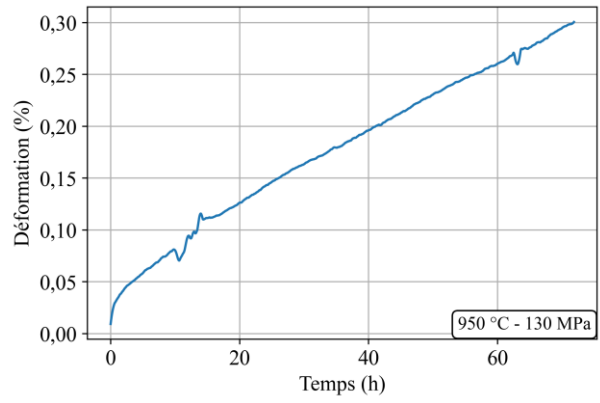
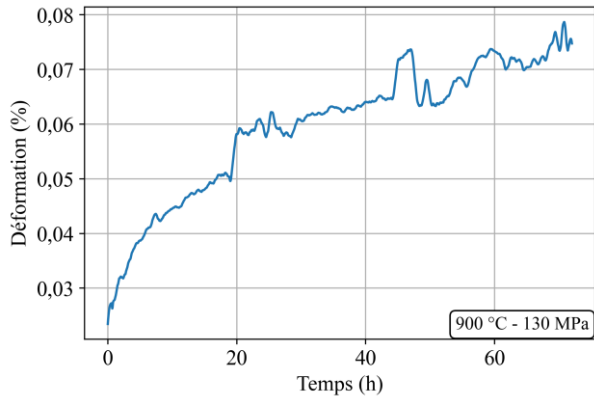
Figure A1.2 – Illustration de la tangente numérique lors d'un chargement en $-\varepsilon_6$

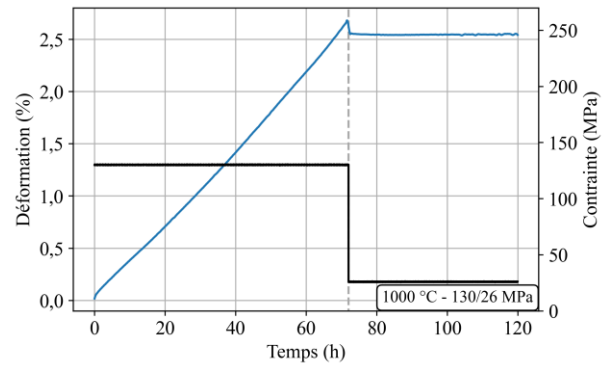
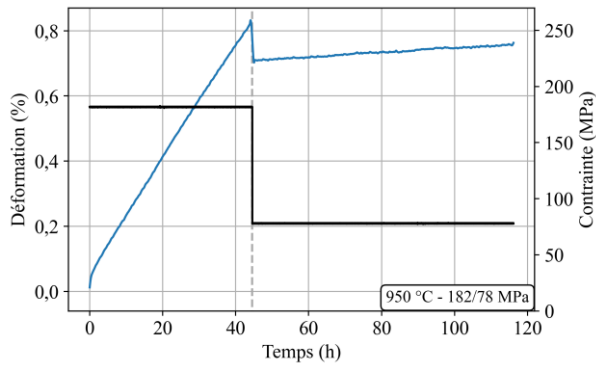
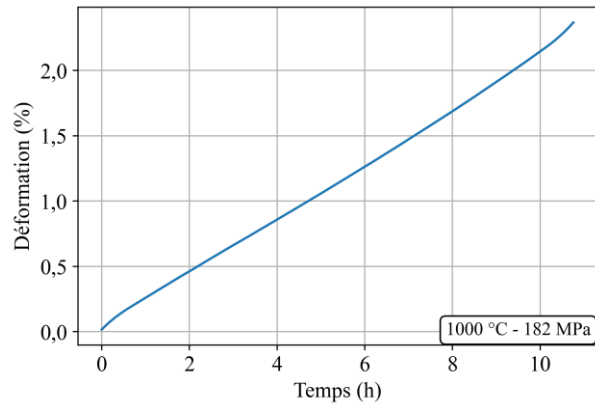
Annexe 2 : Essais de fluage en traction

L'ensemble des résultats d'essais de fluage réalisés en traction est présenté ci-dessous.



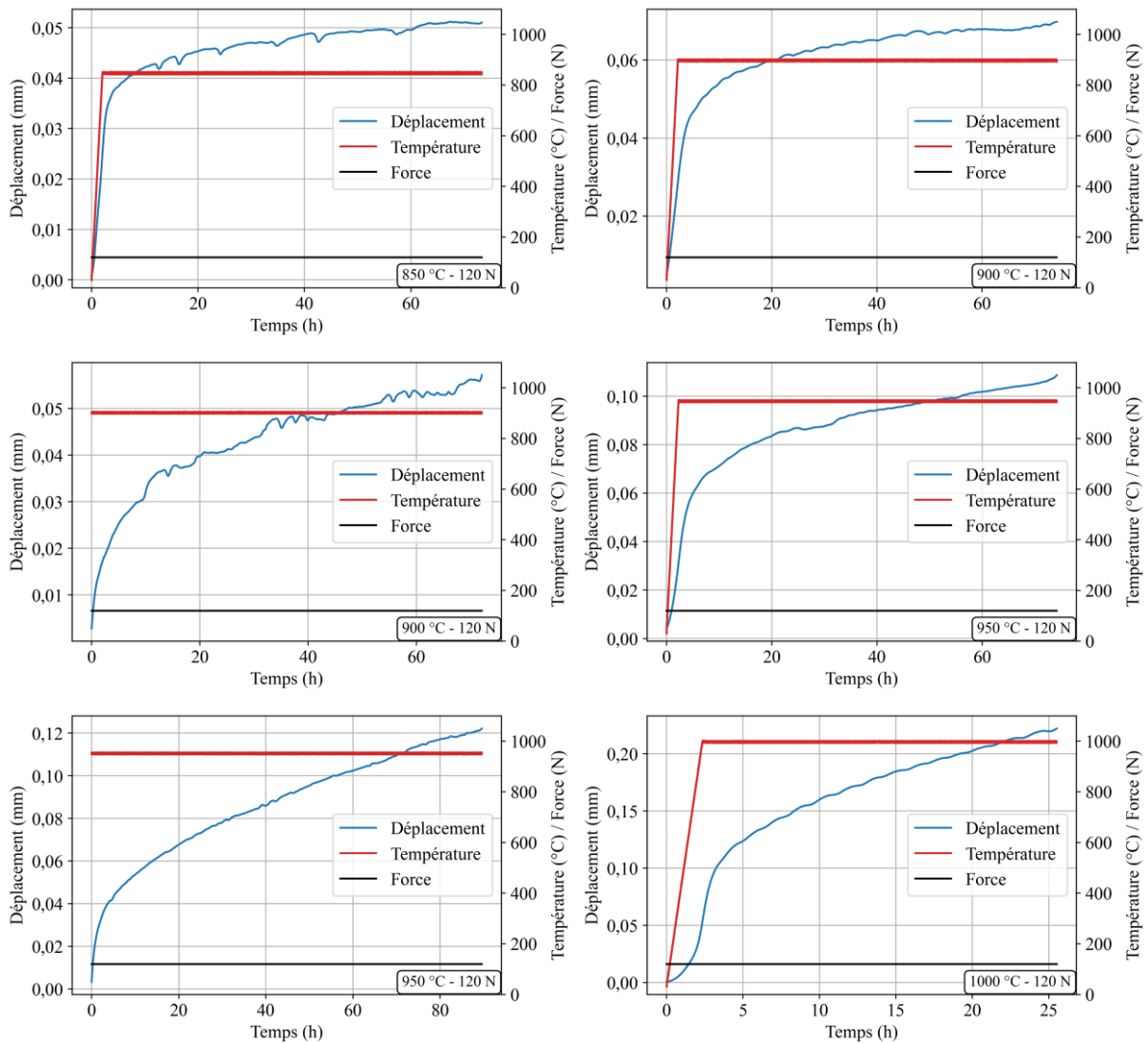
Annexe 2 : Essais de fluage en traction



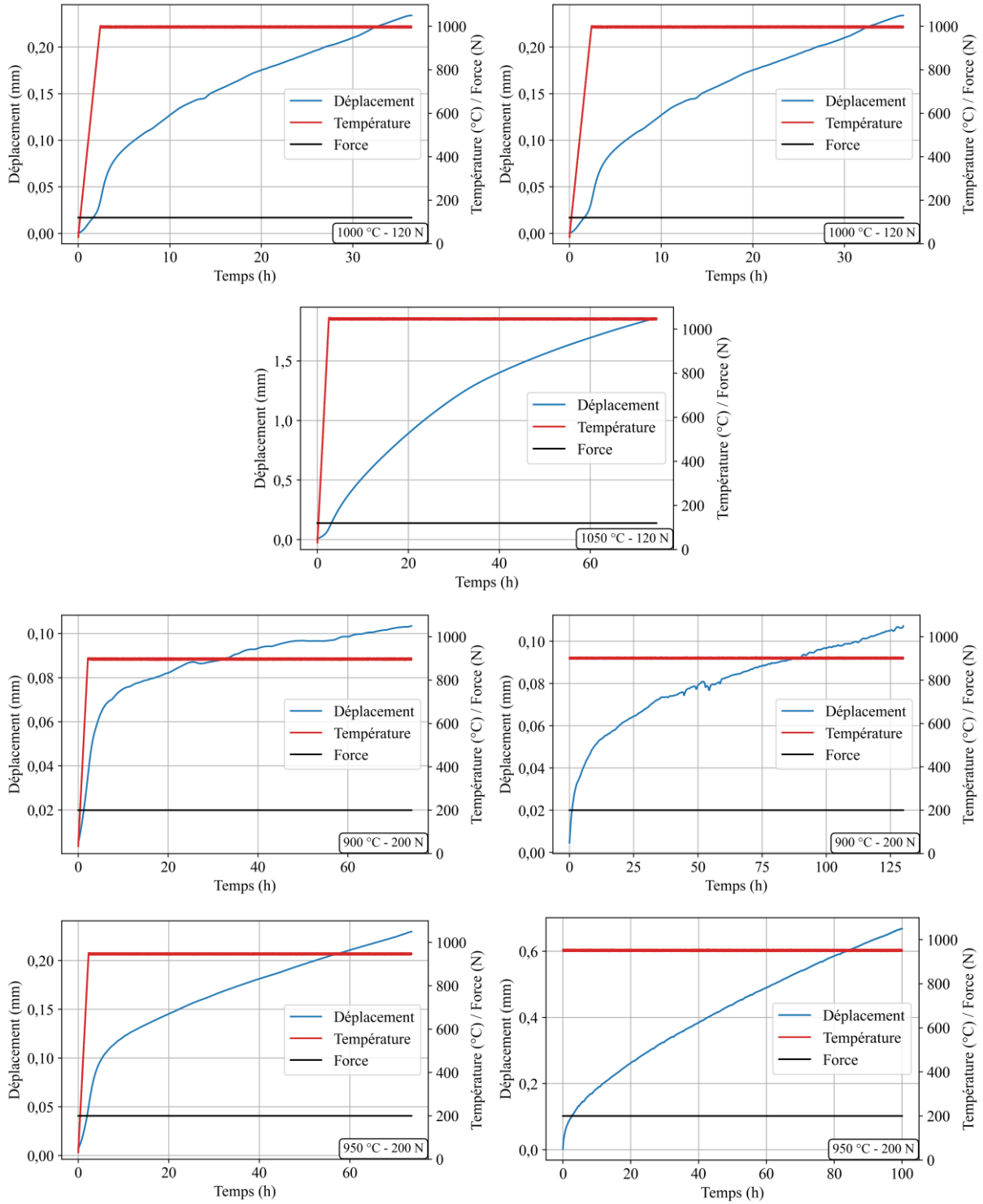


Annexe 3 : Essais de fluage en flexion 4 points

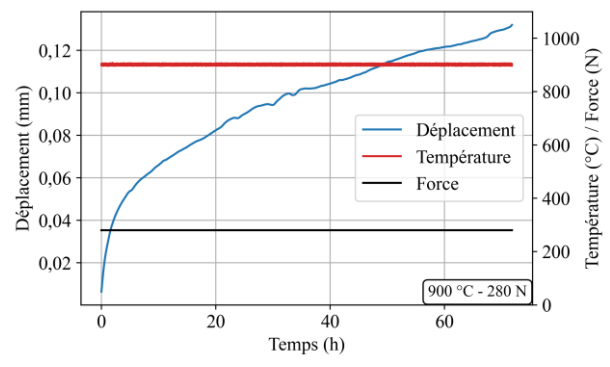
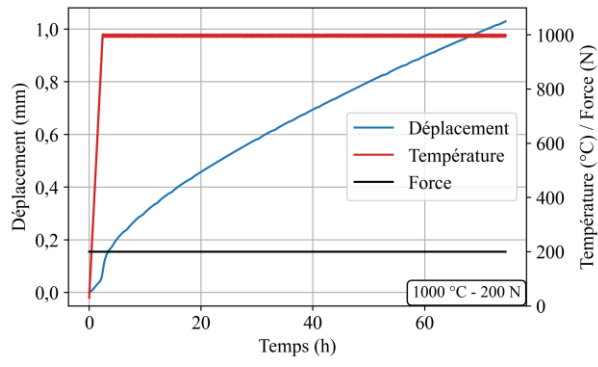
L'ensemble des essais de fluage en flexion 4 points réalisés est présenté ci-dessous. Pour des raisons pratiques, certains essais ont été réalisés en appliquant la charge avant la montée en température, cela ne changeant pas l'analyse du fluage stationnaire. Pour les autres, la charge a été appliquée après une heure de maintien en température.



Annexe 3 : Essais de fluage en flexion 4 points



Annexe 3 : Essais de fluage en flexion 4 points



Annexe 4 :

Généralisation de loi de fluage à un état de contraintes planes

L'utilisation de la loi de fluage développée en uniaxial dans la CLT nécessite son extension au comportement plan sous l'hypothèse des contraintes planes. La loi de Norton puis le terme viscoélastique sont généralisés aux chargements multiaxiaux.

Deux précautions sont à prendre en compte vis-à-vis de la formulation ci-dessous :

- Le comportement en fluage à 45° des renforts n'a pas été étudié. La forme simple choisie devra être modifiée en fonction du comportement observé.
- La différence de comportement en compression n'est pas introduite. Une modification de la formulation sera nécessaire pour obtenir une loi unifiée. Il faut d'ailleurs noter que peu d'études sont consacrées à la définition d'une loi de fluage asymétrique [128]. Dans la formulation d'E. Blond *et al.* la vitesse de déformation s'écrit comme la somme de deux termes, un pour la traction et l'autre pour la compression qui s'activent en fonction du signe de la contrainte.

A4.1 Généralisation de la loi de Norton aux chargements multiaxiaux

La déformation totale ($\boldsymbol{\varepsilon}$) est la somme de la déformation élastique ($\boldsymbol{\varepsilon}^{el}$) et de la déformation viscoplastique ($\boldsymbol{\varepsilon}^{vp}$) :

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}^{el} + \boldsymbol{\varepsilon}^{vp} \quad (\text{A4-1})$$

La loi de comportement permet d'exprimer le tenseur des contraintes ($\boldsymbol{\sigma}$) en fonction de la déformation élastique et du tenseur de rigidité (\mathbb{Q}^0) :

$$\boldsymbol{\sigma} = \mathbb{Q}^0 : \boldsymbol{\varepsilon}^{el} = \mathbb{Q}^0 : (\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^{vp}) \quad (\text{A4-2})$$

La généralisation de la loi de Norton passe par la définition de la contrainte équivalente ($\|\boldsymbol{\sigma}\|$) :

$$\|\boldsymbol{\sigma}\| = \sqrt{\boldsymbol{\sigma} : \mathbb{S}^R : \boldsymbol{\sigma}} \quad (\text{A4-3})$$

Avec \mathbb{S}^R le tenseur des souplesses visqueuses. Cette contrainte équivalente permet d'introduire la multiaxialité du chargement et ainsi que l'anisotropie du comportement visqueux du matériau. La définition des deux tenseurs de souplesse \mathbb{S}^0 et \mathbb{S}^R permet de définir une anisotropie différentes pour les mécanismes élastiques et visqueux.

On peut alors définir la déformation viscoplastique par l'intermédiaire de sa dérivée :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{vp} = a \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \|\boldsymbol{\sigma}\|^{n-1} \cdot \mathbb{S}^R : \boldsymbol{\sigma} \quad (\text{A4-4})$$

A4.2 Écriture d'une loi viscoplastique à écrouissage isotrope

Comme en uniaxial, le modèle est inscrit dans le cadre classique de la thermodynamique des milieux continus et le potentiel thermodynamique d'Helmholtz (Ψ) est écrit de manière tensorielle :

$$\Psi = \frac{1}{2\rho} [(\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^v - \boldsymbol{\varepsilon}^{th}) : \mathbb{Q}^0(T) : (\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^v - \boldsymbol{\varepsilon}^{th}) + \boldsymbol{\xi} : \mathbb{Q}^R(T) : \boldsymbol{\xi}] \quad (\text{A4-5})$$

Avec ρ la masse volumique, $\boldsymbol{\varepsilon}$ la déformation totale, $\boldsymbol{\varepsilon}^v$ et $\boldsymbol{\xi}$ les variables internes représentant respectivement la déformation visqueuse et le mécanisme d'écrouissage, \mathbb{Q}^0 le tenseur d'élasticité et \mathbb{Q}^R le tenseur visqueux.

La déformation thermique s'exprime :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^{th} = \alpha(T) \cdot (T - T^0) \quad (\text{A4-6})$$

Les forces thermodynamiques découlent du potentiel :

$$\begin{aligned} \boldsymbol{\sigma} &= \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} = \mathbb{Q}^0(T) : (\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^v - \boldsymbol{\varepsilon}^{th}) \\ \boldsymbol{\sigma}^v &= \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}^v} = \mathbb{Q}^0(T) : (\boldsymbol{\varepsilon}^v + \boldsymbol{\varepsilon}^{th} - \boldsymbol{\varepsilon}) = -\boldsymbol{\sigma} \\ \boldsymbol{\chi} &= \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\xi}} = \mathbb{Q}^R : \boldsymbol{\xi} \end{aligned} \quad (\text{A4-7})$$

Les lois d'évolution des variables internes sont définies par l'Equation (5-9) :

$$\begin{aligned} \dot{\boldsymbol{\xi}} &= \frac{1}{\tau} (g(\boldsymbol{\sigma}) \cdot \mathbb{S}^R : \boldsymbol{\sigma} - \boldsymbol{\xi}) \\ \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^v &= g(\boldsymbol{\sigma}) \cdot \dot{\boldsymbol{\xi}} + a(T) \cdot f(\boldsymbol{\xi}) \cdot \mathbb{S}^R : \boldsymbol{\sigma} \end{aligned} \quad (\text{A4-8})$$

avec τ le temps caractéristique du mécanisme visqueux $\boldsymbol{\xi}$.

En choisissant les scalaires a , $f(\boldsymbol{\xi})$ et τ positifs et les tenseurs \mathbb{S}^R et \mathbb{Q}^R (avec $\mathbb{S}^R = (\mathbb{Q}^R)^{-1}$) comme définis positifs, l'inégalité de Clausius et par conséquent l'admissibilité thermodynamique sont donc trivialement vérifiées.

Les formes suivantes sont alors proposées pour les fonctions $g(\boldsymbol{\sigma})$ et $f(\boldsymbol{\xi})$:

$$\begin{aligned} g(\boldsymbol{\sigma}) &= 1 + \gamma \cdot ({}^t \boldsymbol{\sigma} : \mathbb{S}^R : \boldsymbol{\sigma})^{p_1} \\ f(\boldsymbol{\xi}) &= ({}^t \boldsymbol{\xi} : \mathbb{Q}^R : \boldsymbol{\xi})^{p_2} \end{aligned} \quad (\text{A4-9})$$

avec γ et p_1 les paramètres de non linéarité de la viscoélasticité. En particulier, $\gamma = 0$ traduit le cas d'une viscoélasticité linéaire. Le paramètre p_2 permet de compléter la non-linéarité du fluage primaire pour retrouver l'exposant n de la loi de Norton durant le fluage secondaire.

Quelques hypothèses adaptées au matériau étudié permettent la simplification du modèle. En supposant que la matrice est élastique endommageable et que les seules fibres contrôlent le fluage, les tenseurs visqueux peuvent être écrits sous la forme :

$$\mathbb{S}^R = (\mathbb{Q}^R)^{-1} = \begin{bmatrix} 1/\beta_1 & 0 & 0 \\ 0 & 1/\beta_2 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (\text{A4-10})$$

Dans le but de garder un modèle simple, la viscoélasticité est supposée linéaire, soit $\gamma = 0$ et donc $g(\boldsymbol{\sigma}) = 1$. Le tissu est considéré équilibré, les directions 1 et 2 sont considérées équivalentes, soit $\beta_1 = \beta_2 = \beta$ (homogène a un module).

L'évolution des variables internes se réécrit donc :

$$\begin{aligned}\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^v &= \dot{\boldsymbol{\xi}} + a(T) \cdot f(\boldsymbol{\xi}) \cdot \mathbb{S}^R : \boldsymbol{\sigma} \\ \dot{\boldsymbol{\xi}} &= \frac{1}{\tau} (\mathbb{S}^R : \boldsymbol{\sigma} - \boldsymbol{\xi}) \\ f(\boldsymbol{\xi}) &= ({}^t \boldsymbol{\xi} : \mathbb{Q}^R : \boldsymbol{\xi})^{p_2}\end{aligned}\tag{A4-11}$$

Les conditions de l'Equation (A4-12) permettent, comme en uniaxial, de retrouver la loi de Norton identifiée expérimentalement lors d'une sollicitation en traction pure dans l'axe des renforts.

$$\begin{aligned}p_2 &= \frac{n-1}{2} \\ a(T) &= A \beta^{p_2+1} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)\end{aligned}\tag{A4-12}$$

La formulation complète du modèle est finalement donnée par les équations (5-19) :

$$\begin{aligned}\boldsymbol{\sigma} &= \mathbb{Q}^0(T) : (\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^v - \boldsymbol{\varepsilon}^{th}) \\ \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^v &= \dot{\boldsymbol{\xi}} + a(T) \cdot f(\boldsymbol{\xi}) \cdot \mathbb{S}^R : \boldsymbol{\sigma} \\ \dot{\boldsymbol{\xi}} &= \frac{1}{\tau} (\mathbb{S}^R : \boldsymbol{\sigma} - \boldsymbol{\xi}) \\ f(\boldsymbol{\xi}) &= ({}^t \boldsymbol{\xi} : \mathbb{Q}^R : \boldsymbol{\xi})^{p_2}\end{aligned}\tag{A4-13}$$

RÉSUMÉ

L'utilisation de composites oxyde/oxyde est envisagée dans la réalisation de moteurs aéronautiques de nouvelle génération. Ces matériaux ont été étudiés à température ambiante et à des températures supérieures à 1100°C. Dans ce travail, le comportement mécanique du matériau élaboré à l'ONERA a été investigué de l'ambiante jusqu'à 1300 °C. Deux types de comportement très différents, qui se chevauchent à une température d'environ 800 °C, ont pu être distingués grâce à des essais de traction. A basse température, le comportement du matériau est de type élastique-endommageable. Au-delà, un comportement visqueux apparaît progressivement, pouvant conduire à des déformations anélastiques de plusieurs pourcents. Par rapport aux résultats obtenus en traction à basse température, le comportement en flexion a révélé une dissymétrie entre traction et compression. Le comportement en compression demeure très proche de l'élasticité linéaire observée à basses contraintes en traction. Des essais de flexion réalisés in situ sous MEB ont mis en évidence l'apparition d'un endommagement en traction dès 150 MPa. Le comportement endommageable a été décrit par une loi inspirée de la famille des modèles ODM (ONERA Damage Model) développés à l'ONERA. Une adaptation de la loi s'est avérée nécessaire pour rendre compte de l'effet de la température. Les paramètres de la loi de comportement en traction ont été identifiés, un calcul par éléments finis des essais de flexion permettant de valider le modèle proposé. L'introduction de la loi d'endommagement dans la théorie des stratifiés (CLT), couramment employée pour l'étude d'empilements complexes de composites, a abouti sur une modélisation de la réponse du matériau en flexion. Ces résultats de simulation ont été discutés par une confrontation avec l'expérience. Une analyse statistique de la résistance à la rupture en flexion a été conduite à température ambiante et à 800 °C. Le module de Weibull, qui caractérise la dispersion, n'est pas paru significativement affecté par la température. Enfin, le fluage du matériau a été étudié en traction et en flexion 4 points. Une très forte prééminence du stade stationnaire a été observée. La vitesse de déformation constante associée a été décrite en traction par une loi de Norton couplée à un terme d'Arrhenius. En parallèle, une modélisation du comportement visqueux reposant sur le principe de la CLT a été proposée.

MOTS CLÉS

Composites à matrice céramique (CMC) ; Oxyde/oxyde ; Comportement mécanique ; Modèle d'endommagement ; Haute température ; Fluage

ABSTRACT

The use of oxide/oxide composites is envisaged in the design of new generation aeronautical engines. These materials were studied at room temperature or at high temperature (>1100°C). The mechanical behaviour of the material developed at ONERA was studied in this case from room temperature to 1300°C. The characterisation carried out in traction allowed us to distinguish two very different types of behaviour which overlap at a temperature of about 800 °C. At low temperatures, the material's behaviour is elastic and damaging. Above this temperature, a viscous behaviour progressively appears, leading to anelastic deformations of several percent. Compared to the results obtained in tension at low temperatures, the behaviour in bending revealed a dissymmetry between tension and compression: unlike tension, compression does not cause damage, the behaviour remaining very close to the elastic domain observed in tension. Bending tests carried out in a SEM have made it possible to highlight this dissymmetry by revealing damage in tension starting at 150 MPa. The damageable behaviour was described by a law inspired by the family of ODM models developed at ONERA. An adaptation of the law was necessary to account for the effect of temperature. The parameters of the behaviour law in tension were identified. A finite element calculation of the bending tests validated the proposed model. The introduction of the damage constitutive equation in the classical laminate theory (CLT), commonly used for the study of complex composite laminates, led to a modelling of the material response in bending. These simulations were validated by comparison with experimental results. A statistical analysis of the bending strength was conducted at room temperature and at 800°C. The Weibull modulus, which characterises the dispersion, is not affected by temperature.

Finally, the creep of the material was studied in tension and 4-point bending. A very strong predominance of stationary creep was observed. The creep kinetics in tension was identified by a Norton law coupled with an Arrhenius term. In parallel, a model based on the CLT was proposed for the modelling of viscous behaviour.

KEYWORDS

Ceramic matrix composites (CMC); Oxide/oxide; Mechanical behaviour; Damage modelling; High temperature; Creep