



HAL
open science

Modélisation du comportement de céramiques projetées plasma sous choc par simulation discrète à l'échelle de la microstructure

Vincent Longchamp

► To cite this version:

Vincent Longchamp. Modélisation du comportement de céramiques projetées plasma sous choc par simulation discrète à l'échelle de la microstructure. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. HESAM Université, 2024. Français. NNT : 2024HESAE018 . tel-04687911

HAL Id: tel-04687911

<https://pastel.hal.science/tel-04687911v1>

Submitted on 4 Sep 2024

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

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

ÉCOLE DOCTORALE SCIENCES ET MÉTIERS DE L'INGÉNIEUR

Institut de Mécanique et d'Ingénierie (I2M)
Campus de Bordeaux

THÈSE

présentée par : Vincent LONGCHAMP

soutenue le : 27 mars 2024

pour obtenir le grade de : Docteur d'HESAM Université

préparée à : École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité : Mécanique-Matériaux

Modélisation du comportement de céramiques
projetées plasma sous choc par simulation discrète à
l'échelle de la microstructure

Thèse dirigée par :

M. GIRARDOT Jérémie

Et co-encadrée par :

M. ANDRÉ Damien et M. MALAISE Frédéric

M. Thibault DE RESSÉGUIER
M. David JAUFFRES
M. Nicolas LECONTE
M. Pascal FORQUIN
M. Marc HUGER
M. Vincent MAZEL
M. Jérémie GIRARDOT
M. Frédéric MALAISE
M. Damien ANDRÉ

Directeur de Recherche CNRS,
Maître de Conférence,
Ingénieur - Chercheur,
Professeur des Universités,
Professeur des Universités,
Professeur des Universités,
Ingénieur - Chercheur,
Ingénieur - Chercheur,
Maître de Conférence,

Institut Pprime
SIMAP, Univ. Grenoble Alpes
ONERA
3SR, Univ. Grenoble Alpes
IRCER, Univ. Limoges
I2M, Univ. Bordeaux
I2M, ENSAM
CEA/DAM/CESTA
IRCER, Univ. Limoges

Jury

Président
Rapporteur
Rapporteur
Examinateur
Examinateur
Examinateur
Examinateur
Invité

T
H
È
S
E

*Ah bah voilà !
C'est pas moi qu'explique mal,
c'est les autres qui sont cons !*

Perceval de Galles,
Kaamelott, Livre IV, Épisode 71

Remerciements

Je tiens à remercier tous ceux qui m'ont accompagné durant ces trois années de thèse et qui ont contribué de près ou de loin à la réussite de ce travail.

Tout d'abord, je remercie mon encadrement, à savoir : **Jérémie Girardot**, **Frédéric Malaise** et **Damien André**. Ils ont su répondre à mes interrogations et m'orienter dans le monde de la recherche ; univers que j'ai beaucoup apprécié grâce à eux. Je tiens à souligner aussi la confiance dont ils ont fait preuve en me laissant beaucoup d'autonomie dans la réalisation de ces travaux. Je remercie **Fred** pour tout le temps passé à corriger les très nombreuses présentations et rapports en tout genre, ainsi que tous ses conseils et le temps consacré à faire le lien avec le **CEA**. Merci aussi à **Damien** pour son aide précieuse avec GranOO et l'organisation de mes séjours à Limoges. Enfin, merci à **Jérémie** pour m'avoir accompagné sur le plan scientifique, pour les longues discussions de «juste 5 min».

Je remercie par ailleurs tous les membres du jury qui ont accepté d'évaluer mon travail, et en particulier les deux rapporteurs **Nicolas Leconte** et **David Jauffres**, pour avoir pris le soin de relire en détails mon manuscrit et pour leurs retours de qualités. J'ai aussi réellement apprécié le temps d'échange où de nombreux aspects scientifiques ont été abordés en profondeur. Je remercie **Thibault de Resseguier**, en tant que président du jury, pour la bonne gestion de ce temps d'échange, mais aussi en tant que professeur pour ses cours de master sur la dynamique des chocs que j'ai suivi à l'**ENSMA** et qui m'ont conduit à poursuivre dans ce domaine.

J'en profite aussi pour remercier le **CEA-CESTA**, où j'ai commencé par un stage de fin d'études avec **Bertrand**, ce qui a renforcé mon attrait pour la recherche et poussé à y faire cette thèse. Merci à tous les doctorants, post-doctorant et chercheurs avec qui j'ai pu discuter et avoir des échanges très instructifs. En particulier **Joane**, la seule avec qui je pouvais discuter pendant des heures de méthodes de traitements d'images, ainsi que **Corentin**, avec qui on s'est bien creusé la tête sur ESTHER. Merci aussi à **Isabelle** pour avoir suivi mes travaux avec intérêt.

Je tiens à remercier tous ceux qui ont pu m'apporter un support technique : **Chan-**

tal pour l'organisation des nombreuses missions ; **Jean-Luc** qui a réalisé les campagnes d'essais laser au GCLT ; **Pierre Carles** et **Yann Launay** à l'IRCER pour les observations MEB-FIB et les découpes d'échantillons.

Je remercie aussi **Louise Le Barbenchon** pour l'aide et les explications qu'elle a pu me fournir ainsi que le fameux template Beamer. Enfin, merci à **Solenn Le Mouroux** et **Alexandre Vicaud** pour les nombreuses discussions sur la propagation d'ondes, les EOS et tous les aspects numériques qui en découlent.

Outre l'aspect scientifique et technique, cette thèse ne serait pas ce qu'elle est sans l'ambiance extraordinaire de l'I2M en particulier grâce aux doctorants, post-docs et stagiaires dont la liste est très longue : **Marie Pirotais, Julien Bourbon, Pierre Plumel, Sarah Milhomme, Hugo Roirand, Rahul Subramanian, Simon Lottier, Aude Louessard, Aymen Danoun, Mathilde Zani, Chloe Douin, Bruno Vuillod, Henri Laccasagne, Camille Jodelet, Elisabetta Urso, Romain Chevalier, Julie Liegey, Morgane Suhas, Xavier Majnoni d'Intignano, Herick Rodrigues, Ricardo Guevara, Laurent Pacot, Luc Gerber et Cyril Nicard.**

Une mention très spéciale à la team dynamique : **Luc Bremaud, Vincent Fournier, Quentin Henry, Kevin Marchais, Maxime Wetta, Alexandre Vicaud, Ariane Gauge, Cédric Mignot, Camille Buros, David Kerihuel, Mathieu Weber, Solenn Le Mouroux.**

Les parties de tarots le midi avec **Julien, Luc, Pierre, Hugo** et **Aurore** ; et les gâteaux du mercredi lors de la « bascule » ont agréablement rythmé chaque semaine. Les sorties à la plage du Porge, le spot préféré de **Xavier**, ou Lacanau pour le surf (dont la cheville d'**Ariane** se souvient encore) ont aussi été un moyen très efficace pour dissiper le stress. Notons aussi les aller-retour express à Cauterets pour skier une journée et cette sortie en ski de rando mémorable grâce à **Quentin**. Enfin, l'escalade avec **Bruno, Chloé** et **Corentin** ; le badminton avec **Morgane, Cyril, Laurent, Maxime** et les séances d'abdos où **Ariane** m'a entraîné avec **Camille**, m'ont aussi permis de garder un bon équilibre face aux journées passées sur l'ordinateur à GranOOiller.

Par ailleurs, je tiens à remercier tout particulièrement plusieurs personnes qui sont devenues de véritables amies durant cette thèse.

Morgane Suhas, ma partenaire de badminton préférée, qui a aussi toujours su apporter une bonne humeur exceptionnelle au labo, parce qu'en plus d'être toujours prête à aider comme en faisant la nounou des roumilloux, elle est aussi extrêmement drôle, surtout lorsqu'il s'agit du « Tœuf » ou de $J\Phi$ avec son fameux $\chi\chi$.

Merci à **Julie Liegey**, pour la bonne ambiance au bureau, toutes les soirées et

nombreux afterworks, surtout au **Planet Pool** à coup d'entre-deux-mers.

Merci à **Ariane Gauge**, qui est sûrement la personne qui m'a le plus encouragé et soutenu dans les derniers mois difficiles de rédaction.

Merci à l'exceptionnel **Luc Bremaud**, au début un collègue de GranOO, mais très vite un binôme de thèse et finalement un excellent ami avec qui j'ai quasiment tout partagé durant ces trois années et c'était génial (surtout le passage aux urgences lorsque mon genou a affronté les rails de tram). Ce fut une réelle chance d'avoir une personne avec qui échanger sur des aspect scientifiques et techniques pointus, s'entraider avec les plugIns GranOO, mais aussi faire toutes les conférences et afterwork ensemble.

Enfin je tiens à remercier chaleureusement **Aurore Leclercq**. Tout à commencé avec des scripts Python pas gentils et des conseils de présentations pour éviter de faire des «Vincent», mais c'est rapidement devenue une amie incroyable qui a pris une place très importante avec son soutien inconditionnel pour me motiver et me donner confiance, même en étant de l'autre coté de l'Atlantique. C'est aussi Aurore qui m'a offert mes deux roumilloux **Australe** et **Boréale**, qui m'accompagnent tous les jours avec leurs Kouick-Kouick et qui sont devenus de vraies stars.



Boréale et Australe, par Chloé Douin

Bien entendu, je remercie aussi tous mes amis hors du labo, notamment la team des Michels avec **Paul Thomas**, **Alexandre Tzeou Hah Fauline** et **Nicolas Helleboid**, pour les sessions jeux-vidéos hebdomadaires. Et mes amis de la Ch'asso, pour les

nombreux weekends festifs (coucou **Bonnie Lacour** et bon courage à **Jean-Hugues Beaux** et **Florian Gouhier**). Merci aussi à **Damien Morin** et **Loric Torres**, même si le trek en Andore se rapprochait plus à une tentative de meurtre. Et enfin, merci à **Nelson Larnaudie** pour l'accueil lors de mon passage au Canada.

Pour finir, je remercie ma famille, en particulier mes parents **Alexandra** et **Marc**, qui m'ont permis de réaliser ces études, qui m'ont toujours soutenu, et qui ont pris le temps de relire ce manuscrit pour le rendre lisible en corrigeant un maximum de fautes.

Résumé

Les revêtements en céramique obtenus par projection plasma (APS) ont une microstructure poreuse et micro-fissurée qui a un effet non négligeable sur les propriétés mécaniques lors d'impact de micro-débris ou de choc laser. En effet, la microstructure permet d'atténuer les ondes de compression, ce qui peut s'avérer utile pour réaliser des revêtements de protection. Dès lors, la caractérisation du lien entre la microstructure et les propriétés sous des sollicitations dynamiques, est nécessaire pour exploiter le potentiel de ces matériaux, mais la compréhension des mécanismes qui interviennent reste encore limitée.

Cette thèse s'intéresse aux possibilités offertes par la méthode des éléments discrets (MED) pour modéliser, à l'échelle de la microstructure, des matériaux hétérogènes comme les céramiques projetées plasma. Une stratégie de création de domaines numériques 3D représentant la microstructure est proposée. Elle est fondée sur de l'analyse d'images volumiques obtenues par MEB-FIB : la porosité est détectée puis traitée selon son échelle, afin d'être reproduite numériquement. Des simulations sont réalisées sur les modèles pour étudier l'effet de la microstructure sur la propagation d'ondes de compression, obtenir des lois de comportement macroscopique et étudier l'endommagement induit.

Mots clés : Méthode des Éléments Discret, Microstructure, Comportement dynamique, Céramiques projetées plasma, Endommagement

Abstract

Ceramic coatings obtained by plasma spraying (APS) have a porous, micro-cracked microstructure that has a significant effect on mechanical properties when subjected to micro-debris impact or laser shock. The microstructure attenuates compression waves, which can be useful for protective applications. Consequently, characterization of the microstructure-properties link, under dynamic loading, is necessary to exploit the potential of these materials, but understanding of the mechanisms involved is still limited. This thesis focuses on the possibilities offered by the discrete element method (DEM) for modelling heterogeneous materials such as plasma-sprayed ceramics at the microstructure scale. A strategy for creating 3D numerical domains representing the microstructure is proposed. It is based on the analysis of volume images obtained by FIB-SEM : porosity is detected and then processed according to its scale, in order to be reproduced digitally. Simulations are carried out on the models to study the effect of the microstructure on the propagation of compression waves, to obtain macroscopic behavior laws and to study the induced damage.

Keywords : Discrete Element Method, Microstructure, Dynamic behavior, Plasma Sprayed Ceramics, Damage

Table des matières

Remerciements	I
Résumé	VII
Abstract	IX
Table des matières	X
Liste des acronymes	XII
Introduction et contexte	01
1 Céramiques projetées par plasma : microstructure et comportement	05
1.1 Introduction	06
1.2 Microstructure des dépôts plasma	10
1.3 Lien entre le procédé et la microstructure	21
1.4 Lien entre microstructure et comportement mécanique	26
1.5 Comportement sous sollicitations dynamiques	43
1.6 Conclusions	50
2 Outils numériques pour la modélisation de microstructures poreuses	51
2.1 Modélisation numérique de la microstructure	52
2.2 Comportement à partir de la microstructure	62
2.3 Conclusions	68
3 Discrétisation spatiale 3D : de l’observation FIB au modèle discret	69
3.1 Acquisition 3D de la microstructure de PSCC	70
3.2 Description des méthodes de traitement d’image	77
3.3 Séparation pore/fissure par analyse d’image	88
3.4 Discrétisation avec la MED	99
3.5 Discussion sur la taille des éléments	107
3.6 Conclusions	112
4 Simulation de la propagation d’ondes en 2D avec la MED	113
4.1 Cas d’un milieu dense	114
4.2 Cas d’un milieu poreux idéal	121
4.3 Comparaison à l’expérience de choc laser	126
4.4 Conclusions	147

5	Étude du comportement sous haute pression en 3D	149
5.1	Choix des paramètres	150
5.2	Compression triaxiale	155
5.3	Conclusions	166
6	Effet de la vitesse de déformation sur la rupture en traction	167
6.1	Vitesse et rupture : état des connaissances	168
6.2	Protocoles de simulations	175
6.3	Application à une microstructure réelle 3D	186
6.4	Conclusions	188
	Conclusion générale et perspectives	189
	Références bibliographiques	193
	Annexes	223
A	Propriétés mécaniques de la Zircone Stabilisée à l'Yttrium dense	223
B	Notions d'élasticités et propagation d'ondes mécaniques	225
C	Micrographies MEB	229
D	Effet du traitement d'image sur la détection des porosités	235
E	Complément sur la séparation pores/fissures	239
F	Généralités sur la méthode des éléments discrets - <i>GranOO</i>	243
G	Géométrie dans l'espace	249
H	Diffusion numérique	255

Liste des acronymes

APS Air Plasma Spray
AS Agglomerated and Sintered
BS Bonded to Substrat
CAPRIC-DYN CérAmique PRocédé MICrostructure - DYNamique
CEA Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives
CESTA Centre d'Études Scientifiques et Technique d'Aquitaine
CB *Contact-Beam*
DEM Discrete Element Method
DFH Denoual-Forquin-Hild
DFT Discrete Fourier Transform
DWT Discrete Wavelet Transform
ES Élément Structurant
EBSD Electron BasckScattered Diffraction
ESRF European Synchrotron Radiation Facility
FC Fused and Crushed
FCI Fusion par Confinement Inertiel
FEM Finite Element Method
FFT Fast Fourier Transform
FIB Focused Ion Beam
FS Free Standing
FSZ Fully Stabilized Zirconia
GEPI Générateur Électromagnétique de Pression Intense
GCLT Générateur de Choc Laser Transportable
HIP Hot Isostatic Pressing
HOSP Hollow Spherical Powder
I2M Institut de Mécanique et d'Ingénierie
IET Impulse Excitation Technique
IRCER Institut de Recherche sur les Céramiques
LCM Linked Cell Method
LMJ Laser Méga-Joule

MEB Microscope Électronique à Balayage
MED Méthode des Éléments Discrets
MEF Méthode des Éléments Finis
NLM Non-Local Means
PSCC Plasma Sprayed Ceramic Coating
PSZ Partially Stabilized Zirconia
RUS Resonance Ultrasound Spectroscopy
SANS Small-Angle Neutron Scattering
SC Single Cristal
SESI Secondary Electrons Secondary Ions
SG Sol-Gel
SHPB Split Hopkinson Pressure Bar
SPS Suspension Plasma Spray
TBC Thermal Barrier Coating
TSZ Tetragonal Stabilized Zirconia
TRX Tomographie aux rayons-X
UCS Uniaxial Compression Strength
UTS Uniaxial Tensile Strength
VER Volume Élémentaire Représentatif
VISAR Velocity Interferometer System for Any Reflector
VH Vélodimétrie Hétérodyne
VRH Voight-Reuss-Hill
V0 vitesse nul
VL vitesse linéaire
VH vitesse hétérogène
YSZ Yttria Stabilized Zirconia

Introduction et contexte

Les céramiques trouvent de nombreuses applications industrielles grâce à leur bonne résistance mécanique et thermique, ainsi que leur stabilité chimique et bonne résistance à la corrosion. Elles sont généralement employées sous forme de revêtement afin de protéger et d'augmenter les performances d'autres matériaux. Une technique utilisée pour réaliser des revêtements « épais » ($>100\ \mu\text{m}$) est la projection plasma. Cette technique, bien qu'étudiée depuis plusieurs décennies, reste encore émergente au niveau industriel où elle est principalement utilisée pour la réalisation de barrières thermiques (**TBC**) dans le secteur aéronautique. En effet, la complexité du procédé et les coûts associés à la création de revêtements en céramiques par projection plasma (**PSCC**) ne sont justifiés que pour des applications de haute technicité où leur emploi permet une augmentation significative des performances. La mise en œuvre de **PSCC** est généralement réservée à des applications très particulières. Par exemple, sur les aubes de turbines de turboréacteur qui sont confrontées à des gaz corrosifs très chauds, l'utilisation de **TBC** permet un gain significatif d'efficacité grâce à l'augmentation des températures de fonctionnement [1].

Un autre environnement confronté à des conditions thermo-mécanique sévères est la chambre d'expérience du **Laser Méga-Joule (LMJ)** (*cf.* Figure 1a). Cette installation, située sur le site du **CEA-CESTA**, est utilisée pour étudier la matière sous des conditions de pression et température extrêmes, notamment lors de l'amorçage de réaction de **Fusion par Confinement Inertiel (FCI)**. Lors de ces expériences, plusieurs faisceaux laser sont focalisés sur une cible en or contenant un mélange de deutérium-tritium, afin de générer un plasma de fusion (*cf.* Figure 1b). Au cours des expériences, il est nécessaire de protéger les instruments de mesure et les dispositifs placés au voisinage du centre de la chambre contre les conditions de température, pression, et les éventuels micro-débris hyper-véloces qui sont générés lors des expériences [2, 3]. Les revêtements en céramique projetée plasma sont envisagés pour venir compléter les systèmes de protection actuels. En effet, les nombreux pores et fissures présents dans le matériau contribuent à atténuer les ondes de choc mécaniques. Cependant, contrairement aux céramiques conventionnelles qui sont couramment utilisées dans les applications de blindage, le

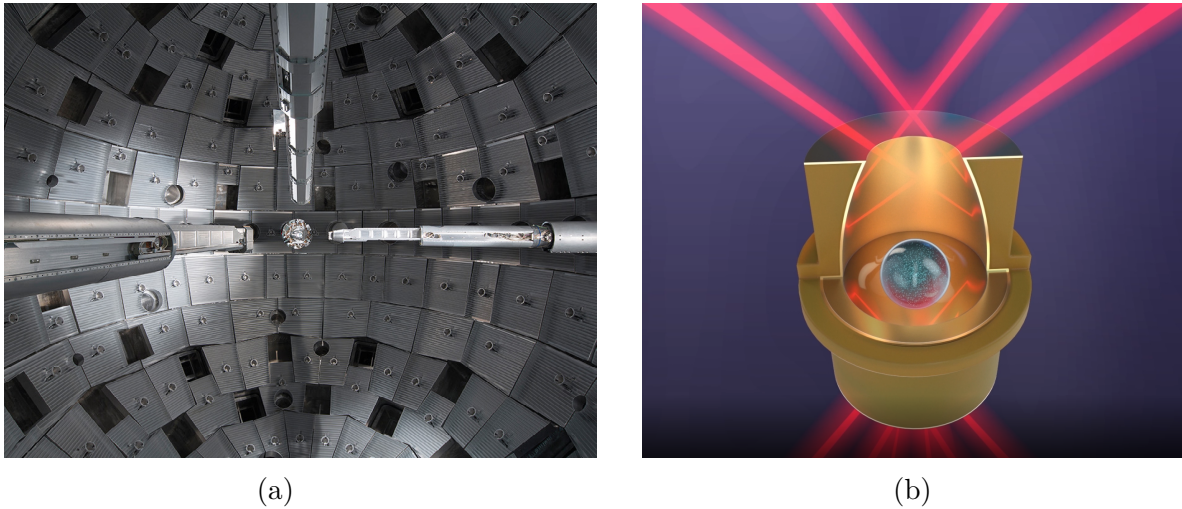


FIGURE 1 – Intérieur de la chambre d’expérience du LMJ (a) et cible utilisée pour les expériences de FCI (b).

comportement mécanique des PSCC en terme d’atténuation des ondes et d’endommagement induit, reste encore méconnu, en particulier sous des sollicitations dynamiques intenses. Par ailleurs, si la porosité peut effectivement contribuer à atténuer des ondes mécaniques au niveau macroscopique, elle entraîne aussi une dégradation des propriétés mécaniques, notamment avec une diminution de la contrainte à rupture due aux concentrations de contrainte générées par les porosités. Un compromis doit donc être trouvé pour optimiser les performances.

Pour répondre à ce besoin, le Commissariat à l’Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives (CEA), l’Institut de Mécanique et d’Ingénierie (I2M) et l’Institut de Recherche sur les Céramiques (IRCER), se sont associés au sein du projet de recherche CérAmique PRocédé MICrostructure - DYNamique (CAPRIC-DYN). Ce projet vise d’une part, à améliorer les connaissances actuelles sur le lien entre le procédé de projection plasma et la microstructure, et d’autre part, à mieux comprendre et caractériser l’effet de la microstructure sur le comportement mécanique. À plus long terme, une compréhension et une caractérisation fine des liens procédé - microstructure - comportement (*cf.* Figure 2), permettront de contrôler et d’optimiser le comportement mécanique via le procédé (processus dénommé *microstructural engineering* [4]). Toutefois, au vu des échelles de temps (\sim ns) et d’espace ($<$ μ m) très faibles mises en jeu, l’étude expérimentale des phénomènes physiques impliqués dans la propagation d’ondes et l’endommagement en lien avec la microstructure restent très complexes.

Ces travaux de thèse s’insèrent dans le volet du projet qui consiste au développement d’une modélisation physico-numérique permettant d’étudier le lien microstructure - comportement. Celui-ci a pour but d’améliorer la compréhension des phénomènes mis en jeu, d’aider au dimensionnement et de faire un pas vers l’optimisation et le

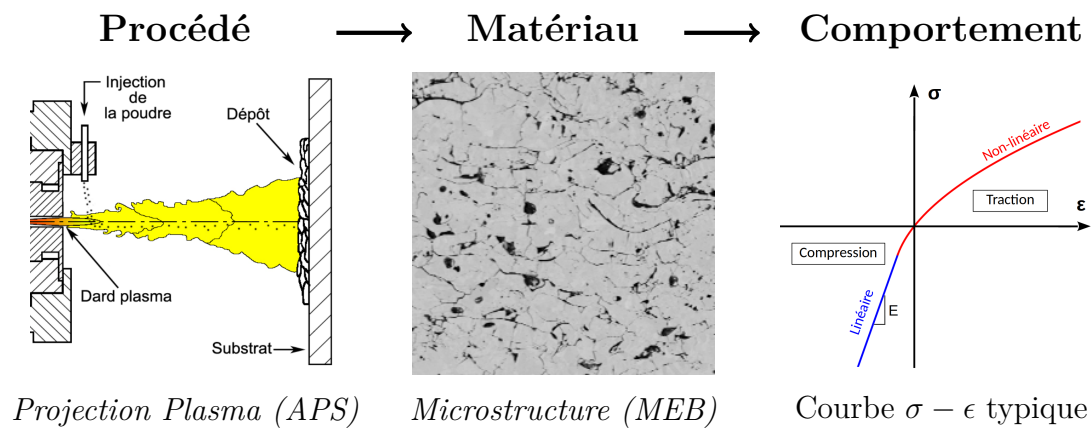


FIGURE 2 – Triptyque au cœur du projet **CAPRIC-DYN**.

contrôle du comportement *via* la microstructure. Actuellement, les outils numériques utilisés consistent en des modélisations à l'échelle macroscopique utilisant des lois de comportement homogènes équivalentes. Celles-ci nécessitent d'être calibrées avec des expériences en laboratoire qui ne permettent pas une étude approfondie de l'influence de la microstructure. Une approche plus locale, à l'échelle de la microstructure, doit être mise en œuvre. C'est le principe des approches de simulations *micro-mécaniques* [5] où la microstructure est représentée explicitement. Le problème est alors *multi-échelle* car les dimensions de la microstructure ($< \mu\text{m}$) sont très inférieures aux dimensions macroscopiques des revêtements ($\sim \text{mm}$) sur lesquelles les expériences sont effectuées. Ainsi, il est généralement impossible d'utiliser une modélisation micromécanique directement sur les structures macroscopiques d'intérêt et une stratégie de changement d'échelle doit alors être établie.

Pour être utile, un tel modèle doit dans un premier temps permettre de reproduire correctement les tendances et phénomènes observés expérimentalement, c'est-à-dire être qualitatif. Cela permettra alors d'étudier précisément les phénomènes physiques qui interviennent lors de la propagation d'ondes mécaniques et de l'endommagement. Par ailleurs, il serait possible de comparer l'effet de différentes microstructures entre elles. À terme, l'obtention de résultats quantitatifs pourrait fournir un modèle prédictif, c'est-à-dire qui serait capable d'estimer le comportement uniquement à partir d'observations de la microstructure et de simulations numériques.

Cependant, malgré les nombreuses avancées dans le domaine de la simulation numérique, le problème soulevé reste très ardu, entre autres à cause de la complexité de la microstructure des **PSCC** et de la multitude de phénomènes physiques complexes à prendre en compte afin de restituer correctement leur comportement. En effet, les nombreuses discontinuités présentes initialement dans la microstructure, puis celles créées lors de l'activation de la fissuration au cours de sollicitations mécaniques, mettent en

défaut les approches numériques classiques basées sur la mécanique des milieux continus telle que la méthode des éléments finis et ses dérivées. Dans cette thèse, l'intérêt est porté sur un autre type d'approche qui semble mieux adapté à la modélisation de milieux fragiles pouvant se compacter et se fragmenter. L'approche retenue est basée sur la **Méthode des Éléments Discrets (MED)**.

Ce manuscrit est divisé en six chapitres. Le premier chapitre expose l'état des connaissances actuelles sur les céramiques projetées plasma. Les outils numériques permettant de modéliser des microstructures sont ensuite présentés dans le chapitre 2. Le chapitre 3 décrit la démarche de modélisation adoptée. La **MED** est utilisée pour reproduire des microstructures réelles 3D de **PSCC** à partir d'observations volumiques obtenues par **FIB**. Cette modélisation est appliquée dans le chapitre 4 pour simuler la propagation d'ondes, notamment les ondes de choc générées lors d'expériences de chocs laser. Les deux derniers chapitres portent sur l'étude du comportement mécanique d'échantillons de zircone yttrée (**YSZ**) obtenus par projection plasma (**APS**) en vue de nourrir des lois de comportement macroscopiques : le chapitre 5 étudie le comportement sous compression intense tandis que le chapitre 6 explore les effets de la vitesse de déformation sur la contrainte apparente à rupture.

À la suite de la conclusion générale du travail, plusieurs perspectives sont proposées.

Chapitre 1

Céramiques projetées par plasma : microstructure et comportement

Contenu

1.1	Introduction	06
1.1.1	Matériaux étudiés	06
1.1.2	Projection thermique par jet de plasma	08
1.2	Microstructure des dépôts plasma	10
1.2.1	Méthodes de caractérisation de la microstructure	10
1.2.2	Analyse de la microstructure	14
1.2.3	État de la matière	17
1.2.4	Résumé	20
1.3	Lien entre le procédé et la microstructure	21
1.3.1	État thermo-cinétique des particules	21
1.3.2	Influence de la morphologie de la poudre	22
1.3.3	Influence de la température du substrat	24
1.3.4	Conclusion	24
1.4	Lien entre microstructure et comportement mécanique	26
1.4.1	Méthodes expérimentales	26
1.4.2	Analyse phénoménologique	28
1.4.3	Influence de la microstructure sur les propriétés élastiques	31
1.4.4	Modèles analytiques	33
1.4.5	Liens procédé - comportement	39
1.4.6	Influence des porosités sur la propagation d'ondes	40
1.5	Comportement sous sollicitations dynamiques	43
1.5.1	Moyens expérimentaux	43
1.5.2	Principaux mécanismes	44
1.5.3	Discussion	49
1.6	Conclusions	50

1.1 Introduction

1.1.1 Matériaux étudiés

Le terme *céramique industrielle* désigne une classe de minéraux non organiques et non métalliques. Il s'agit généralement d'oxydes, de carbures et de nitrures comme par exemple l'alumine (Al_2O_3), le carbure de silicium (SiC) et le nitrure de chrome (CrN). Les céramiques se distinguent des autres matériaux par leurs propriétés thermomécaniques. Sur le plan thermique, ce sont des matériaux réfractaires avec des températures de fusion élevées ($> 1000^\circ\text{C}$) ainsi que des conductivités et dilatations thermiques généralement plus faibles que celles des métaux. D'un point de vue mécanique, elles sont caractérisées par des modules élastiques et une résistance à la compression très importants. Enfin ce sont aussi des matériaux résistant à l'oxydation et aux attaques chimiques.

De fait, les céramiques trouvent des applications dans des domaines industriels divers [6, 7]. Leur dureté et leur résistance à la compression les rendent intéressantes pour des applications de blindage [8]. Leur résistance à l'usure contribue à leur essor dans des domaines où les frottements et l'abrasion sont dimensionnant, comme l'intérieur des cylindres de moteurs thermiques ou les outils de découpe [9, 10]. Leur caractère inerte (chimiquement) permet leur utilisation dans le domaine biomédical pour notamment réaliser des prothèses [11]. Enfin, les céramiques sont compatibles avec des environnements chauds et corrosifs comme les turbines à gaz [1, 12]. La recherche dans ce domaine est particulièrement fournie, car l'augmentation des températures de fonctionnement des turbines à gaz conduit à une amélioration de leur efficacité énergétique et par conséquent une réduction des émissions de dioxyde de carbone [13, 14].

Le dioxyde de zirconium ou zircone (ZrO_2) est couramment utilisé comme **Thermal Barrier Coating (TBC)** notamment du fait de sa faible conductivité thermique ($\sim 1 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$) et de sa grande résistance aux chocs thermiques [15]. La zircone pure existe sous quatre formes cristallographiques différentes en fonction des conditions de température et de pression : une phase monoclinique (M), une phase quadratique (Q) et une phase cubique (C) à l'équilibre thermodynamique, et une phase orthorhombique (hors équilibre) [16]. Lors de la fabrication, la zircone passe d'une phase monoclinique à température ambiante à une phase quadratique à 1170°C , puis cubique à 2370°C , avant d'atteindre la température de fusion de 2680°C . Le refroidissement jusqu'à la température ambiante entraîne une transformation martensitique de la phase quadratique vers la phase monoclinique qui s'accompagne d'une dilatation volumique de 4% [16, 17]). Cela conduit généralement à la ruine des pièces à cause des contraintes internes générées et du caractère fragile du matériau. C'est pourquoi, la zircone est toujours associée à des

dopants sous la forme d'oxydes, comme MgO , CaO ou Y_2O_3 , afin de stabiliser la phase cubique ou quadratique à basse température. Le dopant le plus fréquemment utilisé est l'oxyde d'yttrium ou yttrine (Y_2O_3), qui assure la plus grande plage de stabilité (en terme de température), et une meilleure résistance à la corrosion [14].

La zircone stabilisée à l'yttrine (couramment dénommée *Yttria Stabilized Zirconia (YSZ)*), dont le diagramme de phase est présenté en Figure 1.1, possède une phase quadratique ou cubique à température ambiante [15]. La quantité de dopage à l'yttrine dépend essentiellement de l'application visée [16-18] :

- *Fully Stabilized Zirconia (FSZ)* : stabilisée entièrement sous forme cubique (plus de 8% mol. de Y_2O_3).
- *Partially Stabilized Zirconia (PSZ)* : mélange de phase cubique et phase quadratique (3 – 4% mol. de Y_2O_3),
- *Tetragonal Stabilized Zirconia (TSZ)* : partiellement stabilisée majoritairement en phase quadratique,

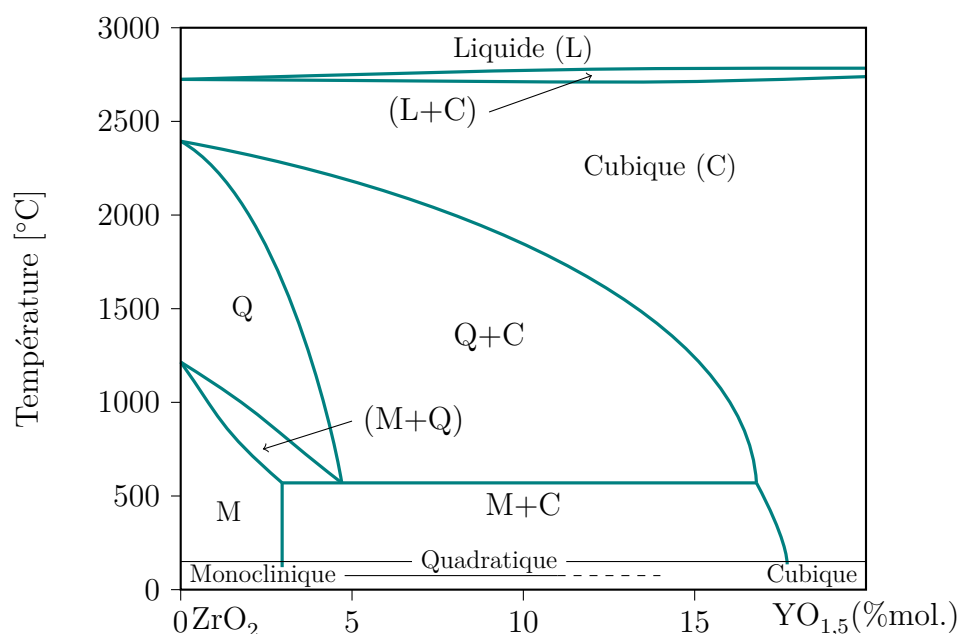


FIGURE 1.1 – Diagramme de phase du système zircone-yttrine (l'axe des abscisses est gradué en $\text{YO}_{1,5}$ % mol., ce qui correspond au double de Y_2O_3 % mol. [19]).

Pour les applications de barrières thermiques en aéronautique, un dopage à 4,5 % molaire¹ est privilégié, car il octroie une meilleure ténacité grâce à un phénomène de renforcement² [15, 16, 20]. Les dopages à 8 % molaire en Y_2O_3 , permettent une très

1. Dans le cas de l'yttrine, un dopage à 8% molaire (mol.) équivaut à 13,75% massique (wt.) [17].

2. Augmentation de la ténacité par changement de phase lors de la propagation de fissures

bonne conduction ionique, et sont plutôt utilisés pour les piles à combustible [17]. Les principales propriétés mécaniques de la YSZ dense sont fournies en Annexe A.

1.1.2 Projection thermique par jet de plasma

Le caractère fragile des céramiques et leur dureté rendent l'usinage des pièces difficile. Ainsi, même si le frittage est généralement utilisé pour fabriquer des pièces massives [21], cette technique ne permet pas la réalisation de pièces avec une grande complexité géométrique. Une autre technique consiste à réaliser des dépôts sur un substrat pour former un revêtement et ainsi bénéficier de meilleures performances mécaniques et thermiques. Différentes techniques de déposition existent en fonction de l'application visée. Les dépôts épais ($>100\ \mu\text{m}$) sont réalisés par projection thermique alors que les techniques de déposition par vapeur chimique (CVD) ou physique (PVD) sont plutôt utilisées pour les dépôts minces ($\sim 10\ \mu\text{m}$).

La projection thermique [22] désigne une catégorie de procédés qui repose sur l'utilisation d'une source de chaleur et d'un gaz qui permettent de liquéfier et projeter des particules de matière vers un substrat afin de créer un dépôt. En fonction du moyen de chauffe et du gaz vecteur, on retrouve les procédés de projection par flamme, plasma, arc électrique, canon à détonation ou *high velocity oxygen fuel* [23, 24]. Le choix d'un procédé dépend principalement du matériau d'apport et du type de dépôt à réaliser. Dans le cas des céramiques c'est essentiellement la projection plasma qui est employée car elle permet d'atteindre les températures nécessaires à leur fusion. Ce sont les revêtements obtenus avec ce procédé qui sont au centre de ce travail.

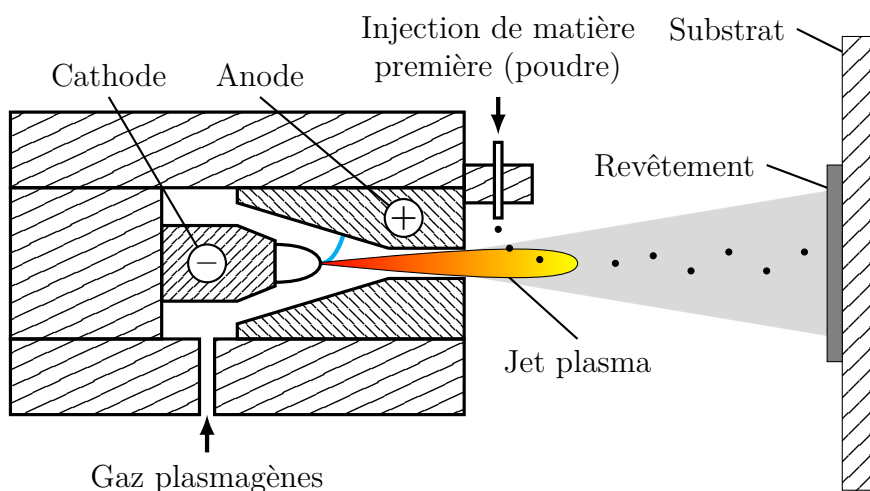


FIGURE 1.2 – Schéma du principe de fonctionnement d'une torche plasma (reproduit d'après [25]).

La projection plasma [26] repose sur l'utilisation d'une torche plasma dont le principe de fonctionnement est illustré en Figure 1.2. Un plasma est créé par ionisation de gaz plasmagènes grâce à un arc électrique. Celui-ci est généré par l'application d'une haute tension entre les deux électrodes de la torche. Le plasma est éjecté par une tuyère sous forme de jet à dont la vitesse atteint plusieurs centaines de mètres par seconde et une température de l'ordre de 10 000 K. La céramique est introduite dans le jet de plasma sous forme de poudre (10 à 120 μm) *via* un gaz porteur, les particules sont alors fondues et accélérées (50 – 500 m/s) en direction du substrat [27].

Un grand nombre de paramètres ont une influence sur le fonctionnement de la torche et *in-fine* sur la structure des revêtements [28]. Ils seront détaillés dans la partie 1.3 qui est consacrée au lien entre le procédé et la microstructure.

1.2 Microstructure des dépôts plasma

La projection plasma permet de créer des dépôts ayant une épaisseur comprise généralement entre 0,1 et 3 mm. Les surfaces recouvrables peuvent atteindre plusieurs mètres carrés. Il faut toutefois parfaitement maîtriser les réglages de la torche pour éviter un gauchissement de la pièce ou un délaminage à l'interface revêtement/substrat à cause d'une différence de dilatation thermique entre les deux matériaux. La projection a par ailleurs une grande influence sur la structure interne des revêtements, que ce soit en termes de porosités, d'organisations cristallographiques ou de contraintes internes. Ces caractéristiques microstructurales sont observées et leurs influences sont analysées depuis plus de trente ans [29] grâce à différentes techniques expérimentales qui sont présentés dans la sous partie suivante.

1.2.1 Méthodes de caractérisation de la microstructure

Le choix d'un moyen de mesure dépend du type de structure à caractériser et de l'échelle d'observation. Parmi les méthodes de caractérisation, il existe deux grandes catégories, à savoir les méthodes indirectes et les méthodes directes [24]. Les moyens de caractérisation des porosités sont présentés dans cette section, avant d'introduire les outils permettant l'analyse de l'état de la matière. Un état de l'art complet est proposé dans [30, 31].

Dans la suite de ce manuscrit, le terme « porosités » est utilisé pour désigner les pores et les fissures. Les porosités ouvertes, ou « débouchantes », sont reliées avec l'extérieur, tandis que les porosités fermées ne communiquent pas entre elles.

1.2.1.1 Méthodes directes

Les méthodes *directes*, fournissent des grandeurs relatives à la porosité sans traitement particulier. La méthode la plus simple (*precision-density method* [32]) pour estimer la porosité totale (p) consiste à mesurer la densité apparente (ρ_P) d'un échantillon *via* le rapport masse sur volume. Une comparaison avec la densité théorique du matériau dense (ρ_D) permet de déduire le taux de porosité total :

$$p = 1 - \rho_P / \rho_D. \quad (1.1)$$

La méthode d'immersion d'Archimède [33] permet de mesurer séparément les taux de porosité ouverte et fermée, en remplissant les porosités ouvertes avec un fluide (souvent de l'eau ou de l'huile). L'intrusion par mercure (MIP) [34, 35] permet d'obtenir la distribution en taille des porosités ouvertes. Enfin, la pycnométrie à l'hélium [33] est

utilisée de mesurer précisément la porosité totale, mais elle ne permet pas de faire la distinction entre la porosité ouverte et fermée.

Ces méthodes sont peu adaptées lorsque les fissures sont trop fines, car l'imprégnation par un fluide est difficile. D'autres méthodes utilisant des rayonnements comme le **Small-Angle Neutron Scattering (SANS)** [36] donnent quant à elles des informations sur l'orientation et l'épaisseur avec une précision pouvant aller jusqu'à 1 nm.

1.2.1.2 Méthodes indirectes

Les méthodes *indirectes* concernent la microscopie optique ou électronique et les techniques 3D comme la **Tomographie aux rayons-X (TRX)** [37] ou la tomographie **FIB** [38]. Elles fournissent des informations sous la forme d'images (2D) ou de volumes (3D) qui sont exploitées par analyse d'image [39].

Ces méthodes sont très polyvalentes et de plus en plus utilisées, car elles permettent de mesurer une multitude de grandeurs, en particulier la géométrie et la position exacte des structures d'intérêt, sous réserve d'avoir une assez bonne résolution et un traitement d'image adapté. En effet, un compromis est à trouver entre la taille du volume d'observation, qui doit être suffisamment grand pour être représentatif (*cf.* section 2.2.1), et la résolution spatiale (taille des voxels), qui doit être suffisamment petite pour observer toutes les structures d'intérêt. Ces deux grandeurs sont liées, comme indiqué en Figure 1.3. En général, le volume d'observation diminue avec l'augmentation de la

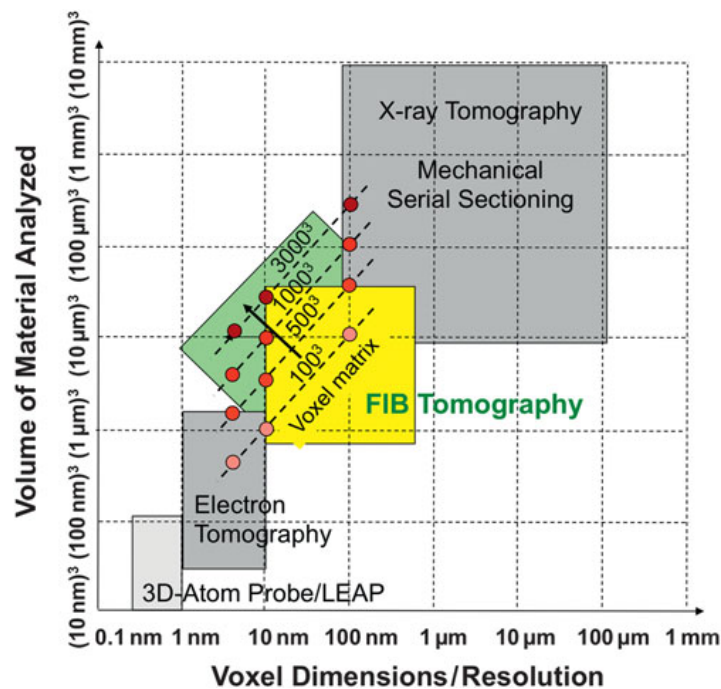


FIGURE 1.3 – Diagramme résolution - volume total, pour différents instruments de caractérisation 3D (extrait de [40]).

résolution. Pour des matériaux à structure multi-échelle (*ie.* tailles différentes entre les structures d'intérêt) il est nécessaire de combiner plusieurs techniques d'observation [41].

1.2.1.2.1 Tomographie aux rayons X

La **Tomographie aux rayons-X (TRX)** est une technique de caractérisation volumique non-destructive. Elle est basée sur l'absorption des rayons-X (qui varie en fonction du numéro atomique) par les différentes phases présentes dans l'échantillon. Les rayons-X traversent la matière et donnent une projection du volume sur un plan. Des mesures sont effectuées par rotation de l'échantillon ou du dispositif d'émission des rayons X autour d'un axe. La compilation des images obtenues par projection permet de reconstruire un volume (Figure 1.4) [42, 43].

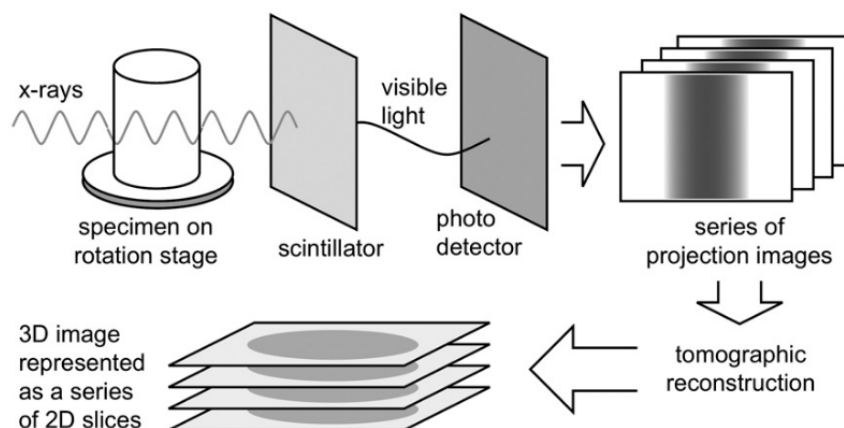


FIGURE 1.4 – Schéma du principe d'acquisition de volume par **TRX** (extrait de [43]).

La résolution spatiale et le volume total observable, varient en fonction de la nature (numéro atomique) du matériau, de la taille de l'échantillon et de l'intensité du faisceau de rayons-X. Elle est typiquement de l'ordre du micromètre pour les installations classiques disponibles en laboratoire, mais il est possible d'atteindre des résolutions de 25 nm avec des grandes installations comme l'**European Synchrotron Radiation Facility (ESRF)** [44, 45]. Cependant, il est tout de même nécessaire de disposer d'échantillons de l'ordre de la centaine de microns pour permettre le passage des rayons-X (moins de 100 μm pour avoir une résolution de 25 nm) [46].

1.2.1.2.2 Technique MEB-FIB

Le **Focused Ion Beam (FIB)**, est un instrument utilisé pour micro-usiner des échantillons. Le faisceau d'ions permet d'ablater de la matière, de découper et de creuser des éprouvettes. Il est également utilisé pour déposer des fines couches de matière à la

surface des échantillons [47]. En l’associant avec un **Microscope Électronique à Balayage (MEB)**, comme schématisé en Figure 1.5, il est possible de reconstruire un volume par succession d’érosions - acquisitions. Entre chaque observation **MEB**, une fine couche de matière est érodée avec le **FIB**. Plusieurs coupes 2D sont ainsi observées et une étape de reconstruction permet l’obtention d’un volume [47, 48]. Cette technique est destructive, mais la résolution est très fine (de l’ordre de 10 nm).

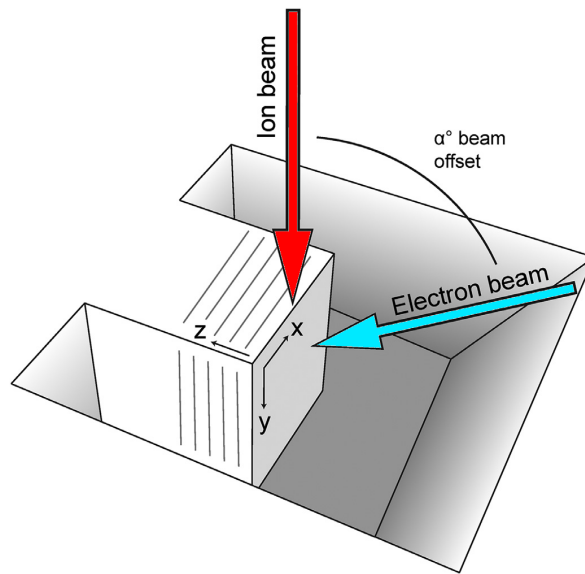


FIGURE 1.5 – Schéma du principe de fonctionnement d’un MEB-FIB – Le faisceau d’ions (rouge) érode progressivement le volume de matière et chaque tranche ou « slice » est observée grâce au faisceau d’électrons (bleu) (extrait de [38]).

Des artefacts, comme le *curtaining* et le *pore-back effect*, peuvent venir polluer les observations [38]. Le *curtaining* ou « effet rideaux » se manifeste par la création de stries dans le sens du faisceau d’ions. Ce problème est dû à la canalisation des ions et est particulièrement présent dans les matériaux poreux, car les pores concentrent les ions en un endroit. Le *pore-back effect* intervient aussi dans le cas de matériaux poreux à cause de la profondeur de champ du **MEB**. En effet, il est possible de voir le fond des pores sur les images **MEB**, ce qui peut rendre assez complexe les analyses automatiques et nécessite d’utiliser des méthodes de segmentation spécifique [49].

Un autre problème concerne la redéposition de la matière ablatée sur les bords du volume qui gêne l’observation des autres *slices*. Cet effet augmente avec la profondeur au fur et à mesure des attaques par le faisceau d’ions, d’où la réduction progressive de la zone d’observation. Il est possible de creuser des tranchées sur les cotés de la zone d’observations afin d’atténuer et de retarder ce problème, mais cette opération prend du temps. Outre ce phénomène, une autre limitation du volume maximal qu’il est possible de caractériser est lié au temps d’acquisition. Il faut environ une minute pour ablater une couche avec le **FIB**. L’épaisseur des couches est choisie en fonction de la résolution

du **MEB**. Ainsi, une profondeur de 20 μm avec une résolution de 20 nm est composée de 1000 images, soit 16 h d'acquisition, auxquelles il faut aussi ajouter le temps de préparation de la zone d'observation.

1.2.1.3 Autres techniques

Les grains dans le matériau peuvent être observés directement *via* un **MEB** sur des fractographies. L'utilisation d'un détecteur d'électrons rétro-diffusés (**EBSD**) permet de discerner les grains et leur orientation cristallographique. Il est aussi possible de connaître les phases cristallographiques grâce à cette méthode. Enfin, la diffraction par rayons-X fournit des diagrammes de diffraction qui permettent de remonter aux phases cristallographiques.

1.2.2 Analyse de la microstructure

Pour les métaux, le terme *microstructure* est généralement réservé à l'arrangement des grains. Dans le cas des **PSCC**, ce terme est couramment employé pour faire référence à la taille et l'arrangement des porosités dans la matière. Les microstructures obtenues par **APS** sont généralement de type lamellaire. Ce type d'arrangement est détaillé dans la partie suivante. Par ailleurs, il est possible d'obtenir d'autres types de microstructures en faisant varier les paramètres de projection plasma.

1.2.2.1 Structure lamellaire conventionnelle

Pendant la projection, les particules fondues s'étalent sur le substrat lors de leur impact. Les particules sphériques deviennent ainsi des *lamelles*, ou *splat*, ayant une forme cylindrique (Figure 1.6a) Après l'impact, elles se solidifient, et c'est l'empilement successif de plusieurs lamelles qui conduit à la formation d'un revêtement [26] comme illustré en Figure 1.6b. La dimension des lamelles dépend, entre autres, de la taille des particules. Leur épaisseur est généralement comprise entre 1 et 4 μm , avec un diamètre variant entre 50 et 300 μm [50-53]. Les processus d'étalement des lamelles, de solidification et de liaison entre les lamelles sont décrits plus précisément dans [54, 55]. L'étalement dépend principalement de la vitesse d'impact et de la viscosité, qui varient en fonction de la température. Le refroidissement est très rapide ($\sim 10^6 \text{ K s}^{-1}$) avec un gradient thermique très important dans l'épaisseur des lamelles à cause du substrat. Ceci induit une direction préférentielle de solidification [56]. La liaison entre les lamelles est une liaison interatomique forte, cependant elle n'est que partielle avec une moyenne de 32 % d'interfaces inter-lamellaires effectives [57].

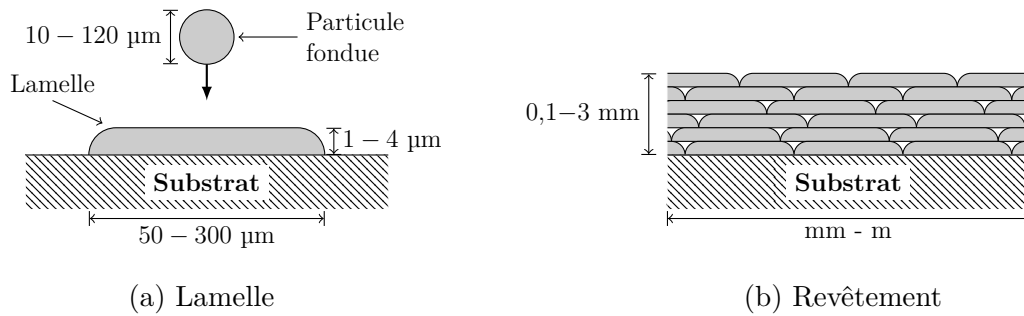


FIGURE 1.6 – Schématisation de la formation d'un revêtement (b) par projection plasma induit par l'étalement et la superposition de lamelles (a) (inspiré de [26]).

Les principaux types de porosités sont schématisés sur la Figure 1.7 et des exemples réels sont présentés sur les Figures 1.8 et 1.9. Ils sont classés en quatre catégories en fonction de leur géométrie et de leur origine physique [35, 36, 58, 59] :

- Les fissures inter-lamellaires : Situées entre les lamelles, elles résultent de la mauvaise adhérence des lamelles entre elles et sont plutôt orientées parallèlement au substrat. Leur longueur est de l'ordre de la largeur des lamelles et leur épaisseur est comprise entre 0,1 à 1 μm. [52, 60, 61]
- Les fissures intra-lamellaires : Situées dans l'épaisseur des lamelles, elles sont plutôt orientées perpendiculairement au substrat. Elles résultent de la relaxation des contraintes de trempe³. Ces *micro-fissures* ont une épaisseur d'environ 20 à 100 nm, une longueur de l'ordre de l'épaisseur des lamelles et sont espacées de 4 à 12 μm. [52, 60]
- Les macro-pores : Situées à la jonction entre plusieurs lamelles, ils ont des formes irrégulières de plusieurs micromètres. Ils sont générés suite à un mauvais recouvrement/étalement des lamelles et à l'emprisonnement de bulles d'air. Ces pores sont souvent regroupés avec les fissures inter-lamellaires dans la catégorie des *pores inter-lamellaire*. [27, 62, 63]
- Les micro-pores globulaires : Il s'agit d'inclusions d'air de taille micrométrique localisées à l'intérieur des lamelles. Ils apparaissent lors de la projection, mais peuvent également être présents initialement dans la poudre. [52, 61]

3. Le refroidissement post-impact induit une contraction de la matière, ce qui entraîne l'application de contraintes de traction dans les lamelles et de la fissuration (*cf.* section 1.2.3.3).

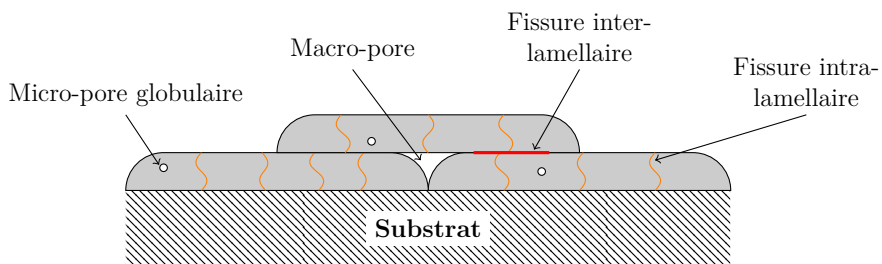


FIGURE 1.7 – Schéma des différents types de défauts d'un dépôt plasma.

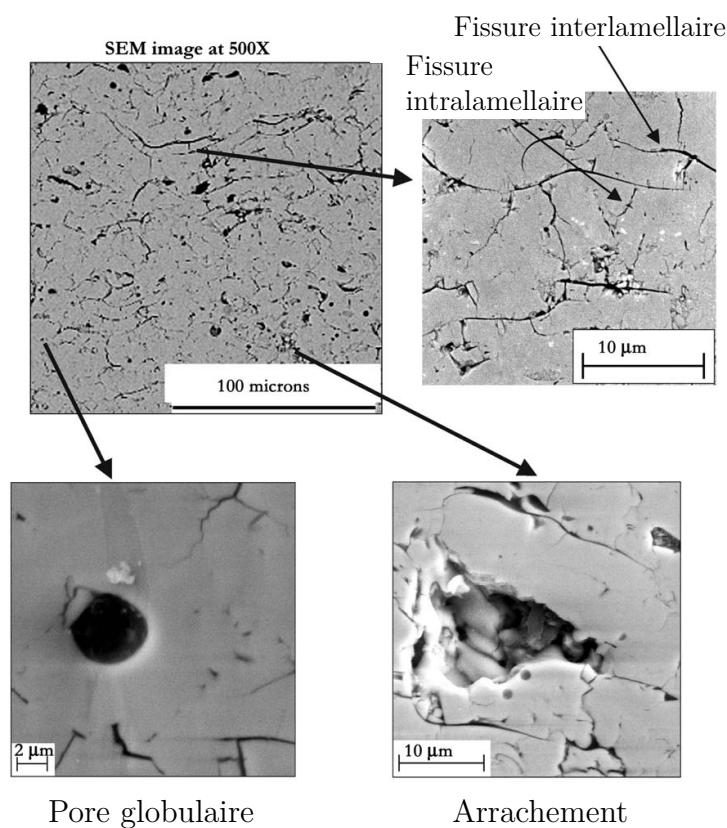


FIGURE 1.8 – Différents défauts présents dans un revêtement APS sur une coupe polie observée au MEB (extrait de [36]).

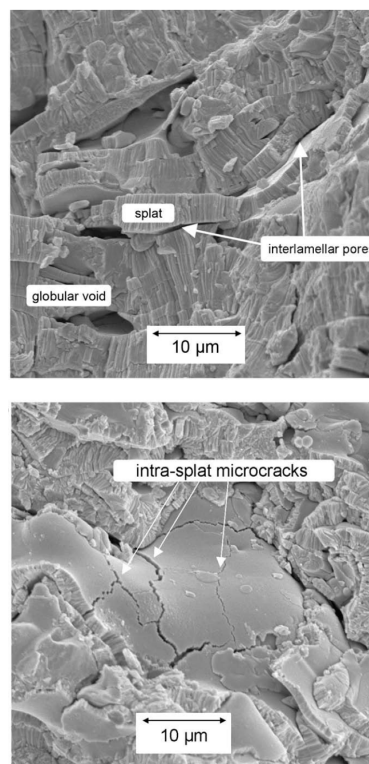


FIGURE 1.9 – Microstructure sur une fractographie obtenue au MEB (extrait de [64]).

L'observation par microscopie nécessite une découpe et un polissage des échantillons. Des arrachements de matière (« pullout ») peuvent perturber les observations (*cf.* Figure 1.8) [35]. Cet effet est d'autant plus important avec l'augmentation du taux de porosité et avec les revêtements nano-structurés qui présentent des zones de faible résistance.

1.2.2.2 Structures non conventionnelles

La modification des paramètres de projection et l'utilisation de poudre agglomérée (AS) permet d'obtenir d'autres types de structures. Dans ce cas précis, la fusion des particules est partielle, ce qui induit la création de zones nano-poreuses, comme illustrées en Figure 1.10 [24, 65-70].

Pour certaines conditions de projection, il est possible d'obtenir des fissures verticales qui traversent les lamelles dans toute l'épaisseur du revêtement. Celui-ci est alors qualifié de *dense vertically cracked* [71, 72]. Enfin, des recherches sont actuellement menées pour utiliser des poudres composées de particules nanométriques, injectées dans le plasma *via* une suspension ou une solution liquide (procédé SPS) [73, 74]. Les microstructures sont alors nano-structurées et de type colonnaire (Figure 1.11) [75, 76].

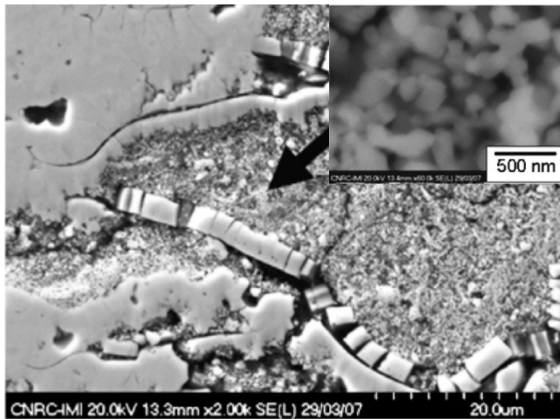


FIGURE 1.10 – Revêtement APS nano-structuré (extrait de [77]).

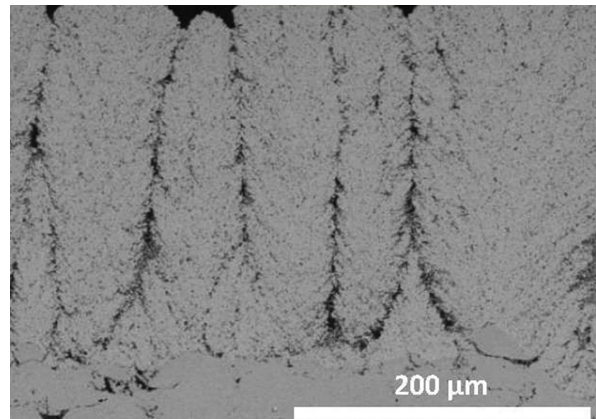


FIGURE 1.11 – Revêtement SPS (extrait de [78]).

1.2.3 État de la matière

La matière qui entoure les porosités se présente sous différentes phases et arrangements cristallographiques.

1.2.3.1 Phases solides

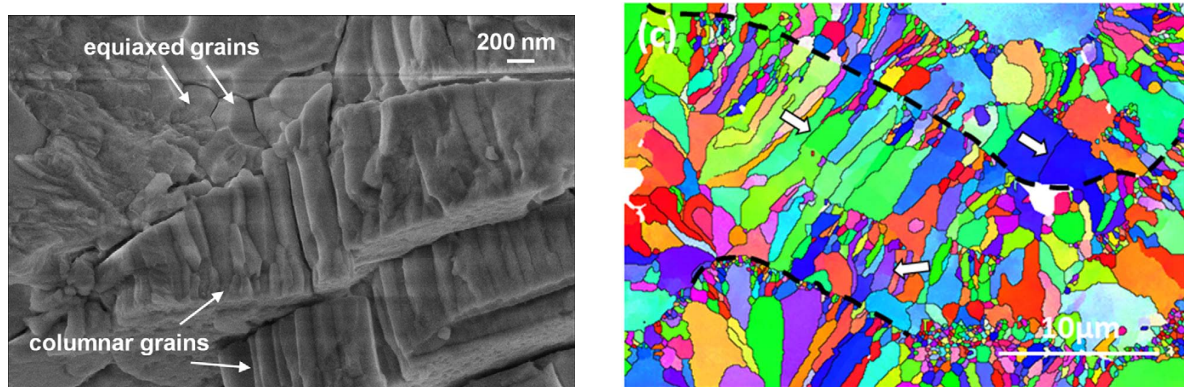
Lors de la projection, les particules de YSZ fondent et se trouvent dans une phase liquide ou cubique solide. Le refroidissement rapide ($\sim 0,1 \mu\text{s}$) au contact du substrat conduit à la formation d'une phase quadratique métastable [15]. TAO, YANG et al. [63] montre qu'elle est présente à plus de 97 % dans les dépôts *via* une analyse EBSD. La quantité de phase quadratique et cubique dans la zircone trempée dépend essentiellement de la quantité de dopant. La phase quadratique diminue avec l'augmentation de

la quantité de dopant. Dans le cas d'un dopage supérieur à 9 % mol à l'yttrine, il n'y a plus que de la phase cubique (FSZ) [79].

1.2.3.2 Arrangement cristallographique

Une structure colonnaire à l'intérieur des lamelles est visible en Figure 1.9. Elle est créée par le refroidissement des lamelles au contact du substrat. En effet, les grains grandissent dans le sens opposé au flux de chaleur, dans l'épaisseur de la lamelle. Le diamètre de ces grains peut être mesuré sur des lamelles uniques [50] ou directement dans des revêtements [72] (Figure 1.12a). Il varie de 50 nm à 3 μm en fonction des revêtements [63]. Il apparaît que la taille des grains dans un empilement de lamelles est plus important que dans une lamelle unique [60]. Cette différence entre lamelle unique et revêtement total s'explique notamment par des différences de refroidissement qui dépend de l'adhérence des lamelles. Un bon contact au niveau d'une interface conduit à des grains de taille plus faible [80]. Les grains colonnaires sont aussi souvent accompagnés de grains equiaxes (Figure 1.12a) [65, 68, 81, 82]. Par ailleurs, TAO, YANG et al. [63] montrent à l'aide d'observations EBSD que les grains n'ont pas d'orientation cristallographique privilégiée (Figure 1.12b). Sur ce type d'image, chaque couleur représente une orientation cristallographique.

Ainsi, les paramètres de projection ont une influence sur la taille des grains et cette dernière peut varier dans l'épaisseur du revêtement [53].



(a) Fractographie MEB montrant des grains colonnaires et equiaxes (extrait de [68]).

(b) Image EBSD montrant l'orientation cristallographique des grains (extrait de [83]).

FIGURE 1.12 – Observations de la structure des grains dans un dépôt obtenu par APS conventionnelle.

1.2.3.3 Contraintes résiduelles

La littérature est assez fournie concernant la compréhension et la modélisation des contraintes résiduelles. Celles-ci peuvent avoir des effets non-négligeables sur le comportement. Un état de l'art sur le sujet est présenté dans [23]. Dans les revêtement céramiques, ces contraintes résiduelles sont essentiellement dues à des effets thermiques.

Des *contraintes de trempe* apparaissent lors du refroidissement des lamelles après l'impact. L'adhésion de la lamelle au substrat et sa contraction thermique lors de la diminution de température induisent des contraintes de traction dans les lamelles (Figure 1.13a). Ces contraintes, bien que pouvant atteindre plus de 100 MPa, sont souvent faibles dans les matériaux fragiles comme les céramiques, car elles sont en principe relâchées par fissuration (Figure 1.13b). Dans de l'alumine projetée plasma, elles sont de l'ordre de 10 MPa [84].

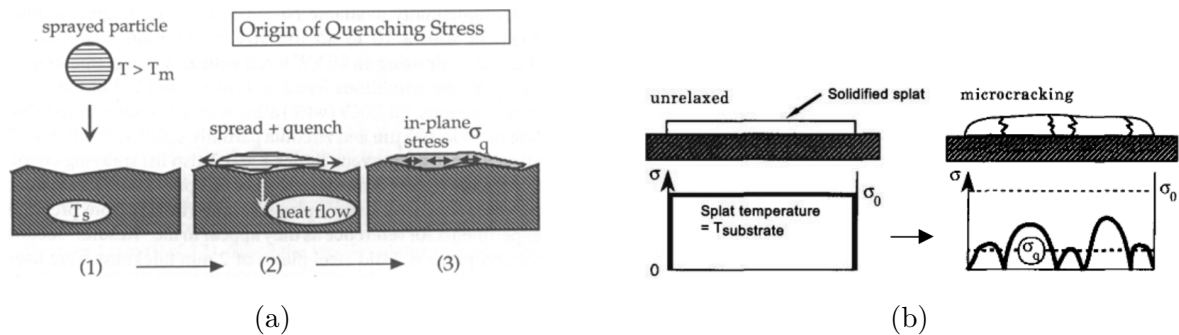


FIGURE 1.13 – Origine des contraintes de trempe (a) et fissuration induite (b) (extrait de [84]).

Des *contraintes thermiques* sont générées lors du refroidissement post-projection et s'ajoutent aux contraintes de trempe (Figure 1.14). Elles sont dues à la différence de dilatation thermique entre le substrat et le revêtement. Elles apparaissent dans tout le revêtement et sont en traction ou en compression selon les coefficients de dilatation thermique [84]. TAO, YANG et al. [63] ont mesuré par spectroscopie Raman des contraintes résiduelles en traction entre 70 et 85 MPa pour un TBC sur un substrat. Ces contraintes peuvent être relâchées en retirant le substrat, et ne sont donc pas systématiquement présentes dans les revêtements auto-portés (*Free Standing (FS)*).

Des contraintes résiduelles de type *grenailage* (liées aux impacts des particules) peuvent aussi apparaître avec des métaux lorsque l'énergie d'impact est élevée. Dans les céramiques, elles sont souvent négligeables [23].

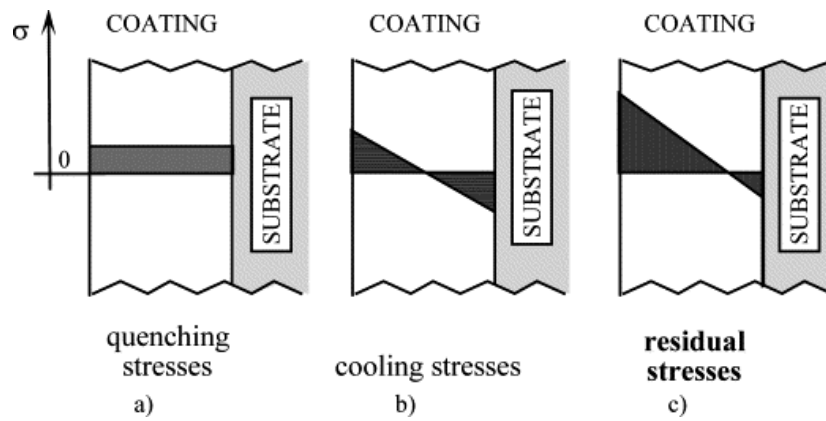


FIGURE 1.14 – Répartition des contraintes de trempe (a) et thermique (b) dans un revêtement APS (extrait de [85]).

1.2.4 Résumé

Les revêtements obtenus par projection plasma ont une microstructure poreuse et multi-fissurée particulièrement complexe. Les fissures forment un réseau interconnecté avec les pores. Certaines fissures ont une épaisseur très faible de quelques nanomètres. La prochaine section présente les liens qui existent entre les paramètres du procédé et la microstructure.

1.3 Lien entre le procédé et la microstructure

De nombreux travaux ont tenté d'établir des liens entre les paramètres du procédé et la microstructure des revêtements. Face aux très nombreux paramètres et aux potentiels couplages qui existent entre eux, la caractérisation détaillée des effets de chaque paramètre est assez difficile à établir. Ainsi, la plupart des auteurs [20, 86-89] se concentrent sur un nombre restreint de paramètres dans leurs travaux.

Les principaux facteurs qui ont une influence sur la microstructure des dépôts sont représentés sous forme de diagramme dans la Figure 1.15 ; une liste plus exhaustive est présentée dans [31].

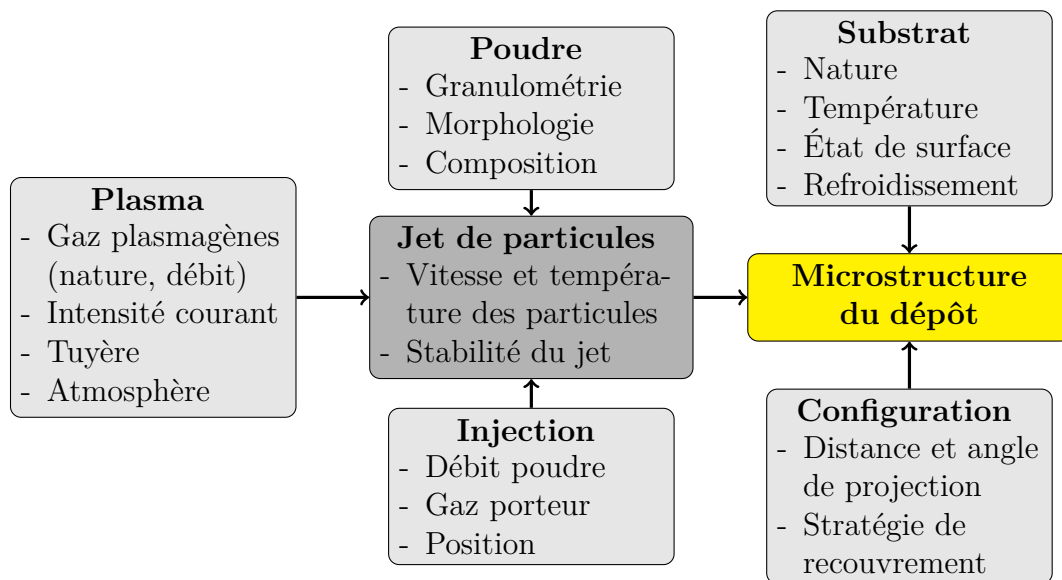


FIGURE 1.15 – Diagramme des différents paramètres régissant la projection plasma (inspiré de [90]).

Il ressort de différentes études que l'état thermo-cinétique des particules, la morphologie des poudres et l'état du substrat sont les principaux facteurs qui conditionnent la structure du revêtement [86].

1.3.1 État thermo-cinétique des particules

D'après la Figure 1.15, la vitesse et la température des particules sont des paramètres essentiels dans le procédé. Ils peuvent varier de manière importante en fonction des caractéristiques du jet de plasma, de la nature et des conditions d'injection de la poudre. [86]. L'augmentation de la puissance (courant de l'arc électrique) [35, 65, 67, 91] et du flux d'hydrogène [35] permettent d'augmenter la température du plasma, et donc la température des particules. L'augmentation de la distance de projection [65, 91]

et l'utilisation d'azote en gaz primaire permettent aussi une augmentation de la température en favorisant les échanges thermiques [67]. La forme de la tuyère et le flux de gaz primaire [35], ont également des effets sur la stabilité du jet de plasma et la vitesse d'éjection. L'injection de la poudre dans le plasma agit sur la trajectoire des particules dans le plasma, donc leur vitesse et leur température. Un couplage entre la vitesse et la température des particules a été identifié. En effet, une vitesse plus élevée implique un temps de vol plus court, il y a moins de transfert thermique et par conséquent la température est plus faible [65]. Enfin, la granulométrie de la poudre joue sur la fusion des particules. De grosses particules ont besoin de plus d'énergie pour fondre, et elles sont aussi moins rapides dans le jet de plasma [50, 92].

Plusieurs auteurs [61, 86, 93] ont montré que la porosité diminue si la température ou la vitesse des particules augmente. En effet, une bonne fusion de la poudre permet un meilleur étalement des lamelles, limitant ainsi l'apparition de défauts [51, 86]. KULKARNI, GOLAND et al. [60] avancent l'hypothèse qu'une faible vitesse entraîne la formation de lamelles plus épaisses avec une amélioration de l'adhérence des lamelles. FRIIS, PERSSON et al. [86] reportent au contraire une meilleure adhérence lorsque la vitesse augmente car selon eux, les défauts sont mieux comblés.

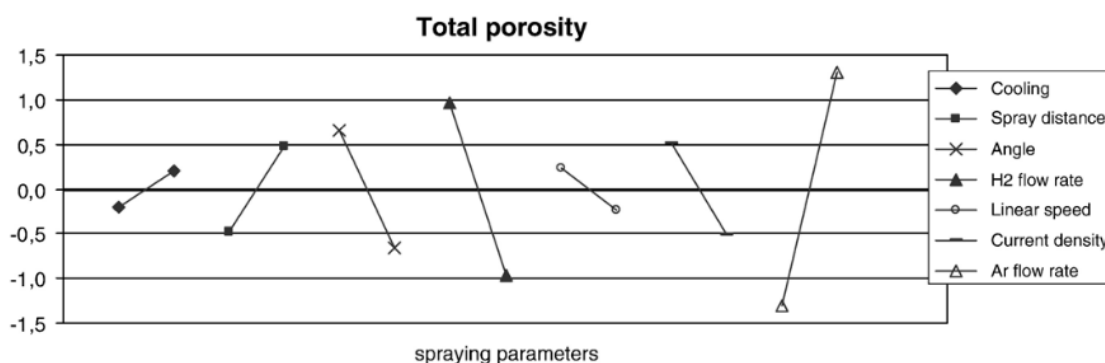


FIGURE 1.16 – Influence qualitative de plusieurs paramètres de projection sur le taux de porosité des revêtements (extrait de [88]).

Les effets de plusieurs paramètres sont illustrés sur la Figure 1.16. Chaque segment traduit l'effet d'un paramètre sur la porosité. Par exemple, l'augmentation du flux d'hydrogène (triangles pleins) ou la diminution de la distance de projection (carrés pleins) induisent toutes les deux une diminution du taux de porosité.

1.3.2 Influence de la morphologie de la poudre

La morphologie (forme) et la granulométrie (taille) des poudres dépendent du procédé utilisé pour les fabriquer [94]. Les méthodes de fabrication de poudre sont décrites dans

[95]. Elles sont regroupées en quatre catégories principales, qui sont illustrées sur la Figure 1.17 :

- Fused and Crushed (FC) : poudre obtenue par fusion/broyage caractérisée par des particules denses et anguleuses de taille variant de 10 à 60 μm ,
- Hollow Spherical Powder (HOSP) : poudre obtenue par densification plasma, les particules sont creuses avec un diamètre de 10 à 120 μm ,
- Sol-Gel (SG) : cette technique produit des particules denses et sphériques de 5 à 50 μm ,
- Agglomerated and Sintered (AS) : procédé d'agglomération/frittage qui produit une poudre sphérique poreuse de 20 à 70 μm constituée de particules nanométriques.

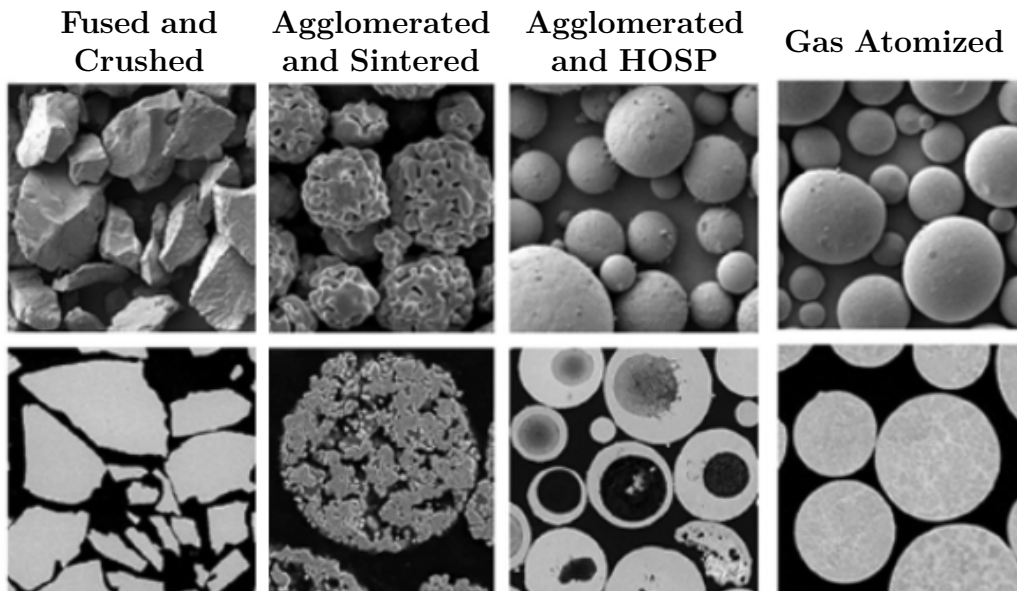


FIGURE 1.17 – Morphologie de la poudre en fonction du procédé de fabrication - images MEB en haut et images de coupe en bas (extrait de [95]).

La morphologie et la taille des particules ont une action sur leur fusion et leur accélération dans le plasma. Ainsi, lorsque la taille des particules augmente, la fusion est incomplète, ce qui conduit à des lamelles plus éclatées [36, 60]. La taille des gouttes (particules fondues) a aussi un effet sur le diamètre et l'épaisseur des lamelles [51]. D'après SHINODA et MURAKAMI [51], une poudre HOSP permet un meilleur étalement par rapport à une poudre FC, car les particules arrivent sur le substrat à des vitesses plus élevées, et elles sont mieux fondues. Au contraire, WANG, KULKARNI et al. [94] reportent une meilleure adhérence avec une poudre FC par rapport aux poudres HOSP et SG. Leur étude montre aussi que l'utilisation d'une poudre SG entraîne la formation

d'un plus nombre de pores inter-lamellaires.

Les poudres agglomérées (AS) ont la particularité de ne pas complètement fondre lors de leur passage dans le jet de plasma. Des zones nano-poreuses se forment au sein du revêtement [65-69]. Ainsi le taux de porosité est généralement plus faible avec une poudre FC qu'avec une poudre AS [92, 94].

1.3.3 Influence de la température du substrat

La température du substrat régit la manière dont les particules vont s'étaler. L'augmentation de la température du substrat entraîne un meilleur étalement des lamelles, ce qui diminue le nombre de fissures, et améliore l'adhérence [50, 60, 96]. Il existe une température de transition entre une forme de lamelle fragmentée (ou « splashed ») et une forme circulaire régulière [51, 97] (*cf.* Figure 1.18). La forme fragmentée introduit plus de défauts et une porosité plus importante.

La température du substrat agit également sur les contraintes thermiques et à leur accommodation par fissuration [72, 86, 96, 98].

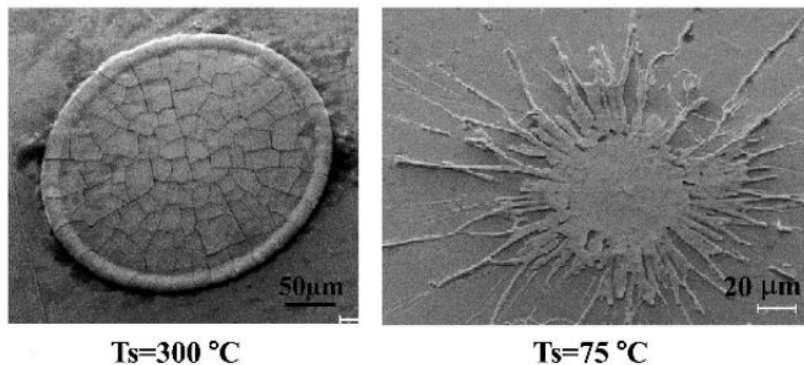


FIGURE 1.18 – Effet de la température du substrat (T_s) sur l'étalement d'une lamelle (extrait de [60]).

1.3.4 Conclusion

La microstructure des revêtements obtenus par projection plasma est fortement dépendante des paramètres du procédé. De nombreuses études tentent de caractériser ce lien à l'aide d'observations fines du processus de formation. Cependant, la caractérisation expérimentale de l'état des particules en vol et lors de leurs impact est très complexe. Il n'est pas possible d'observer directement la formation du revêtement au cours de la projection. La compréhension fine de la formation de la microstructure des PSCC reste encore un sujet ouvert. Pour répondre à ce défi, les outils numériques sont de plus en plus utilisés. Toutefois, cela suppose de savoir simuler la formation du jet de

plasma, l'interaction plasma-particules et les impacts des particules sur le substrat [99]. Pour pouvoir prédire la microstructure de la céramique, il faut en plus modéliser les mécanismes de fissuration induits pendant le refroidissement du revêtement [100]. Le développement d'un jumeau numérique du procédé de projection plasma était d'ailleurs un des volets du projet **CAPRIC-DYN**.

Nous venons de voir qu'il existe un lien fort entre les paramètres du procédé de fabrication et la microstructure de la céramique. Nous abordons dans la partie suivante le lien entre la microstructure et le comportement mécanique à l'échelle macroscopique. Il s'agit du sujet principal développé dans le cadre des travaux de cette thèse.

1.4 Lien entre microstructure et comportement mécanique

La structure poreuse et multi-fissurées des céramiques projetées plasma engendre un comportement mécanique particulier différent du matériau dense monolithique. Cette partie présente l'état actuelles des connaissances concernant le comportement mécanique des céramiques projetées plasma. Ensuite, plusieurs modèles issus de la littérature, qui permettent de rendre compte du lien entre la microstructure et le comportement mécanique, sont examinées.

1.4.1 Méthodes expérimentales

Plusieurs méthodes expérimentales sont utilisées pour mesurer les propriétés élastiques des PSCC, elles sont illustrées sur la Figure 1.19. De manière générale, la me-

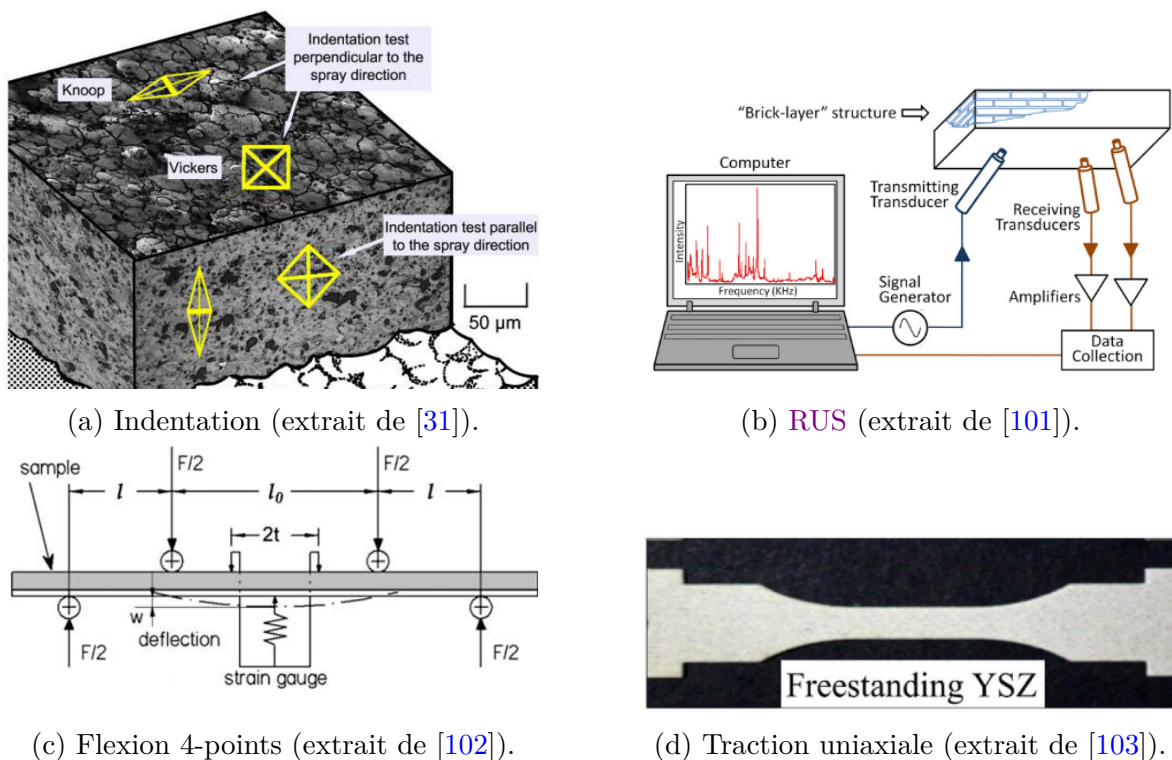


FIGURE 1.19 – Différentes techniques de mesures expérimentales du module élastique des PSCC.

sure des modules élastiques pour les céramiques peut se révéler assez compliquée. En effet, la fragilité et les faibles dimensions des échantillons, rendent les essais de traction/compression uniaxiale difficiles à mettre en œuvre. C'est pourquoi des méthodes indirectes telles que l'indentation, la flexion et les mesures reposant sur la propagation

d'ondes sont généralement préférées. Ces méthodes indirectes permettent d'estimer un module en analysant les résultats expérimentaux et en faisant certaines hypothèses.

L'indentation donne une mesure locale de l'élasticité avec des valeurs souvent plus élevées (70 à 150 GPa) que les mesures globales (5 à 60 GPa). En effet, l'indentation sollicite moins de défauts, et la dimension de la zone sollicitée dépend de l'indenteur et de la force appliquée. Plusieurs mesures par indentation (~ 10) sont généralement nécessaires pour pouvoir analyser la dispersion des résultats.

Les mesures globales comme la flexion doivent également être analysées avec un certain recul. En effet, la présence d'un substrat (**Bonded to Substrat (BS)**) ou non (**Free Standing (FS)**) influence les résultats. Pour les essais de la flexion sans substrat (**FS**) le revêtement est à la fois sollicité en traction et en compression. L'obtention d'un module est relativement complexe compte tenu du comportement asymétrique en traction et en compression (*cf.* section 1.4.2.2). Par ailleurs, le caractère non-linéaire qui apparaît dès les premiers instants du chargement complexifie la détermination de modules élastiques même dans le cas d'un essai de traction [20, 31]. Plusieurs conventions ont été adoptées pour déterminer une valeur de module à partir des résultats d'un essai. Elles sont illustrées sur la Figure 1.20, et elles conduisent à des valeurs différentes.

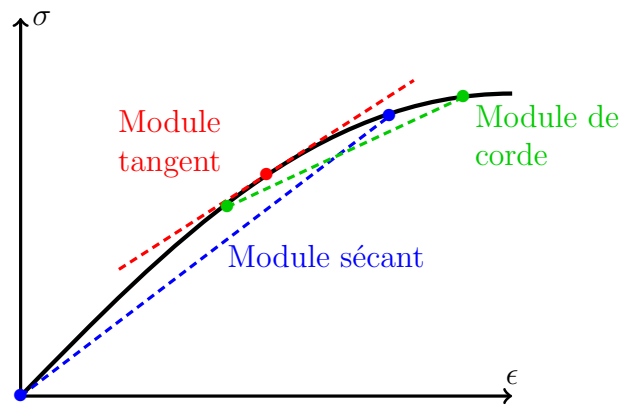


FIGURE 1.20 – Définition des différents calculs de modules élastiques à partir d'une courbe contrainte - déformation (reproduit de [104]).

Les techniques de mesures par ultrasons [105] sont *a priori* mieux adaptées aux faibles dimensions des revêtements. Elles consistent à transmettre un signal dans l'échantillon, et à mesurer le temps nécessaire pour traverser l'épaisseur de l'échantillon. Des dispositifs sont mis en place pour changer l'orientation de l'échantillon afin d'effectuer un ensemble de mesures, dont l'analyse par approche inverse permet de remonter à la matrice d'élasticité orthotrope. Pour certains revêtements très poreux, l'atténuation des ondes est trop forte, et entraîne des difficultés de mesure [106].

1.4.2 Analyse phénoménologique

1.4.2.1 Isotropie transverse

La structure lamellaire induit un comportement *isotrope transverse* schématisé en Figure 1.21. Le module longitudinal E_L dans la direction de projection est différent du module transverse E_T mesuré dans les directions perpendiculaires [107-110].

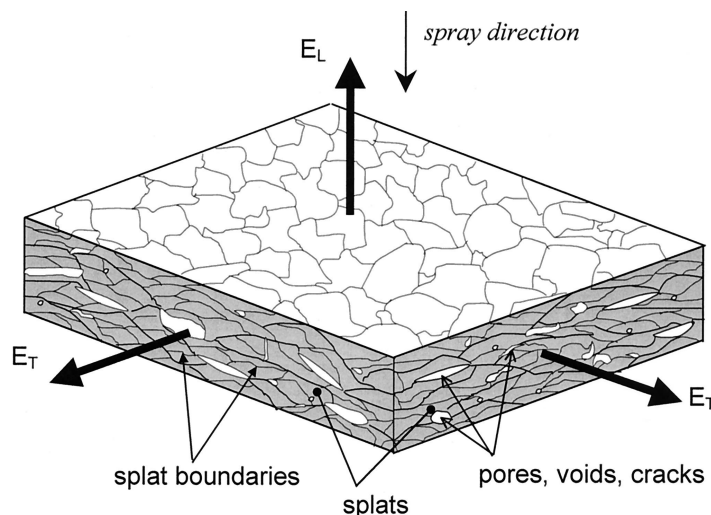


FIGURE 1.21 – Schématisation de l’anisotropie induite par la microstructure (extrait de [111]).

Le degré d’anisotropie est quantifié par le rapport $\alpha = E_T/E_L$. Généralement α est compris entre 1 et 2, car les fissures inter-lamellaires contribuent plus à la réduction du module élastique que les fissures intra-lamellaires [101]. Toutefois, il est possible d’avoir $\alpha < 1$ dans certaines microstructures [61].

1.4.2.2 Non-linéarité et asymétrie

Un comportement non-linéaire en compression et en traction est observé (*cf.* Figure 1.22) [112-114]. En compression, les fissures présentes à l’état initial qui ont une certaine épaisseur se ferment, ce qui entraîne une augmentation de la raideur [102, 110, 112, 115-117]. ECHSLER, RENUSCH et al. [118] mesurent une variation de 10 à 80 GPa lorsque les contraintes passent de 0 à 100 MPa en compression. De même, LANDA, KROUPA et al. [109] reportent que plus le matériau est comprimé plus la célérité des ondes acoustiques augmente. En traction, c’est l’inverse qui se produit. Les fissures s’ouvrent et se propagent ce qui induit une diminution du module élastique dès le début du chargement [20, 101, 119, 120]. Les phénomènes précis qui interviennent sont encore des sujets de discussion [103]. Comme les modules élastiques sont différents en traction et compression, le comportement est *asymétrique* (*cf.* Figure 1.22) [112, 116].

ARAI, WU et al. [121] mesurent un module sécant⁴ 36 % plus faible en traction qu'en compression.

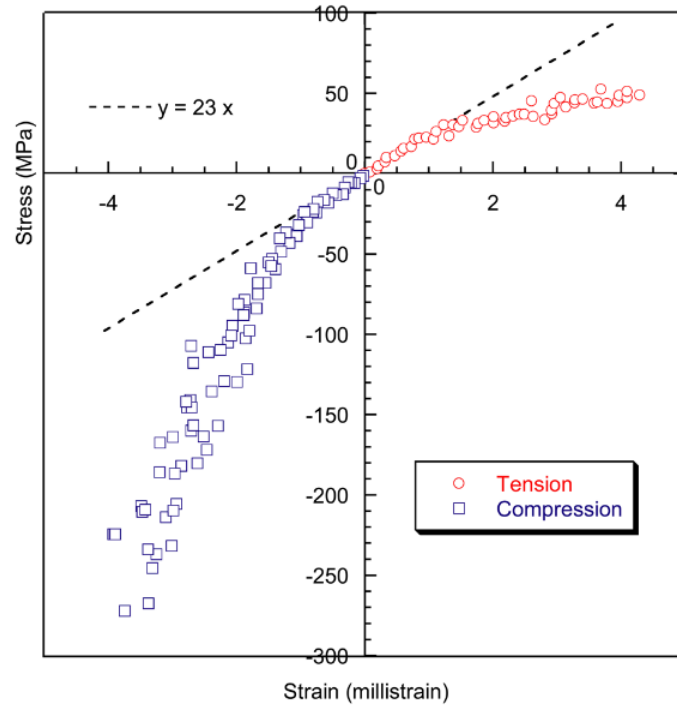


FIGURE 1.22 – Mesure du comportement en traction et compression d’une céramique projetée plasma par flexion 4 points (extrait de [114]).

1.4.2.3 Hystérésis

Des boucles d’hystérésis sont observées lors de sollicitations cyclées (*cf.* Figure 1.23) [110, 116, 118, 122]. Elles sont dues aux frottements et glissements des surfaces de fissures entre elles. REJDA, SOCIE et al. [123] mettent en évidence le mouvement des lamelles entre elles *via* des observations au MEB avant et après essais. Ce mécanisme est confirmé par ARAI, WU et al. [121] grâce à des observations *in-situ* sous MEB (*cf.* Figure 1.24). CHOI, ZHU et al. [116] reportent que le comportement reste majoritairement élastique avec peu ou pas de déformations résiduelles ou plastiques⁵ en fin de cycle. La vitesse de déformation et le type de chargement ne semblent pas avoir d’effet sur le phénomène d’hystérésis à température ambiante. Des essais réalisés à hautes températures (> 600 °C) montrent au contraire un effet de la vitesse de déformation et l’apparition de déformations résiduelles plus importantes [106, 123]. Ce changement serait dû à l’apparition d’une phase vitreuse, dont le comportement est viscoélastique [118]. HAROK et NEUFUSS [122] considèrent que la présence de déformation résiduelle

4. voir la section 1.4.3.

5. dans le sens « irréversibles »

dépend du type de sollicitation. En compression hydrostatique, le comportement est majoritairement élastique tandis qu'en compression uniaxiale, le cisaillement créé au niveau des fissures mène à des déformations permanentes. REJDA, SOCIE et al. [123] notent que l'enveloppe du comportement cyclé suit le chargement monotone.

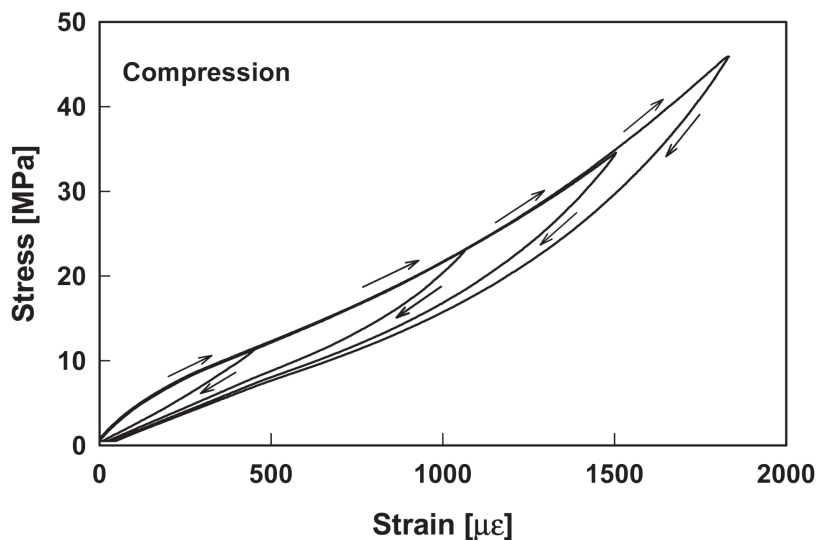


FIGURE 1.23 – Exemple de comportement non-linéaire élastique avec hystérésis en compression (extrait de [116]).

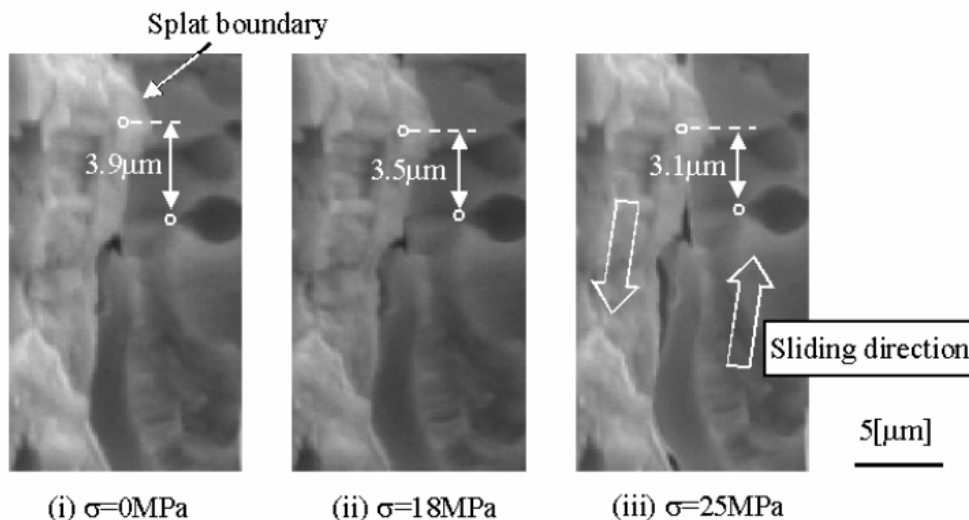


FIGURE 1.24 – Visualisation du glissement des lamelles lors d'un essai de flexion sous MEB (extrait de [121]).

Ce type de comportement non linéaire n'est pas propre aux PSCC, il est observé dans d'autres matériaux poreux et micro-fissurés [104, 124], en particulier avec les bétons [125, 126].

Dès 1973, CROSS, LULL et al. [127] avaient découvert le potentiel des PSCC pour atténuer les vibrations sur des aubes de turbines. Un montage vibratoire avec une poutre encastrée est utilisé pour mesurer le potentiel de dissipation des revêtements. À l'échelle de la microstructure, cette dissipation est due aux frottements des lamelles entre elles [126, 128].

1.4.2.4 Endommagement et rupture

Concernant le comportement à la rupture, les céramiques denses ont plutôt un comportement fragile (*ie.* élastique linéaire jusqu'à la rupture). La microstructure des PSCC est à l'origine d'un comportement plutôt quasi-fragile. En effet, la présence des pores et des fissures à l'état initial freine la propagation des fissures. De multiples microfissures apparaissent avant la rupture macroscopique [129]. Cela contribue également à l'augmentation de la ténacité [130] des revêtements. Le glissement des lamelles et la fermeture des fissures permet une meilleure accommodation des déformations, d'où un seuil de rupture plus élevé [63].

1.4.3 Influence de la microstructure sur les propriétés élastiques

Compte tenu de la présence de pores et fissures, les modules élastiques de la zircone projetée plasma sont plus faibles que ceux de la zircone dense (200 à 220 GPa, *cf.* Annexe A). Les valeurs reportées dans la littérature sont très variables, allant de 10 à 150 GPa [110, 114]. Ces variations proviennent de différences de microstructures entre les revêtements (par exemple le taux de porosité), mais aussi des techniques de mesures utilisées. La complexité du comportement rend également l'interprétation des résultats complexe. Une synthèse des valeurs trouvées dans la littérature est proposée dans le Tableau 1.1. Certains auteurs [20, 114, 116] fournissent les valeurs obtenues pour un même revêtement en utilisant différentes méthodes de mesure ; d'autres [61, 94, 101] proposent une comparaison entre des revêtements obtenus avec des paramètres de projection plasma différents. WANG, KULKARNI et al. [94] ont mesuré des modules longitudinaux de 48 et 76 GPa pour des revêtements fabriqués à partir de poudres HOSP et FC. Ils montrent que les modules élastiques ne diminuent pas nécessairement avec l'augmentation du taux de porosité : le revêtement obtenu avec une poudre SG a une porosité de 13,5% et un module de 68 GPa et celui obtenu avec la poudre HOSP conduit à un module plus faible de 48 GPa et une porosité de 12,2%.

Réf.	Technique de mesure	Module élastique [GPa]		Porosité [%]
		Transverse E_T	Longitudinal E_L	
[115]	Indentation (cylindre)	45 → 78		
[131]	Nano-indentation		133	12 – 15
[132]	Nano-indentation		190 – 213	
"	Flexion	10		
[94]	Indentation (vickers)	47	48	7,6
"	"	89	76	12,2
[50]	Indentation (sphérique)	19	15	13,3
"	"	57	39	6,4
[61]	Indentation (vickers)	56 ± 17	47 ± 13	20,2
"	"	34 ± 12	39 ± 16	12,4
[102]	Indentation (sphérique)	40 – 80	10 – 35	
"	Flexion (BS)	5 – 30		
[103]	Traction (FS)	12 ± 4		10 ± 1
[118]	Compression (FS)	10 → 80		13,5
[133]	Compression (FS)	41 ± 4	72 ± 18	17,6
[116]	Compression (FS)	22 – 25		10
"	Traction (FS)	13	16	"
"	IET	39 ± 2	36 ± 2	"
[20]	Traction (FS)	29		12 ± 2
"	Flexion (FS)	25 – 36		"
"	DMA (FS)		36	"
"	Indentation (Knoop)	62		"
[112]	Flexion (BS)	11 → 58		
[117]	Flexion (BS)	20 – 50		
[101]	Ultrason (RUS)	83	37	13,9
"	"	57	24	12,0
[114]	Indentation (Berkovich)		23 ± 3	11
"	Flexion (BS et FS)		23	"
"	IET (BS et FS)	22		"
[134]	Vibration (BS)	46		
[128]	Vibration (BS)	23 → 13		17,5
[126]	Vibration (BS)	12 – 23		33

TABLEAU 1.1 – Modules d'élasticité de YSZ APS mesurés expérimentalement. Une flèche (→) désigne une évolution du module au cours de la mesure.

1.4. LIEN ENTRE MICROSTRUCTURE ET COMPORTEMENT MÉCANIQUE

La mesure des coefficients de Poisson est assez complexe, car il faut mesurer les déformations transverses à la direction de chargement. Il existe peu de travaux sur le sujet, même s'il s'agit d'un paramètre très important. En général, une valeur de 0,20 à 0,30 est utilisée [31] pour exploiter les essais de flexion. Cependant, des mesures expérimentales donnent des valeurs comprises entre 0,04 et 0,20 (Tableau 1.2) [31].

Référence	Technique de mesure	Coefficient de Poisson
[116]	Compression (FS)	0,04
[101]	RUS	0,11 – 0,16
[20]	Traction (FS)	0,04 – 0,06
[133]	Compression (FS)	0,18 – 0,22
[134]	Vibration (BS)	0,16

TABLEAU 1.2 – Coefficients de Poisson de YSZ APS mesurés expérimentalement.

Concernant les résistances à la rupture, la dispersion est très grande (Tableau 1.3), en particulier sur les essais de flexion. Il y a une différence significative entre la compression et la traction.

Référence	Sollicitation	Résistance [MPa]
[116]	Compression	300 ± 77
"	Traction	10 ± 1
"	Flexion	33 ± 7
[103]	Traction	16 ± 4
"	Flexion	69 ± 12

TABLEAU 1.3 – Résistances à la rupture de YSZ APS mesurées expérimentalement.

1.4.4 Modèles analytiques

Il existe de nombreux modèles analytiques qui prennent en compte l'influence d'une concentration de défauts ou pores sur le comportement macroscopique [135]. Cependant, ces modèles font des hypothèses simplificatrices sur la distribution ou la forme des défauts pour arriver à déduire une formulation mathématique. La liste qui va suivre n'est pas exhaustive. Elle est présentée avec un ordre de complexité croissant.

Par la suite E désigne le module d'élasticité, ν le coefficient de Poisson et p le taux de porosité (ou fraction volumique de vide). L'indice 0 est utilisé pour faire référence

au matériau dense, des valeurs de la littérature pour la **YSZ** dense sont fournies en Annexe **A**. Un rappel des grandeurs élastiques est fourni en Annexe **B**.

1.4.4.1 Effet de la porosité

De nombreuses relations ont été développées pour déterminer le module des matériaux poreux en fonction du taux de porosité. Une revue détaillée est disponible dans [136]. Les trois expressions les plus utilisées sont celles de Spriggs, Hasselman et Dewey-Mackenzie.

SPRIGGS [137] propose de modéliser l'effet de pores sphériques réparties de façon homogène sous la forme d'une exponentielle :

$$\frac{E}{E_0} = \exp(-A \cdot p), \quad (1.2)$$

où A est un paramètre empirique (qui vaut 5,16 pour une alumine poreuse) [138].

HASSELMAN [139] propose une expression dérivée du modèle de HASHIN [135] en considérant que les matériaux poreux sont des matériaux hétérogènes avec des inclusions dont le module élastique est nul :

$$\frac{E}{E_0} = 1 + \frac{B \cdot p}{1 - (B + 1)p}, \quad (1.3)$$

où B est un paramètre empirique (qui vaut $-33,4$ pour une alumine poreuse) [138].

Il existe aussi des modèles purement analytiques qui considèrent des porosités idéalisées. C'est le cas de la relation de Dewey-Mackenzie [136, 140] qui fait l'hypothèse de pores sphériques de taille identique, non connectés et n'interagissent pas entre eux. Cette hypothèse n'est valide que pour de faibles taux de porosité ($< 30\%$) :

$$\frac{E}{E_0} = 1 - p \cdot \alpha \quad \text{avec} \quad \alpha = \frac{3(1 - \nu_0)(9 + 5\nu_0)}{2(7 - 5\nu_0)}. \quad (1.4)$$

Les modèles précédents sont trop simples pour décrire précisément le comportement des **PSCC**. En effet, la microstructure est bien plus complexe que de simples pores sphériques. Ils constituent cependant une première base pour le développement de modèles plus adaptés.

1.4.4.2 Prise en compte du caractère anisotrope

ZHAO et WENG [141] considèrent des pores ellipsoïdaux (Figure 1.25) au lieu de pores sphériques. Une anisotropie apparaît alors avec un module longitudinal différent du module transverse. [111, 142] :

$$\frac{E_L}{E_0} = \frac{1-p}{1+2\pi f} \quad \text{et} \quad \frac{E_T}{E_0} = \frac{1-p}{1+2\pi f\beta^{-2}}, \quad (1.5)$$

avec la densité de fissure f dans une section de surface S et β est le rapport d'aspect moyen :

$$f = \frac{1}{S} \sum_k a_k^2 \quad \text{et} \quad \beta = \left(\frac{\sum_k a_k^2}{\sum_k b_k^2} \right)^{1/2}, \quad (1.6)$$

où a_k et b_k sont respectivement les dimensions transverse et longitudinale de la k -ième ellipse (Figure 1.25).

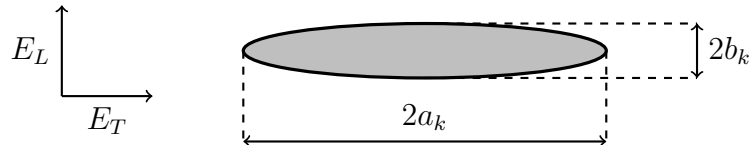


FIGURE 1.25 – Schéma d'un pore ellipsoïdal.

SEVOSTIANOV et KACHANOV [143] considèrent deux populations de fissures « penny-shape » (Figure 1.26) qui ont chacune une orientation préférentielle, l'une parallèle et l'autre perpendiculaire au substrat. L'effet de ces fissures est pris en compte via un tenseur de densité de fissure F dans un volume V :

$$F_{ij} = \frac{1}{V} \sum_k (r_k^3 \cdot n_{k,i} \cdot n_{k,j}), \quad (1.7)$$

où r_k est le rayon de la k -ième fissure et $n_{k,i}$, $n_{k,j}$ sont les composantes du vecteur normal à la k -ième fissure (\vec{n}_k). L'effet de ces fissures s'ajoute à l'effet des pores décrit par l'équation (1.4) pour donner au final :

$$\frac{E_i}{E_0} = \left[1 + \frac{p}{1-p} \cdot \alpha + \frac{1}{1-p} \cdot \frac{32(1-\nu_0^2)}{3(2-\nu_0)} F_{ii} \right]^{-1}. \quad (1.8)$$

Les variations d'orientation des fissures (θ) par rapport à la direction préférentielle est décrite par une loi de probabilité P_λ paramétrée par un facteur de dispersion λ :

$$P_\lambda(\theta) = \frac{1}{2\pi} \left[(\lambda^2 + 1)e^{-\lambda\theta} + \lambda e^{-\lambda\pi/2} \right], \quad (1.9)$$

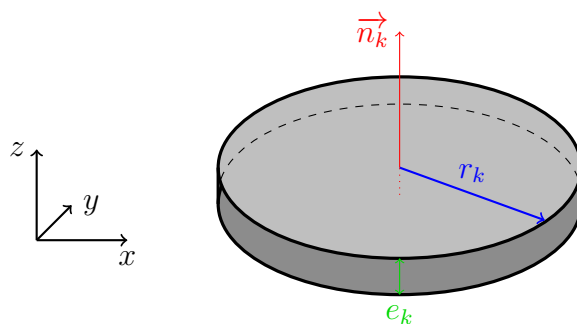


FIGURE 1.26 – Schéma d'une fissure « penny-shape ».

L'effet du paramètre de dispersion sur la distribution des orientations est illustré en Figure 1.27. L'expression des composantes de F en fonction de λ est disponible dans [144].

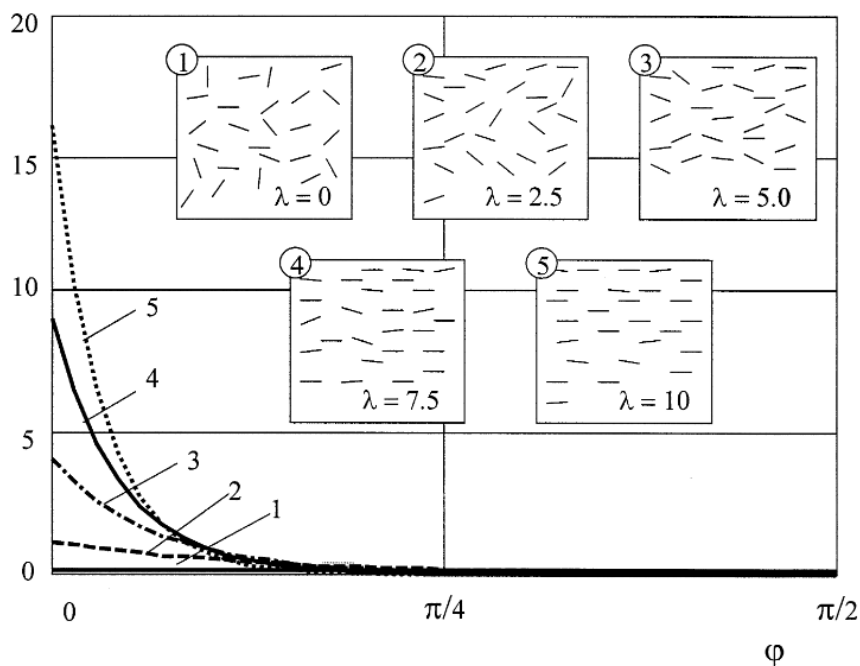


FIGURE 1.27 – Loi de probabilité décrivant la distribution de l'orientation des fissures (extrait de [144]).

1.4.4.3 Représentation du comportement non-linéaire réversible

Le modèle de KROUPA et PLESEK [145], permet de modéliser la fermeture des fissures durant la compression. Les fissures ont l'aspect d'une pièce de monnaie (« penny-shape »). Trois populations de fissures sont considérées, une dans chaque direction de l'espace $[x,y,z]$. Chaque population est quantifiée à l'aide de *densités volumiques de fissures initiales*. Celles-ci sont équivalentes aux composantes diagonales du tenseur F dans le modèle de SEVOSTIANOV et KACHANOV [143] :

$$f_{0i} = \frac{1}{V} \sum_k r_{ik}^3, \quad (1.10)$$

où r_{ik} est le rayon de la k -ième fissure de normale \vec{i} et V le volume considéré. La pression, ou contrainte, nécessaire à la fermeture d'une fissure « penny-shape » dépend de son rapport d'aspect, c'est-à-dire du rapport entre le rayon et l'ouverture de la fissure (e_k sur la Figure 1.26). En supposant que la distribution des rapports d'aspect des fissures présentes dans le matériau est uniforme, la loi pilotant la fermeture des fissures évolue linéairement avec la contrainte en compression ($\sigma_{ii} \leq 0$) :

$$f_i(\sigma_{ii}) = \begin{cases} f_{0i} \left(1 - \frac{\sigma_{ii}}{k_i}\right) & \text{si } k_i \leq \sigma_{ii} \leq 0 \\ 0 & \text{si } \sigma_{ii} \leq k_i \end{cases}, \quad (1.11)$$

où k_i est la contrainte de compression à partir de laquelle toutes les fissures sont fermées. Finalement, le module dans la direction i s'exprime sous la forme suivante :

$$\frac{E_i(\sigma_{ii})}{E_0} = \left[1 + \frac{p}{1-p} \cdot \alpha + \frac{1}{1-p} \cdot \frac{16}{3} (1 - \nu_0^3) \cdot f_i(\sigma_{ii}) \right]^{-1}. \quad (1.12)$$

Par la suite, ASGHARI, SALIMI et al. [146] proposent de modéliser la fermeture des fissures par une sigmoïde qui converge vers une densité de fissure finale non nulle, ce qui permet de mieux reproduire les résultats expérimentaux.

PATIBANDA, ABRAHAMS et al. [147] proposent de déterminer l'évolution de cette densité de fissure empiriquement. Ils ont aussi étendu le modèle pour représenter la non-linéarité en traction.

NAKAMURA et LIU [120] et [117] proposent un modèle phénoménologique pour prendre en compte la non-linéarité du comportement :

$$\epsilon = \begin{cases} \frac{\sigma}{E} + \frac{|\sigma_T|^n}{E\sigma_0^{n-1}} & \text{si } \sigma < \sigma_T \\ \frac{\sigma}{E} + \frac{(\sigma - \sigma_T)^n + |\sigma_T|^n}{E\sigma_0^{n-1}} & \text{si } \sigma_T \leq \sigma \end{cases}, \quad (1.13)$$

σ_T est la contrainte de transition entre le comportement linéaire et non-linéaire. σ_0 et n sont des paramètres qui définissent la partie non-linéaire. L'allure de la courbe contrainte-déformation, obtenue avec ce modèle, est présentée en Figure 1.28.

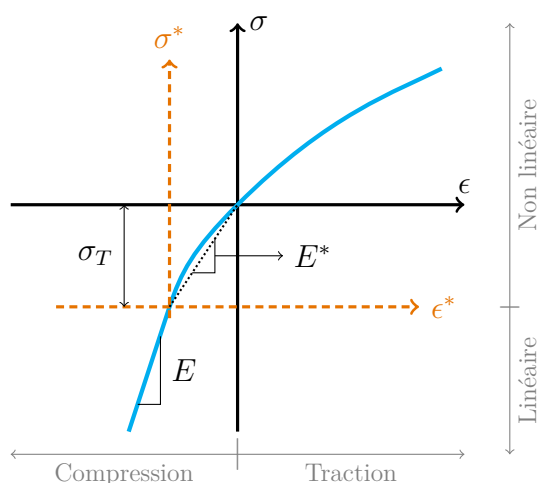


FIGURE 1.28 – Illustration du comportement non-linéaire obtenu avec l'équation (1.13) (reproduit de [120]).

1.4.4.4 Prise en compte des frottements

REJDA, SOCIE et al. [123] proposent une modélisation par cellule élémentaire où la réponse mécanique de chaque cellule est la somme d'un terme d'élasticité, de compaction et de frottement. Le matériau est modélisé par plusieurs cellules dont les propriétés suivent une certaine dispersion. Le modèle permet de reproduire un comportement non-linéaire élastique avec hystérésis.

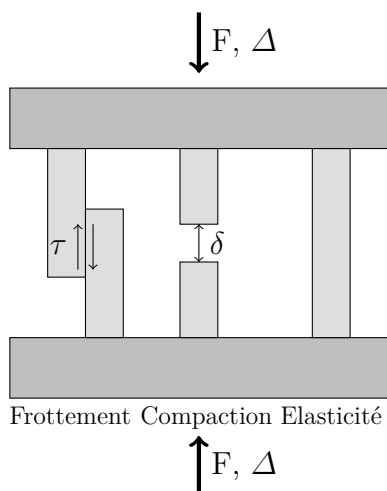


FIGURE 1.29 – Schématisation du modèle physique élémentaire proposé par REJDA, SOCIE et al. [123] pour modéliser le comportement des PSCC.

Cette idée est mise en équation par BRUNO et KACHANOV [124] :

$$\frac{E}{E_0} = (1 - p)^{C_1} \times \exp(-C_2 f^{open} - C_3 f^{sliding}), \quad (1.14)$$

où C_1 est le rapport d'aspect des pores (dans le cas de pores sphériques $C_1 = \alpha$ de l'équation (1.4)), C_2 est une constante qui dépend de ν_0 pour traduire l'effet des fissures ouvertes, C_3 dépend de l'orientation des fissures et du coefficient de frottement. Les densités de fissures ouvertes f^{open} et frottantes $f^{sliding}$ évoluent au cours du chargement. En compression f^{open} tend à diminuer tandis que $f^{sliding}$ tend à augmenter.

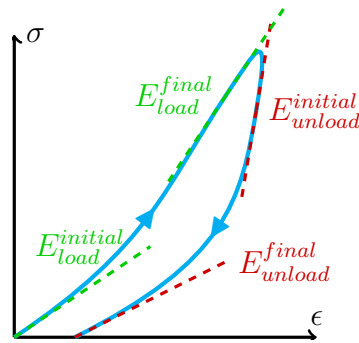


FIGURE 1.30 – Illustration du comportement en compression obtenu avec l'équation (1.14) (reproduit de [5]).

1.4.4.5 Discussion

Ces modèles analytiques donnent une représentation idéalisée du comportement des céramiques projetées plasma. Ils s'appuient de manière intuitive sur des micro-mécanismes, qu'il faudrait valider à l'aide d'expériences ou de simulations numériques réalisées à l'échelle de la microstructure. Par ailleurs, il paraît impossible d'étudier l'atténuation d'une onde et l'endommagement induit dans le matériau sans un appui de la simulation numérique.

1.4.5 Liens procédé - comportement

Les liens procédé - microstructure et microstructure - comportement ont été mis en évidence dans les parties précédentes. Dès lors, il devient envisageable de définir délibérément une microstructure, pour qu'elle réponde à un besoin très précis, comme plus d'atténuation ou une résistance accrue. Il s'agit du « microstructural engineering » [24, 148]. Plusieurs auteurs se sont intéressés directement à l'effet des paramètres procédés sur le comportement mécanique. KULKARNI, VAIDYA et al. [50] reportent une diminution des modules élastiques lorsque la taille de la poudre augmente ou que la vitesse des particules augmente. LIU, NAKAMURA et al. [117] se sont également intéressés aux effets de paramètres du procédé sur l'allure des courbes contrainte - déformation et le degré de non-linéarité. KARTHIKEYAN, BALASUBRAMANIAN et al. [89] relie directement la puissance de la torche plasma, la distance du substrat et le flux de particules au module d'Young et à la micro-dureté des revêtements obtenus [149]. Enfin, on note

l'émergence de modèles basés sur la simulation numérique, de la projection plasma, jusqu'aux propriétés mécaniques des revêtements [100]. Cet axe de recherche semble très prometteur, en particulier lorsqu'il s'agit de prédire des comportements complexes qui interviennent lors de chargements dynamiques de type impact ou choc laser.

1.4.6 Influence des porosités sur la propagation d'ondes

Plusieurs type d'ondes mécaniques peuvent se propager dans les solides. Le terme *célérité* (C) est généralement utilisé pour faire référence à leur vitesse. Il permet d'éviter les confusions avec la vitesse de la matière (ou *vitesse particulière*) qui est différente. Parmi les type d'ondes qui se propagent dans un milieu solide, il y a les ondes soniques C_S , les ondes longitudinales C_L et les ondes de cisaillements C_T (aussi ondes transverses) [150].

1.4.6.1 Propagation dans un milieu dense

Dans le cas de matériaux denses, la célérité est définie à partir de la masse volumique ρ et des propriétés élastiques du matériau (module de compressibilité isostatique K et module de cisaillement G) :

$$C_S = \sqrt{\frac{K}{\rho}} \quad \text{et} \quad C_T = \sqrt{\frac{G}{\rho}}. \quad (1.15)$$

La célérité des ondes longitudinales est :

$$C_L = \left[C_S^2 + \frac{4}{3} C_T^2 \right]^{\frac{1}{2}} = \left[\left(K + \frac{4}{3} G \right) \frac{1}{\rho} \right]^{\frac{1}{2}}. \quad (1.16)$$

En exprimant K et G en fonction du module d'Young E et du coefficient de Poisson ν (*cf.* Annexe B), on obtient aussi :

$$C_L = \left[\frac{1 - \nu}{(1 - 2\nu)(1 + \nu)} \frac{E}{\rho} \right]^{\frac{1}{2}}. \quad (1.17)$$

1.4.6.2 Propagation dans un milieu poreux

De nombreux modèles ont été développés pour représenter l'effet de la porosité sur la célérité des ondes. Ces modèles permettent essentiellement de prédire la célérité en fonction du taux porosité (p). Dans la suite, l'indice 0 est utilisé pour faire référence au matériau dense.

1.4. LIEN ENTRE MICROSTRUCTURE ET COMPORTEMENT MÉCANIQUE

Les premières relations ont été formulées à partir d'observations empiriques. PHANI et NIYOGI [151] proposent une loi puissance :

$$C_L = C_{L0} \cdot (1 - p)^n,$$

où n est un paramètre matériau qui doit être déterminé expérimentalement.

ZHANG, ZHIYUAN et al. [152] proposent une autre loi calibrée sur un revêtement projeté plasma :

$$C_L = C_{L0} \cdot (1,05 - 2,09p). \quad (1.18)$$

Une autre approche pour estimer la célérité des ondes est de considérer l'effet de la porosité sur le module d'élasticité et la masse volumique. Par définition, la masse volumique ρ du matériau poreux est :

$$\rho = \rho_0 \times (1 - p). \quad (1.19)$$

BOCCACCINI et BOCCACCINI [153] proposent d'utiliser la relation de MAZILU et ONDRACEK [154] qui décrit l'influence de la porosité sur le module élastique par :

$$\frac{E}{E_0} = (1 - p^{2/3})^S, \quad (1.20)$$

où S est un paramètre qui dépend de l'orientation et du facteur de forme des pores. Les célérités s'expriment alors de la manière suivante [155] :

$$\frac{C_L}{C_{L0}} = \frac{C_T}{C_{T0}} = \left[\frac{(1 - p^{2/3})^S}{1 - p} \right]^{\frac{1}{2}}. \quad (1.21)$$

Il existe également le modèle de RAMAKRISHNAN [156] :

$$\frac{C_L}{C_{L0}} = \left[\frac{(4 + 5p)(1 - p)}{4(1 + A \cdot p)(1 + B \cdot p)} \right]^{\frac{1}{2}} \quad \text{et} \quad \frac{C_T}{C_{T0}} = \left[\frac{1 - p}{1 + B \cdot p} \right]^{\frac{1}{2}}, \quad (1.22)$$

avec

$$A = \frac{1 + \nu_0}{2(1 - 2\nu_0)} \quad \text{et} \quad B = \frac{11 - 19\nu_0}{4(1 + \nu_0)}. \quad (1.23)$$

Enfin, le modèle de ZHAO et LI [157] décrit l'effet de la porosité sur les modules de compressibilité isostatique K et de cisaillement G :

$$\frac{C_L}{C_{L0}} = [(1 - C \cdot p)(1 - p)]^{\frac{1}{2}} \quad \text{et} \quad \frac{C_T}{C_{T0}} = [(1 - D \cdot p)(1 - p)]^{\frac{1}{2}}, \quad (1.24)$$

avec

$$C = \frac{3}{4} \frac{9K_0^2 - 4K_0G_0 + 16G_0^2}{G(9K_0 + 8G_0)} \quad \text{et} \quad D = \frac{6K_0 + 12G_0}{9K_0 + 8G_0}. \quad (1.25)$$

Tous ces modèles tentent de décrire l'influence des porosités sur la célérité des ondes. Ils restent tout de même très limités, car comme nous l'avons vu dans les sections précédentes, la porosité des PSCC se résume difficilement à un simple taux de porosité. Par exemple, la dépendance à la pression [109] n'est pas prise en compte dans ces lois.

Enfin, ces modèles ne fournissent aucune information sur le phénomène d'atténuation, qui nous intéresse tout particulièrement, dans le cadre d'une application de protection de composants.

1.5 Comportement sous sollicitations dynamiques

Dans le cadre de ce travail, l'intérêt est porté sur la réponse des **PSCC** face à des ondes générées lors d'expériences de choc laser ou lors d'impact de débris à grande vitesse (*hyper-vélocité*). Les niveaux de contrainte appliqués varient entre 0,1 et 1 GPa. Il s'agit d'un domaine de sollicitations très peu étudié dans la littérature. Nous allons tout d'abord décrire les méthodes expérimentales utilisées pour étudier le comportement des matériaux sous sollicitations dynamiques. Puis, nous indiquerons les principaux phénomènes à étudier pour envisager une application des **PSCC** en tant que bouclier de protection. Nous présenterons brièvement une approche de modélisation utilisée pour représenter le comportement de matériau poreux, et la méthode permettant de la valider à partir des résultats expérimentaux.

1.5.1 Moyens expérimentaux

Pour mieux comprendre et mesurer les effets des porosités sur la réponse des **PSCC**, il est nécessaire de réaliser des expériences de laboratoire. Les méthodes expérimentales permettant de générer des ondes de contraintes sont nombreuses. Nous n'allons pas les décrire de manière exhaustive, mais simplement décrire le principe général, et présenter une méthode d'analyse par approche inverse, qui est souvent utilisée pour établir une loi de comportement contrainte-déformation.

Il y a entre autres les systèmes **Split Hopkinson Pressure Bar** (**SHPB**) [158], l'impact de plaque [159], le choc laser [160] et le **Générateur Électromagnétique de Pression Intense** (**GEPI**) [161]. La principale différence entre ces méthodes est le principe physique employé pour générer une onde de contrainte. Ces méthodes permettent d'atteindre des vitesses de déformations très élevées (de 100 à 10^7 s⁻¹). Les niveaux de contrainte et les temps caractéristiques varient en fonction des conditions expérimentales [150, 162].

Toutes ces techniques d'essais ont pour objectif de générer un pulse de contrainte sur *la face avant* de l'échantillon et d'observer la réponse du matériau. Généralement, les temps caractéristiques sont très brefs, ce qui induit une réponse instationnaire consécutive à la propagation d'ondes de compression et de détente, comme illustré sur la Figure 1.31.

La combinaison de temps caractéristiques très faibles (\sim ns), de fortes intensités (\sim GPa) et d'un état de chargement instationnaire, complexifie sérieusement la mesure et le suivi des états de contrainte et de déformation au sein du matériau. Il est possible d'utiliser des jauges de déformations, mais c'est généralement une approche *indirecte*, à l'aide d'une mesure de la vitesse (*vélocimétrie*) de *la face arrière*, qui est couramment employée. Les méthodes de diagnostics de vélocimétrie les plus courantes sont le **Velo-**

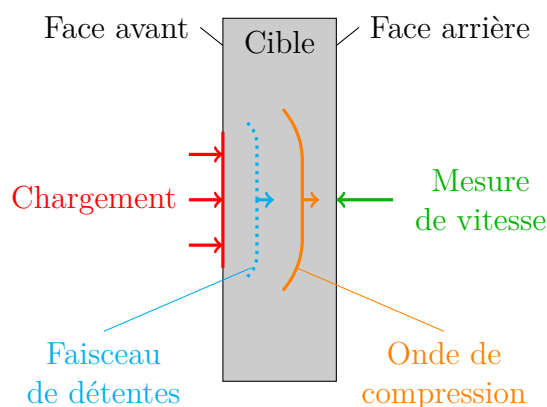


FIGURE 1.31 – Schéma de principe d'un essai dynamique de propagation d'ondes.

city Interferometer System for Any Reflector (VISAR) et la Vélométrie Hétérodyne (VH). Ces deux techniques sont basées sur des interféromètres qui exploitent l'effet Doppler pour déterminer une vitesse. Une description plus détaillée de ces méthodes est disponible dans [150, 163]. La forme et les niveaux des signaux de vitesses reflètent la réponse mécanique du matériau.

1.5.2 Principaux mécanismes

L'analyse des profils de vitesse donne des indications sur le type de réponse du matériau. Un exemple de profil de vitesse est présenté sur la Figure 1.32. Les changements de pente observés sur le profil de vitesse sont attribués à de la plasticité, une transition de phase et de l'écaillage.

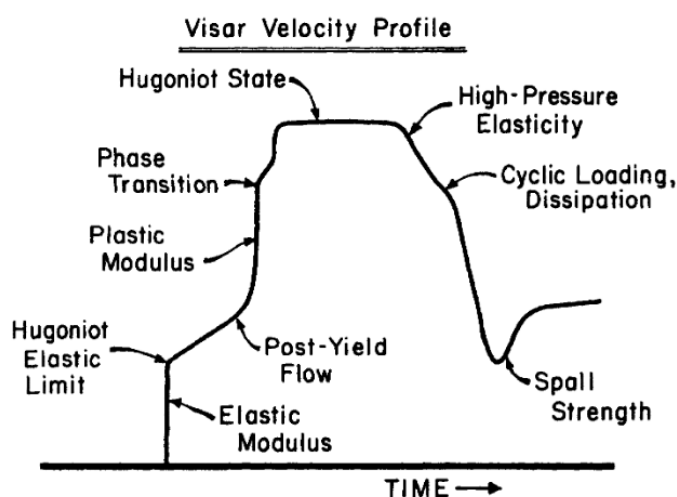


FIGURE 1.32 – Profil de vitesse générique pour une onde de choc (extrait de [150]).

Il est évident que pour reproduire par calcul ce type de profil de vitesse, il est nécessaire de modéliser correctement tous ces mécanismes activés lors du passage de

l'onde. Dans le cadre de cette thèse, nous avons choisi d'étudier en priorité les effets de la microstructure sur l'atténuation de l'onde de choc et sur les mécanismes d'écaillage.

1.5.2.1 Atténuation d'une onde en présence de porosités

Outre quelques études concernant la capacité des **PSCC** à atténuer les vibrations de pièces mécaniques [126-128], la littérature portant sur leur réponse face à des ondes de choc intenses est peu fournie. Néanmoins, la capacité des matériaux poreux et fragiles pour ralentir et atténuer l'intensité des ondes de compression est clairement mise en évidence dans la littérature [164, 165]. Ainsi, il est bien connu que les céramiques poreuses ont un effet sur la propagation des ondes ultrasonores [166].

Concernant les ondes de plus forte intensité, la capacité des milieux poreux et granulaires à atténuer et dissiper l'énergie d'ondes de compression a également été démontrée [167-169]. Les porosités vont avoir tendance à atténuer l'intensité des ondes, comme illustré sur la Figure 1.33. D'ailleurs, des mousses céramiques et métalliques sont envisagées pour amortir les ondes, notamment dans des applications de blindage [170, 171]. Enfin, des travaux montrent que la présence de porosités dans les matériaux fragiles modifient leur comportement sous choc intense avec l'apparition de « pseudo-plasticité » due à la compaction des pores [129, 172-175]. Très vite, l'idée de modifier et contrôler le comportement sous choc des céramiques *via* leur microstructure émerge [175-179], en particulier pour réaliser des protections en contrôlant et confinant l'endommagement dans certaines zones des revêtements [180, 181].

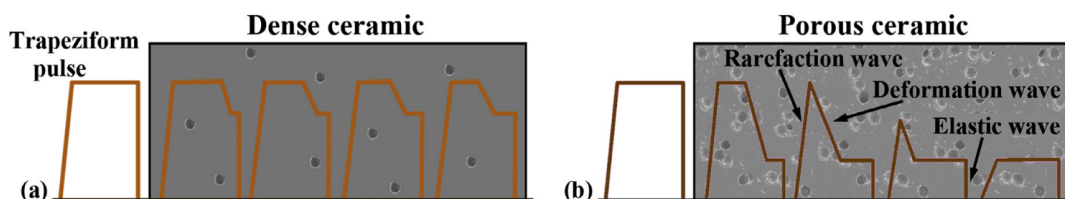


FIGURE 1.33 – Propagation d'une onde de compression dans une céramique dense (a) et poreuse (b) (extrait de [180]).

Dès lors, le dimensionnement de protections *via* la porosité devient un problème d'optimisation. En effet, si la porosité participe bien à l'atténuation des ondes de choc et à la dissipation d'énergie, elle contribue aussi à la réduction des propriétés mécaniques, en particulier la contrainte à rupture [111]. Un compromis doit être trouvé pour obtenir une atténuation et une résistance maximale. Ce type de problème d'optimisation est aussi au cœur du dimensionnement des **TBC**, dont la porosité contribue à diminuer la conductivité thermique, mais dégrade aussi les propriétés élastiques.

1.5.2.2 Écaillage

Sous certaines conditions, il est possible d'observer un phénomène d'*écaillage* qui est illustré par un diagramme de Lagrange temps - position sur la Figure 1.34. L'onde de compression incidente (rouge) se réfléchit en un faisceau d'ondes de détente (bleu) sur la face arrière. Le chargement étant impulsionnel, un faisceau d'ondes de détentes suit l'onde de compression incidente. Lorsque ces deux faisceaux d'ondes de détente se croisent, la matière est sollicitée en traction. Si la contrainte est suffisamment importante, elle peut entraîner la rupture du matériau, et la séparation d'une écaille du reste de la cible. Une partie des ondes reste emprisonnée dans cette écaille d'où les oscillations observées sur le profil de vitesse. L'analyse du signal de vitesse permet de remonter à la contrainte d'écaillage [182].

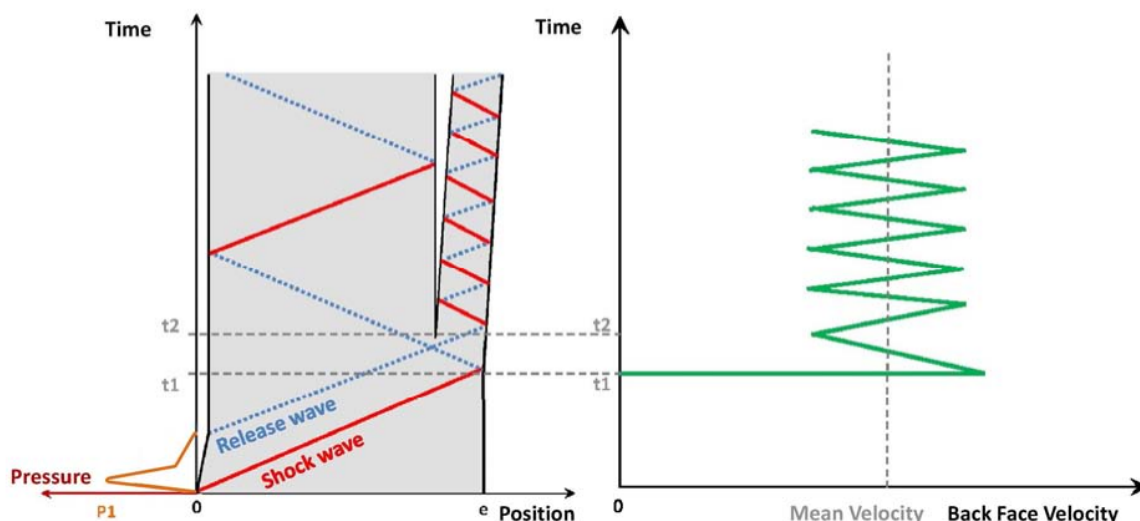


FIGURE 1.34 – Principe du phénomène d'écaillage sur un diagramme position (x) - temps (t) (gauche) - Effet sur le profil de vitesse mesuré en face arrière (gauche) (extrait de [183]).

1.5.2.3 Modélisation du comportement de matériaux poreux

Dans le cas de matériaux poreux, des modèles spécifiques (*de compactions*) sont utilisés pour représenter la fermeture des pores et les effets sur la propagation des ondes. C'est le cas des modèles de compaction $P - \alpha$ [184] ou POREQST [185, 186], qui supposent une fermeture irréversible des pores. Cette fermeture est modélisée à l'aide du modèle phénoménologique présenté sur la Figure 1.35. Après une phase de comportement élastique (courbe verte), le trajet de chargement suit la surface de compaction (courbe bleue). Dans le modèle POREQST, le déchargement à partir d'un état partiellement compacté (en rouge sur la Figure 1.35) est élastique avec un module de

compressibilité qui dépend de l'état de compaction via la relation de MACKENZIE [187]. Les modèles de compaction sont particulièrement adaptés pour représenter le comportement dynamique des mousses, et traduire ainsi l'atténuation des ondes de contrainte qui est observée expérimentalement.

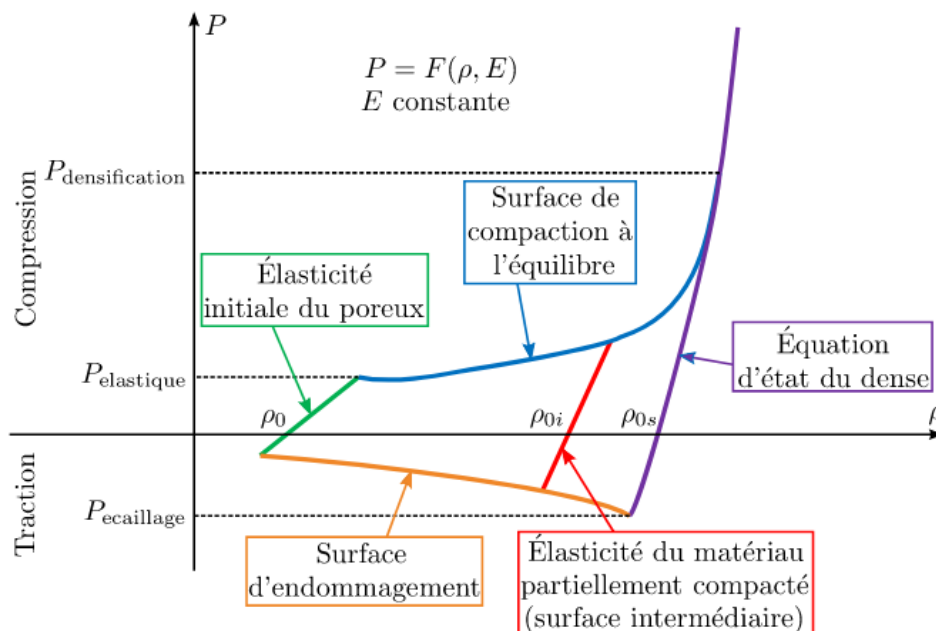


FIGURE 1.35 – Modèle de comportement POREQST dans le plan $P - \rho$ (extrait de [188]).

Même si une densification par fermeture des fissures est effectivement observée dans les PSCC, des essais cyclés ont montré que le phénomène est réversible et que les fissures peuvent se ré-ouvrir pendant les phases de déchargement (*cf.* section 1.4.2.3). Ainsi, l'utilisation de ce type de modèle de compaction n'est pas vraiment adaptée aux PSCC, et conduit généralement à une surestimation de l'atténuation.

1.5.2.4 Validation par la simulation numérique

Nous avons aussi vu que les études expérimentales ne fournissent pas directement une loi de comportement, mais un signal de vitesse en face arrière correspondant à un chargement donné. La démarche de validation d'une loi de comportement est illustrée sur la Figure 1.36.

Après avoir sélectionné une approche de modélisation et un premier jeu de paramètres (par exemple à partir de lois analytiques), l'expérience dynamique est simulée en utilisant un code de calcul *dynamique explicite*. Le profil de vitesse calculé en face arrière de la cible est ensuite comparé au profil mesuré expérimentalement. Le choix du modèle, ou seulement des paramètres sont remis en question en fonction des résul-

tats des confrontations expérience/calcul. Un processus itératif est alors engagé jusqu'à obtenir des corrélations expérience/calcul satisfaisantes.

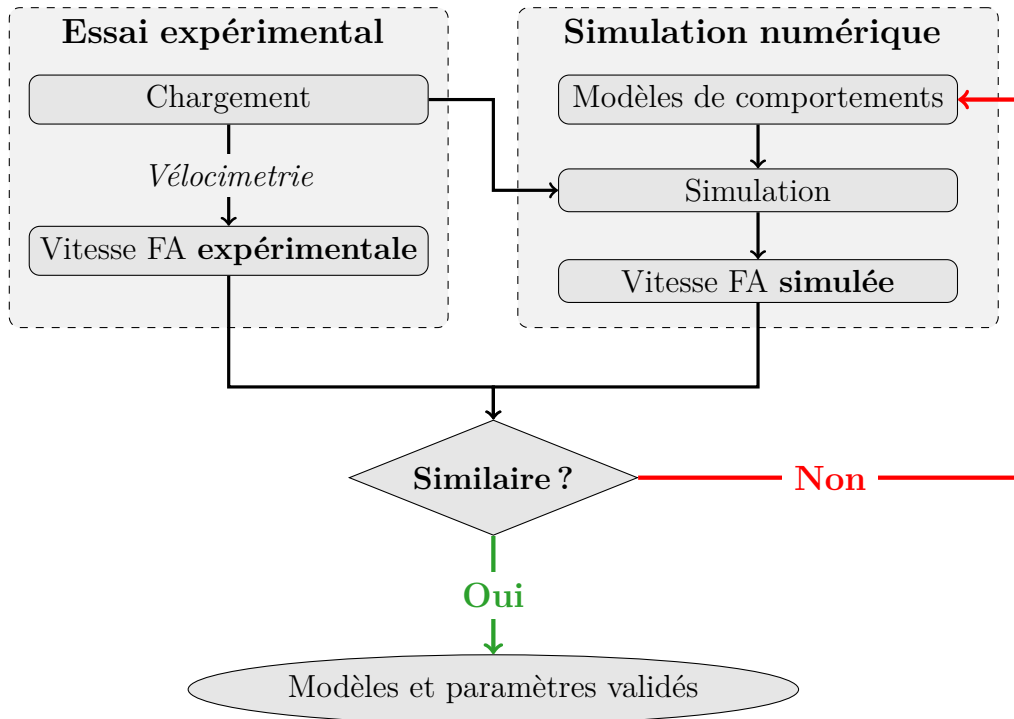


FIGURE 1.36 – Validation d'une modélisation par confrontation expérience/calcul

En supposant un comportement hydrodynamique, une loi $P - \rho$ (Figure 1.37) non linéaire peut être définie dans un premier temps, avant de complexifier l'approche en prenant en compte le déviateur des contraintes, l'anisotropie, etc... Dans ce cas, la célérité des ondes dépend du niveau de pression appliqué et va influencer sur la forme et le niveau du profil de vitesse.

Sur le profil de vitesse présenté sur la Figure 1.38, plusieurs éléments importants sont à reproduire numériquement :

- Le temps d'arrivée et la pente du premier pic, qui dépendent du comportement en compression du matériau,
- La vitesse maximale qui dépend de la phase de déchargement,
- Les éventuels rebonds et oscillations de la vitesse après le premier pic, qui traduisent un écaillage.

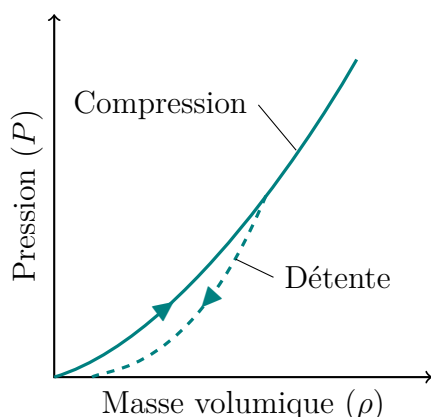


FIGURE 1.37 – Loi de comportement pression - masse volumique ($P - \rho$) générique.

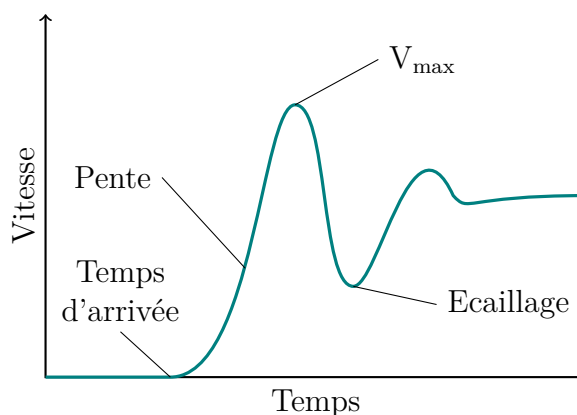


FIGURE 1.38 – Représentation schématique d'un profil de vitesse mesuré en face arrière lors du passage d'une onde de compression.

1.5.3 Discussion

La caractérisation du comportement des matériaux en dynamique s'effectue en général à partir des profils de vitesse mesurés en face arrière d'un échantillon. La détermination du comportement est relativement complexe. Elle s'effectue de manière itérative en faisant des hypothèses et en essayant de les valider à l'aide de confrontations expériences/calculs. Il est évident, que le développement de modèles à l'échelle de la microstructure des PSCC, serait un atout pour analyser les résultats expérimentaux, et orienter les choix de modélisation. À terme, de nouvelles approches de modélisation pourraient même être proposées et implantées dans les codes de calcul utilisés pour le dimensionnement des boucliers de protection.

L'avantage d'une approche multi-échelle est également de permettre une analyse précise des effets des porosités sur le comportement, c'est-à-dire sur la forme des profils de vitesse.

Bien entendu, la dimension des échantillons est souvent trop grande pour permettre une représentation de toute la microstructure. Il faudra adapter la discrétisation aux capacités des calculateurs.

1.6 Conclusions

La projection plasma génère des revêtements avec une microstructure poreuse et micro-fissurée. La structure est lamellaire avec une forte sensibilité aux paramètres du procédé de fabrication. La complexité de cette microstructure induit de grandes difficultés quant à la représentation de ces effets sur le comportement mécanique macroscopique à l'aide de grandeurs ou de modèles simples.

Les travaux présentés dans la littérature montrent que ce type de microstructure conditionne le comportement mécanique sous des sollicitations statiques. La microstructure a également une forte influence sur la propagation des ondes de contrainte. Les connaissances actuelles confirment d'ailleurs le potentiel des PSCC vis-à-vis de l'atténuation des ondes de choc. La modélisation du comportement en lien avec la microstructure est encore très parcellaire, même pour l'obtention de propriétés « simples » comme le module d'élasticité. D'un point de vue applicatif, cette modélisation est pourtant indispensable pour pouvoir dimensionner et optimiser des concepts de protection efficaces contre des chocs laser ou des impacts à grande vitesse de débris. Une approche de modélisation à l'échelle de la microstructure permettrait de fournir des informations très intéressantes sur les mécanismes de déformation activés lors de sollicitations dynamiques. En effet, les études expérimentales sont difficiles à mettre en œuvre et n'apportent que des réponses partielles et indirectes aux questions posées.

Un premier verrou identifié concerne le besoin d'étudier précisément et directement l'effet de la microstructure sur le comportement mécanique des PSCC, notamment les mécanismes d'atténuation et d'endommagement. Le deuxième verrou est la difficulté à analyser le comportement d'un PSCC à partir des seuls profils de vitesse mesurés en face arrière des échantillons.

Pour lever ces verrous, la simulation numérique à l'échelle de la microstructure présente un intérêt évident. Différentes méthodes de modélisation et de simulation numériques sont abordées dans le chapitre suivant.

Chapitre 2

Outils numériques pour la modélisation de microstructures poreuses

Contenu

2.1	Modélisation numérique de la microstructure	52
2.1.1	Génération	52
2.1.2	Discrétisation	55
2.2	Comportement à partir de la microstructure	62
2.2.1	Notion de volume élémentaire représentatif	62
2.2.2	Passage à l'échelle macroscopique	65
2.3	Conclusions	68

Afin d'étudier l'effet de la microstructure sur le comportement mécanique des **PSCC**, nous avons choisi de développer un modèle numérique à l'échelle de la microstructure du matériau. Nous pourrions ainsi mieux cerner les effets respectifs des pores et des fissures sur la réponse du matériau à l'échelle macroscopique. Ce modèle numérique pourra également être utilisé pour analyser les résultats d'expériences de choc laser. Pour cela, il est impératif de choisir la méthode pour *générer* la microstructure et la méthode numérique pour réaliser la reconstruction, aussi appelée étape de *discrétisation*. En plus d'être adaptée à la modélisation de microstructures, la méthode numérique sélectionnée doit aussi permettre de simuler les phénomènes physiques qui interviennent dans le matériau lors d'une sollicitation dynamique : élasticité, fissuration, propagation d'ondes, *etc.* Enfin, une attention doit être portée à la représentativité des modèles et aux procédures d'homogénéisation permettant de remonter au comportement macroscopique. L'état de l'art dans ces différents domaines est présenté dans ce chapitre.

2.1 Modélisation numérique de la microstructure de matériaux hétérogènes

Les modèles qui s'attachent à représenter la structure interne des matériaux sont rassemblés sous les dénominations suivantes : la *micro-mécanique* [189-191], l'*image-based modeling* [192-194], ou les *meso-scale models* [195, 196]. Plusieurs approches sont possibles pour effectuer les étapes de *génération* et de *discrétisation* de la microstructure.

2.1.1 Génération

Deux approches sont couramment employées pour générer des microstructures. Ce sont soit des *microstructures artificielles*, soit des microstructures réelles qui sont reproduites à partir d'images (*image-based modeling*).

2.1.1.1 Microstructures artificielles

La manière la plus courante de générer des microstructures artificielles est d'utiliser des représentations idéalisées des porosités. Par exemple, la microstructure des **PSCC** est représentée par un ensemble de pores et de fissures, positionnées de manière aléatoire [32, 94] ou ordonnée [197] (Figure 2.1). Plusieurs niveaux de complexité sont pris en compte : la forme, les distributions de taille et d'orientation, les distances caractéristiques entre les porosités. Ainsi, pour reproduire au mieux la microstructure d'intérêt, il est nécessaire de connaître et prendre en compte un grand nombre de paramètres statistiques. Les approches idéalisées sont surtout employées lorsque les moyens d'observation

de microstructures réelles sont insuffisants, ce qui est de moins en moins le cas de nos jours. Par ailleurs, elles sont particulièrement adaptées à la reproduction de matériaux « simples », comme des céramiques constituées essentiellement de pores sphériques. Ce type de représentation n'est pas vraiment adapté aux **PSCC** dont la microstructure est bien trop complexe pour être décrite fidèlement à partir de paramètres géométriques simples.

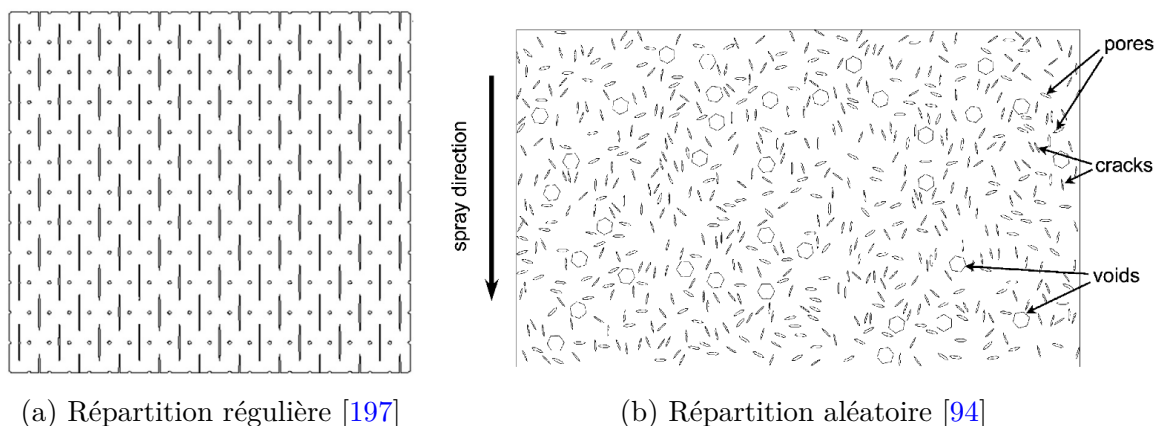


FIGURE 2.1 – Exemples de microstructures artificielles représentant des **PSCC** avec des porosités idéalisées.

La Figure 2.2 représente une céramique sous la forme d'un empilement de lamelles constituées de grains colonnaires. La modélisation des grains est pertinente lorsque ceux-ci jouent un rôle important sur les phénomènes physiques étudiés, par exemple pour le vieillissement thermique [198, 199].

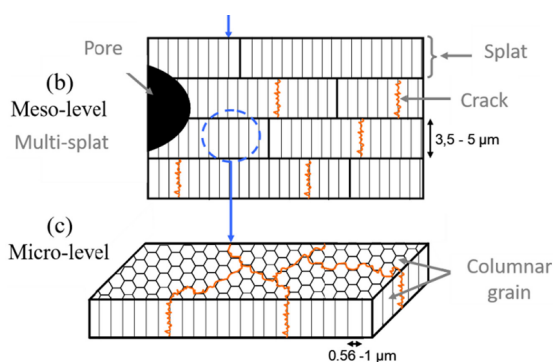


FIGURE 2.2 – Représentation idéalisée des lamelles et des grains d'une **PSCC** (extrait de [198]).

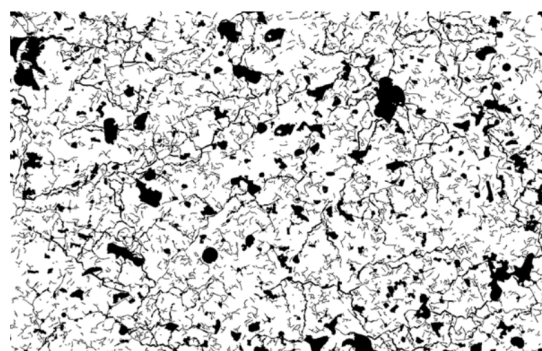


FIGURE 2.3 – Microstructure artificielle de **PSCC** générée avec l'algorithme *Tbc-tool* (extrait de [200]).

Il existe aussi des algorithmes, comme le *TBCtool* développé par l'ONERA (Figure 2.3) [200], qui reproduisent la complexité de microstructures réelles (forme irrégulière des pores, tortuosité des fissures, interconnexions). Ces outils sont très pertinents

dans le cadre d'une démarche d'exploration ou d'optimisation, car ils permettent de générer facilement des microstructures réalistes avec plus ou moins de fissures et/ou de pores.

2.1.1.2 Microstructures réelles

Avec les avancées dans les domaines des techniques d'observation expérimentale et d'analyse d'image, la reproduction de microstructures réelles est de plus en plus privilégiée de nos jours. La reconstruction de microstructures réelles se décompose en deux étapes. Une première étape d'acquisition des données qui fournit des images surfaciques ou volumiques, le plus souvent en niveaux de gris (Figure 2.4a), puis une étape d'identification et d'extraction (Figure 2.4b) des structures d'intérêts (grain, pores, fissures *etc.*). L'acquisition est réalisée grâce à divers moyens expérimentaux qui ont déjà été présentés dans la section 1.2.1.2. L'identification repose sur des techniques de traitement d'images qui seront détaillées dans le chapitre 3. Cette étape consiste à décomposer les images en plusieurs parties, par exemple la matière (en blanc) et les porosités (en noir) comme sur la Figure 2.4b.

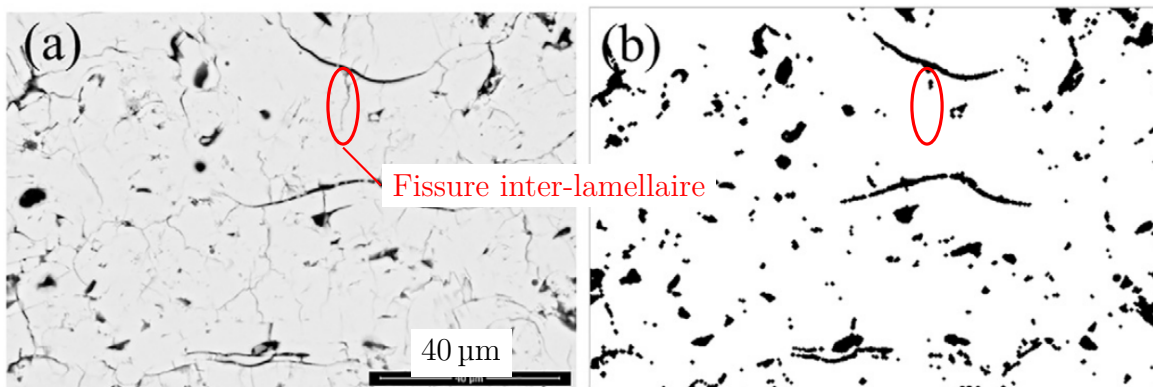


FIGURE 2.4 – Image MEB d'une PSCC (a) et extraction de la microstructure (b) par analyse d'image (a) – Certaines fissures inter-lamellaires visibles sur l'image MEB (a) ne sont pas détectées en (b) (extrait de [35]).

Selon les moyens de mesure et les techniques de traitement d'images, certaines porosités ne sont pas détectées, comme pour les fissures intra-lamellaires sur la Figure 2.4. Une difficulté dans le cas des PSCC est l'obtention de microstructures réelles en 3D. Cela nécessite des moyens d'observations spécifiques comme le FIB ou la nano-tomographie [201], afin d'obtenir des visualisations 3D des fissures, comme illustré sur la Figure 2.5). Ainsi, les microstructures 3D sont souvent idéalisées [202] et reconstruites par approximation à partir d'images 2D (stéréologie) [203, 204]. Plus récemment, des algorithmes de *machine learning*, comme *SliceGAN* [205], ont été utilisés pour générer des microstructures 3D à partir d'observations 2D.

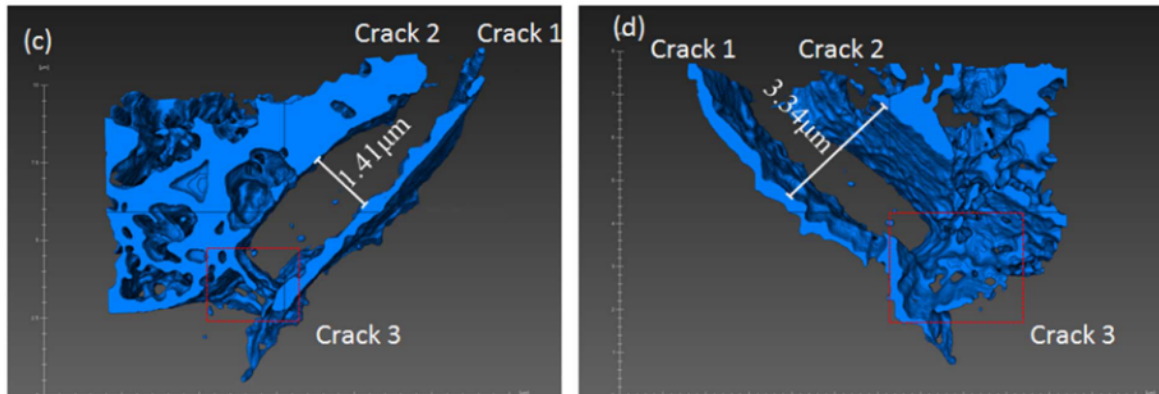


FIGURE 2.5 – Extraction de fissures en 3D d'une *YSZ APS* à partir d'une observation *MEB-FIB* (extrait de [83]).

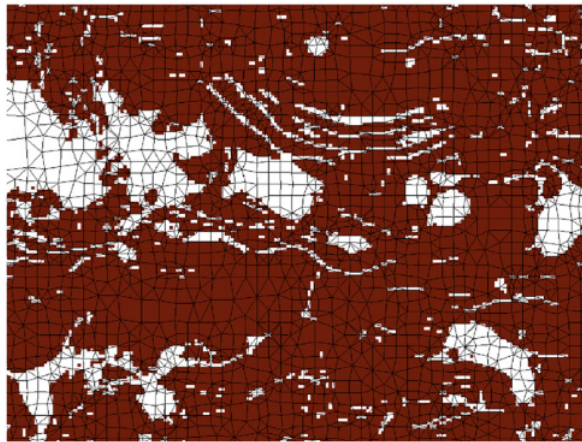
2.1.2 Discrétisation

Après avoir généré ou reconstruit une microstructure, il faut construire un modèle numérique, c'est l'étape de *discrétisation*. Les modèles numériques majoritairement utilisés sont classés en deux catégories : ceux basés sur un *maillage* et ceux basés sur une représentation *discrète*.

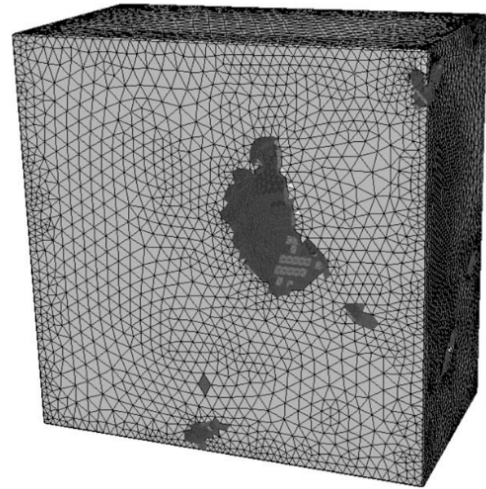
2.1.2.1 Méthodes basées sur des maillages - MEF

La *Méthode des Éléments Finis* (MEF) est la technique de modélisation la plus employée dans le domaine de la mécanique des matériaux. Un problème de mécanique est traité en résolvant une série d'équations aux dérivées partielles issues des équations de conservation de la masse, de la quantité de mouvement et de l'énergie. Pour cela, le matériau est subdivisé en un ensemble de cellules élémentaires appelées communément « mailles ». Dans le cas d'un milieu homogène, le maillage est généralement régulier, alors que pour les milieux hétérogènes — où il faut représenter des géométries complexes — le maillage est plutôt irrégulier. En effet, la taille des mailles dépend de la taille de la microstructure à représenter. Il est nécessaire de raffiner le maillage pour représenter au mieux les hétérogénéités et les interfaces. Pour éviter d'avoir un trop grand nombre de mailles — ce qui nuirait aux performances de calcul — un maillage *adaptatif* est utilisé. Par exemple, sur la Figure 2.6a le maillage est raffiné à la jonction des pores (blanc) et de la matière (rouge), et des mailles plus grosses sont utilisées au centre de la matière et des pores. L'étape de maillage est très complexe, car il faut que les mailles respectent certains critères, notamment au niveau de la forme : leur allongement (rapport des dimensions maximale et minimale) ne doit pas être trop grand. Des algorithmes spécifiques sont employés pour optimiser l'arrangement et la taille des mailles. Cette procédure devient encore plus complexe pour les maillages en trois dimensions,

comme illustré sur la Figure 2.6b.



(a) Maillage 2D, les porosités sont représentées en blanc (extrait de [206]).



(b) Maillage 3D (extrait de [207]).

FIGURE 2.6 – Exemples de maillages de microstructures de PSCC.

Plus récemment, des modélisations dites « voxel-based » ont fait leur apparition. Le maillage est directement généré à partir des voxels¹ du volume observé. Chaque voxel devient une maille, comme illustré sur la Figure 2.7 dans le cas d'un béton. Les modèles numériques générés sont très volumineux en termes de nombre de mailles, et ne sont adaptés qu'à certaines méthodes numériques comme celles employant la FFT ou les méthodes *phase-field*, afin de réaliser des calculs massivement parallèles.

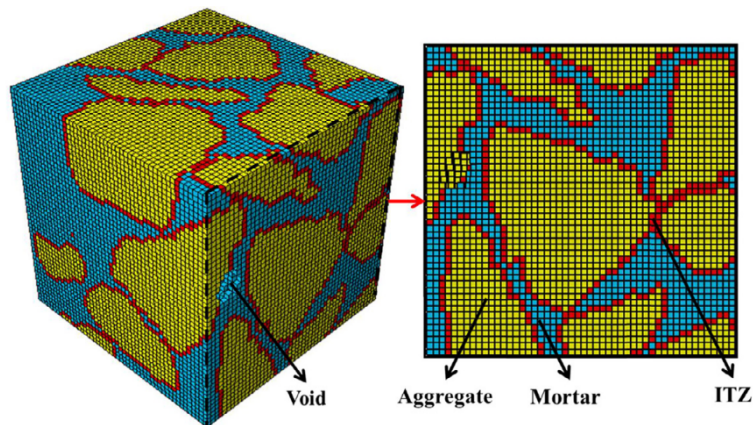


FIGURE 2.7 – Exemple de modélisation « voxel-based » d'un béton observé par tomographie aux rayons-X (extrait de [208]).

Notons que la MEF est une méthode basée sur une *approche continue* de la matière. Elle n'est donc pas bien adaptée à la représentation d'hétérogénéités. Elle est souvent

1. Cellule élémentaire de l'observation, équivalent aux pixels en 2D

employée pour modéliser des matériaux hétérogènes, comme les bétons, mais son utilisation pour des matériaux poreux et multi-fissurés est moins évidente. En effet, dans le cas de matériaux poreux, il peut être nécessaire de mailler l'intérieur des pores (*ie.* du vide, comme en blanc sur la Figure 2.6a) et leur attribuer des propriétés mécaniques très faibles [206, 209]. De fait, la représentation de fissures de faible épaisseur devient très vite problématique, notamment s'il faut gérer des contacts pour traiter les mécanismes de fermeture/ouverture.

Ainsi, d'autres méthodes ont émergé pour représenter les matériaux fortement hétérogènes, comme les approches *discrètes*.

2.1.2.2 Méthodes discrètes - particulières - lattices

Les méthodes discrètes, comme la *Méthode des Éléments Discrets (MED)*, sont basées sur une représentation *particulière* de la matière. Initialement, ce type de méthode a été développé pour modéliser des milieux granulaires en représentant un ensemble de particules — la plupart du temps sphériques — qui interagissent entre elles par contact [210]. La modélisation de milieux continus a ensuite été rendue possible en ajoutant des liens cohésifs entre les éléments [211]. Ce type de méthode est de plus en plus employé pour décrire le comportement de matériaux fragiles hétérogènes [212-214]. En effet, leur nature intrinsèquement discrète de ces méthodes numériques les rend adaptées à la représentation d'hétérogénéités, comme des pores ou des fissures. La propagation de fissures, et la prise en compte de contacts entre des débris ou des surfaces de fissures, est aussi facilitée.

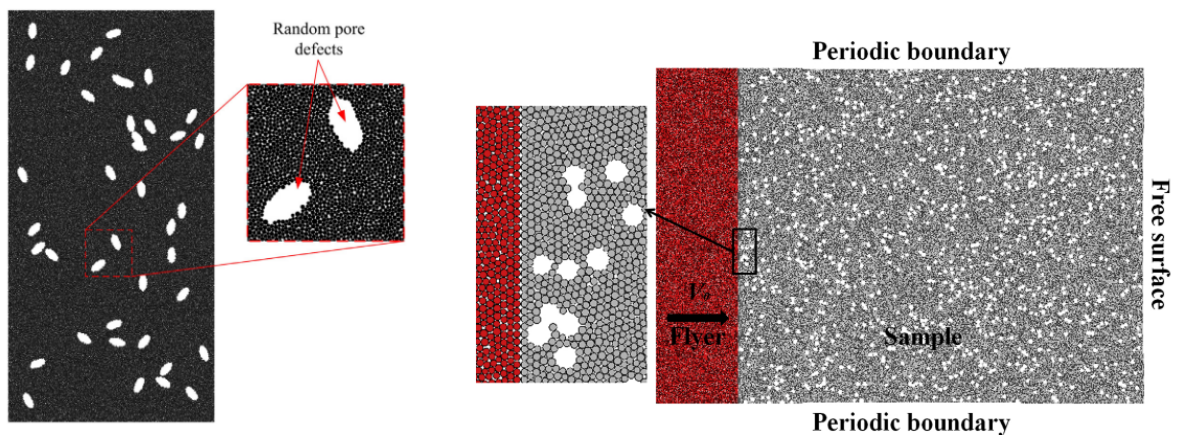
Un milieu continu est représenté par un ensemble d'éléments sphériques, arrangés de manière aléatoire et compacte, qui sont reliés par des liens cohésifs. Généralement, une dispersion est appliquée sur la taille des éléments pour éviter l'apparition d'arrangements réguliers qui mèneraient à un comportement anisotrope [215]. Notons que dans la majorité des cas, ces éléments n'ont pas de signification physique directe : ce ne sont ni des atomes ni des grains de matières. Leur taille est définie arbitrairement, en prenant soin de respecter les conditions de convergence.

Une grande diversité de modèles physiques de liens cohésifs sont utilisées dans la littérature, comme le modèle *parralele bond* [216], *flat-joint* [217] ou *poutre cohésive* [213, 215, 218]. Ces modèles servent à formuler les interactions cohésives entre les éléments, c'est-à-dire transposer les déplacements et les rotations en des forces et des moments.

2.1.2.2.1 Modélisation de défauts par suppression d'éléments

Contrairement aux méthodes continues, qui nécessitent d'adapter un maillage à la

microstructure, la représentation de la microstructure avec une méthode particulière est réalisée *a posteriori* sur un modèle de matériau dense. La méthode la plus couramment employée pour représenter des porosités est de supprimer des éléments. En effet, ce sont les éléments qui représentent le milieu matériel en termes de volume et de masse. Cette suppression est effectuée, soit de manière aléatoire pour créer des microstructures artificielles (Figure 2.8), soit à partir d'images de microstructures réelles.



(a) Pores ellipsoïdaux – Compression quasi-statique [219]. (b) Pores sphériques – Essai d'impact de plaque [179].

FIGURE 2.8 – Représentations de matériau poreux en 2D avec la MED.

La modélisation de microstructures réelles est schématisée sur la Figure 2.9 : un milieu discret compact (a) est superposé sur une image composée de pixels (grille bleue) et les éléments correspondant aux porosités (en rouge) sont supprimés. Ce principe est aussi applicable à des volumes obtenus par tomographie, comme illustré sur la Figure 2.10.

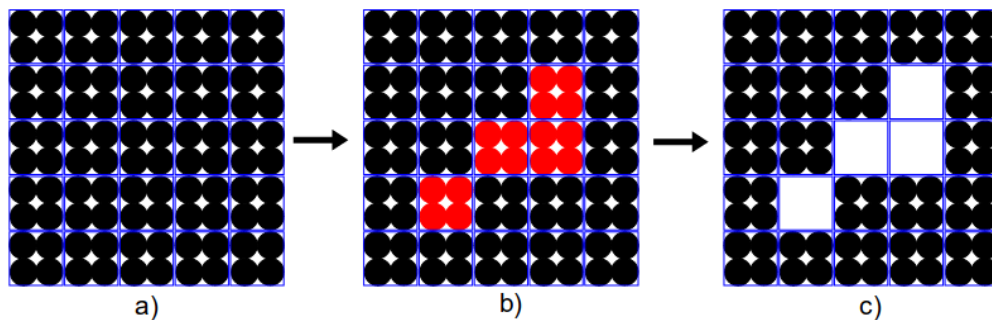


FIGURE 2.9 – Schéma de la procédure de modélisation de porosités à partir d'images (extrait de [220]).

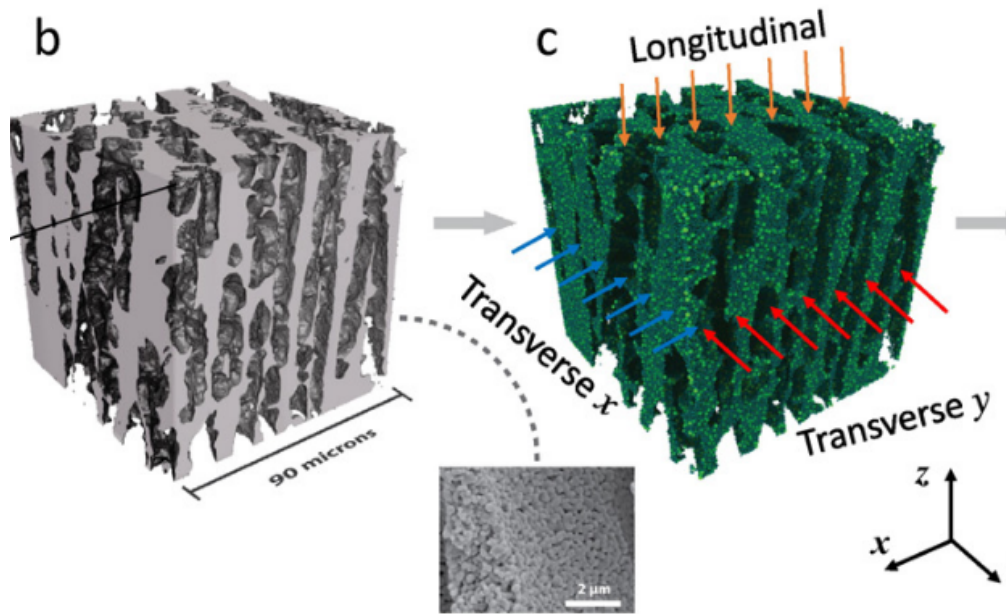


FIGURE 2.10 – Exemple de modélisation 3D d’un milieu poreux avec la **MED** (c) à partir d’une observation par tomographie rayons-X (b) (extrait de [221]).

2.1.2.2.2 Modélisation des fissures

Nous venons de voir que la manière la plus simple d’introduire des défauts (pores ou fissures) est de supprimer des éléments. Ceci nécessite d’utiliser des éléments de taille inférieure à la taille des défauts. Ainsi, pour modéliser des fissures d’un pixel d’épaisseur, il faut utiliser des éléments plus petits que les pixels (*cf.* Figure 2.9). Dans le cas de **PSCC**, constituée de fissures très fines, cette technique de modélisation par suppression d’éléments atteint ses limites. L’utilisation de très petits éléments conduit à un très grand nombre d’éléments pour représenter tout un échantillon. La dimension des zones discrétisées est généralement réduite pour conserver des temps de calcul raisonnables [220].

Une autre stratégie pour représenter les fissures fines consiste à supprimer des liens [222] ou à modifier leur loi de comportement [223, 224]. Par exemple, il suffit de supprimer la transmission d’efforts cohésifs entre les éléments (*cf.* Figure 2.11). Cependant, ce type de modélisation ne tient pas compte de l’épaisseur (ou ouverture) des fissures. Or, l’analyse bibliographique de la section 1.4.2.2 a montré que la fermeture/ouverture de ces fissures est primordiale dans le comportement des **PSCC**, même si leur ouverture initiale est très faible. Plusieurs approches tenant compte de l’épaisseur des fissures *via* les liens ont été proposées dans la littérature. Elles consistent à ajouter une *ouverture virtuelle* entre les éléments (Figure 2.12) [225-229]. L’utilisation de lois de comportements non-linéaires dans les liens permet d’obtenir des résultats similaires [230].

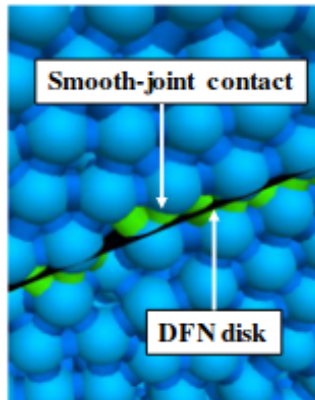


FIGURE 2.11 – Représentation d’une fissure (noir) *via* en modifiant les liens (vert) qui l’intersectent [231].

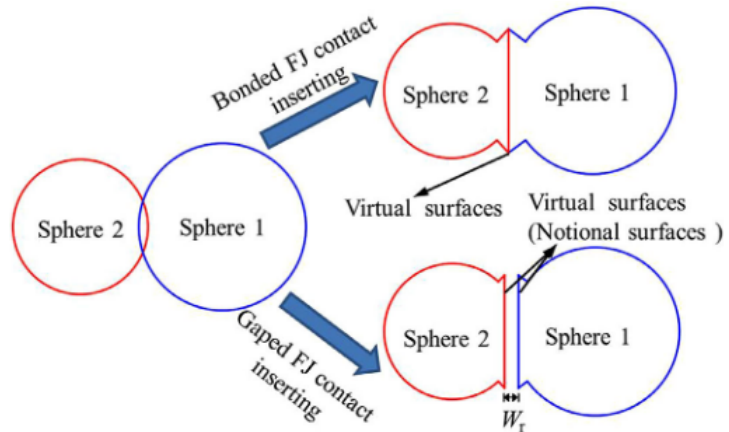


FIGURE 2.12 – Principe d’introduction d’une ouverture virtuelle entre les éléments (en bas) pour représenter l’ouverture initiale d’une fissure (extrait de [228]).

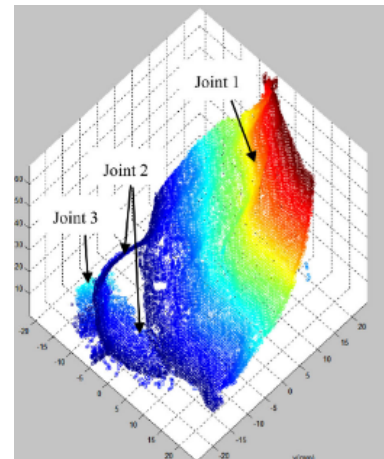
Concernant la géométrie et la position des fissures dans l’espace, trois stratégies sont employées dans la littérature (*cf.* Figure 2.13). Une première consiste à introduire des fissures en sélectionnant des liens de manière aléatoire [224, 225, 228]. Dans la seconde, des surfaces idéalisées sont générées [224, 226]. La troisième s’attache à reproduire des surfaces de fissure réelles à partir d’observations volumiques [232].



(a) Liens représentant des microfissures aléatoires [224]



(b) Génération de plans de fissures elliptiques [231]



(c) Fissure obtenue par tomographie [232]

FIGURE 2.13 – Exemple de géométries de fissures.

Dans tous ces modèles, l’épaisseur est un paramètre qui doit être calibré à partir de résultats expérimentaux ou d’observation. WU, Ji et al. [233] proposent une méthode pour estimer l’épaisseur moyenne des fissures dans une roche en utilisant le rapport de la longueur sur l’aire des fissures, la longueur étant calculée grâce au sque-

lette (Figure 2.14). Cette approche nécessite d'avoir des pixels beaucoup plus petits que l'épaisseur des fissures.

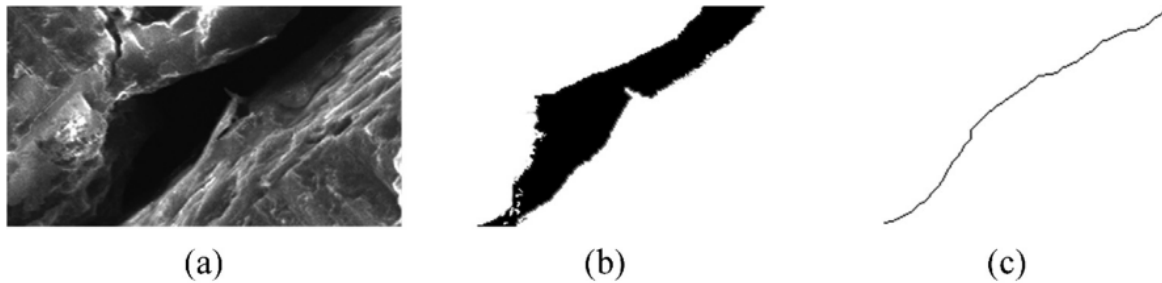


FIGURE 2.14 – Estimation de l'épaisseur moyenne des fissures à partir d'image MEB (a) grâce à l'air (b) et au squelette (c) des fissures obtenues par analyse d'image (extrait de [233]).

2.2 Détermination du comportement macroscopique à partir de la microstructure

Comme évoqué précédemment, la représentation de la microstructure est difficilement envisageable sur une pièce complète (échelle macroscopique). Elle n'est généralement effectuée que sur des volumes élémentaires de matière à l'échelle microscopique. La taille de ces volumes doit être suffisante pour être représentatif. La notion de **VER** est décrite dans une première sous-section. Ensuite, les méthodes de changement d'échelles sont décrites, elles permettent d'estimer le comportement macroscopique à partir du comportement microscopique des volumes élémentaires.

2.2.1 Notion de volume élémentaire représentatif

Un **Volume Élémentaire Représentatif (VER)** est défini comme un volume représentatif du comportement macroscopique [234, 235]. Les résultats numériques ne doivent pas dépendre du choix du **VER**, une fois sa dimension bien définie. La taille du **VER** est liée à la microstructure, il paraît évident que la quantité de porosités présentes dans le **VER** doit être suffisante. Toutefois, le choix d'une dimension minimale n'est pas triviale. En effet, la taille du **VER** varie en fonction de la propriété étudiée et des conditions aux limites. La détermination rigoureuse du **VER** nécessite d'effectuer une étude de convergence qui est illustrée sur la Figure 2.15. La propriété d'intérêt ($\overline{\mathcal{P}}$) est estimée pour différentes tailles de volume élémentaire (L) et trois conditions aux limites

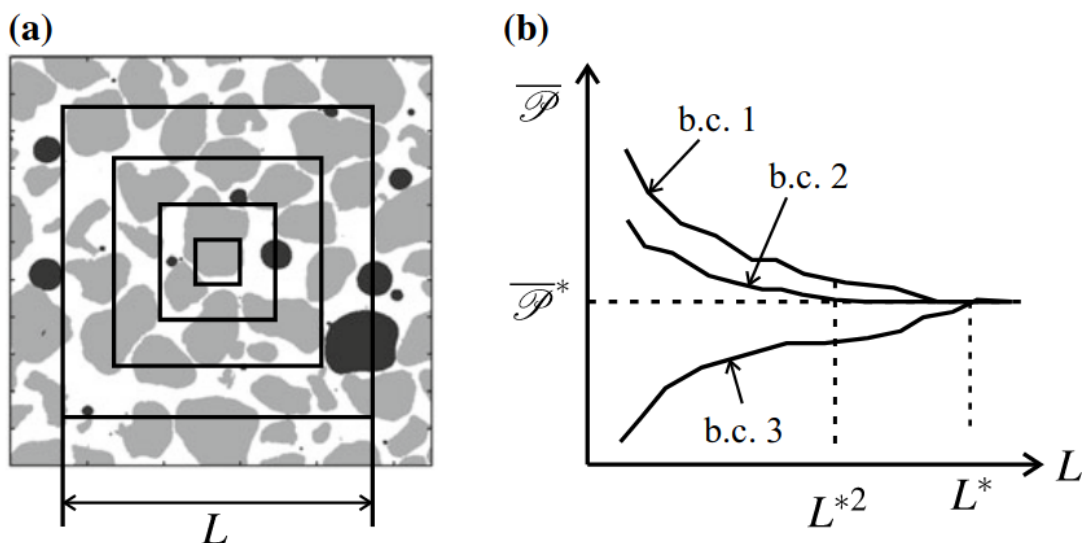


FIGURE 2.15 – Illustration de la notion de **VER** sur (a) une microstructure hétérogène avec (b) l'évolution d'une propriété \mathcal{P} en fonction de la taille de la région L et des conditions aux limites *b.c.* (extrait de [235]).

(b.c. *boundary condition*). Les résultats convergent plus ou moins rapidement vers la valeur exacte ($\overline{\mathcal{P}}^*$). Par définition, la taille du **VER** correspond à la taille de volume qui permet de retrouver la valeur $\overline{\mathcal{P}}^*$. La dimension du **VER** est L^{*2} dans le cas de *b.c.* 2, et L^* la dimension indépendante des conditions aux limites.

Lorsque la microstructure d'un matériau est périodique, la définition d'un **VER** est triviale. Le cas des matériaux non périodiques sera traité par la suite.

2.2.1.1 Matériaux périodiques

Le **VER** correspond au motif élémentaire qui permet la reconstruction du domaine complet, comme illustré sur la Figure 2.16. Il est possible d'estimer le comportement d'un matériau périodique à partir d'un volume assez faible en utilisant des conditions de périodicité sur les frontières.

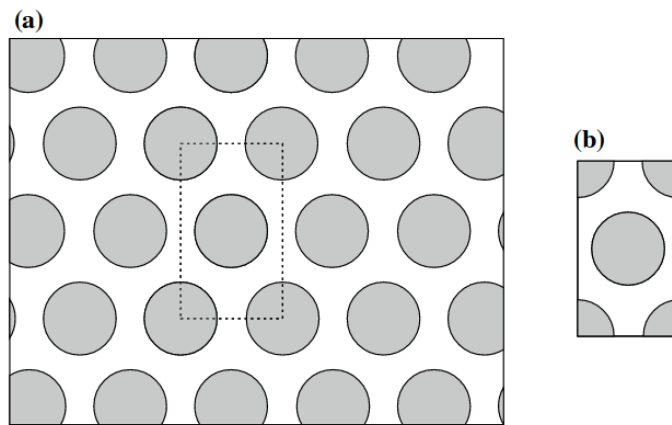


FIGURE 2.16 – Exemple de **VER** (b) dans le cas d'un matériau périodique (a) (extrait de [235]).

2.2.1.2 Matériaux non périodiques

Dans le cas de matériaux non périodiques, plusieurs critères sont utilisés, comme le nombre minimal d'inclusions à représenter ou la dimension du volume par rapport à la taille des porosités. Généralement, une taille de **VER** au moins 10 fois supérieure à la taille des plus grosses porosités est préconisée [111, 201]. WANG, KULKARNI et al. [94] considèrent que 600 pores sont suffisants pour être représentatif. AMSELLEM, MADI et al. [45] considèrent que dans le cas d'une céramique projetée plasma la taille représentative en 2D est de $71\ \mu\text{m}$ et de $45\ \mu\text{m}$ en 3D. ZHANG, COCKS et al. [194] utilisent un modèle de $60\ \mu\text{m}$ de large avec une condition de symétrie sur un bord. Ainsi, ils considèrent que la taille effective de leur modèle est de $120\ \mu\text{m}$, ce qui est légèrement supérieur au diamètre des lamelles ($20\text{-}100\ \mu\text{m}$).

Beaucoup d'études portent sur la détermination des VER [236-238]. PELISSOU, BACCOU et al. [239] discutent de la taille de VER dans le cas de matériaux fragiles soumis à des chargements dynamiques, et notamment du lien entre le VER « élastique » et le VER de « rupture ». En effet, l'estimation de propriétés non-linéaires, comme la contrainte à rupture de matériaux quasi-fragiles, nécessite souvent des VER plus grands que lorsque l'on s'intéresse à des propriétés linéaires telles que l'élasticité. Leurs travaux montrent qu'il y a un rapport de 10 entre la taille du VER permettant de retrouver les propriétés élastiques et la taille pour déterminer les propriétés à rupture.

Parmi les outils statistiques à disposition pour analyser la microstructure et aider à la sélection d'une taille de VER, il y a le *covariogramme*.

2.2.1.3 Covariogramme

La dispersion géométrique entre deux ensembles de points est évaluée grâce à la *covariance*. Soit X un ensemble de points et h une translation, la covariance $K(X,h)$ se calcule en mesurant l'intersection entre l'ensemble X et ce même ensemble translaté d'une distance h :

$$K(X,h) = \int k(x)k(x+h) dx, \quad (2.1)$$

$$k(x) = \begin{cases} 1 & \text{si } x \in X \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (2.2)$$

Dans le cas d'une image binaire 2D (I) de dimension (n,m) , l'ensemble des points X correspond à l'ensemble des pixels noirs. La covariance peut se calculer horizontalement (K_x) ou verticalement (K_y) en appliquant une translation suivant les axes \vec{x} ou \vec{y} :

$$K_x(I,h) = \frac{1}{n \times m} \sum_{x=1}^n \sum_{y=1}^m [1 - I(x,y)] [1 - I(x+h,y)]. \quad (2.3)$$

L'évolution de la covariance en fonction de l'écart h est appelée *covariogramme*, un exemple est fourni en Figure 2.17. Les covariogrammes présentent plusieurs valeurs remarquables :

- En $h = 0$, la covariance est égale à la fraction volumique de vide (car $I^2 = I$),
- Lorsque $h \rightarrow n$, la covariance atteint une valeur asymptotique égale au carré de la fraction volumique de vide,
- Lorsque $h > n$ la covariance est nulle.

La valeur à partir de laquelle la covariance atteint sa valeur asymptotique représente la distance caractéristique entre les objets (38 μm sur la Figure 2.17). Cette distance est plus pertinente que la taille des porosités. Dans le cas de petites porosités très espacées,

un critère portant uniquement sur la taille des porosités se révèle insuffisant. Il est alors préférable de sélectionner une taille 10 fois supérieure à la distance caractéristique entre les porosités [234].

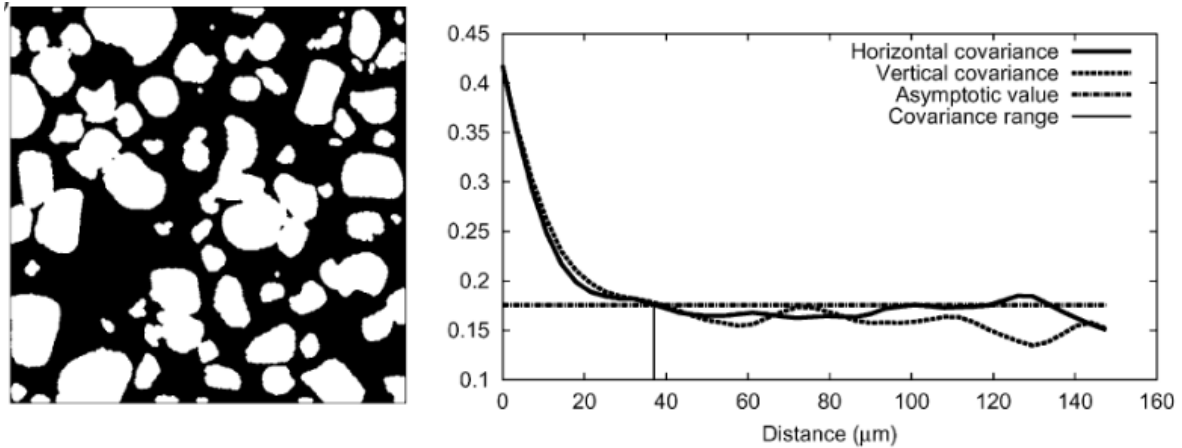


FIGURE 2.17 – Calcul de la covariance sur une microstructure poreuse (extrait de [234]).

2.2.2 Passage à l'échelle macroscopique

À partir de la définition d'un **VER** représentant la microstructure, plusieurs stratégies peuvent être adoptées pour déterminer le comportement d'un matériau ou d'une structure à l'échelle macroscopique. Cette procédure est souvent désignée comme un *changement d'échelle*, des modélisations dites *multi-échelles* sont aussi employées.

2.2.2.1 Modèles multi-échelles

Les modèles multi-échelles ont été développés pour profiter des avantages d'une représentation de la microstructure dans le cadre de simulations numériques sur des structures. Des informations à l'échelle *macroscopique* sont échangées avec l'échelle *microscopique* et vice-versa. Les simulations réalisées à l'échelle macroscopique fournissent les conditions de chargement sur le **VER**, qui est lui-même discrétisé en tenant compte de la microstructure.

En pratique, l'implémentation de cette approche est appelée FE^2 [235] ou **FEM-DEM** [240, 241]. Dans les deux cas, le principe est le même, et il est illustré sur la Figure 2.18 pour une approche **FEM-DEM**. La structure à l'échelle macroscopique est représentée de manière homogène avec la **FEM**. Un modèle microscopique (**FEM** ou **DEM**) est associé à chaque maille du modèle macroscopique. La déformation subie par chaque maille macroscopique est appliquée au modèle microscopique correspondant pour évaluer sa réponse mécanique, c'est le « downscaling ». La réponse mécanique du

VER est remontée au modèle macroscopique (« upscaling »), comme pourrait le faire une loi de comportement homogène équivalente implantée dans le code de calcul.

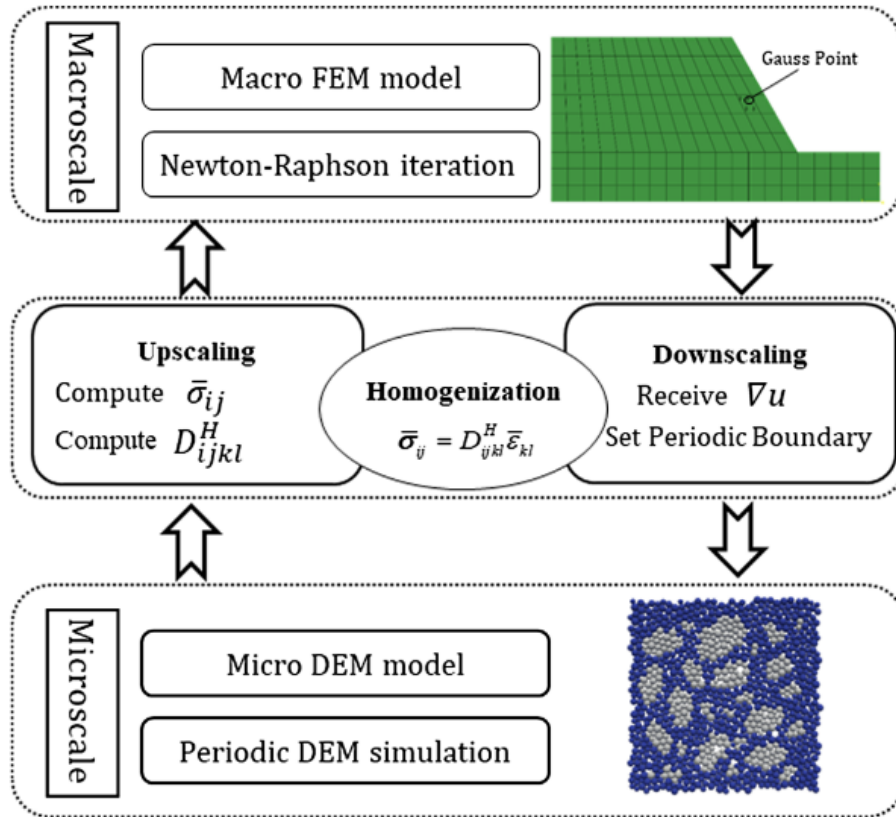


FIGURE 2.18 – Principe de modélisation multi-échelles FEM-DEM (extrait de [241])

La principale limitation de ce type d'approche est la puissance de calcul nécessaire à la réalisation des calculs. En effet, à chaque itération du calcul macroscopique, il faut réaliser autant de calculs microscopiques que de mailles présentes dans le domaine macroscopique. Une alternative consiste à faire appel à des méta-modèles s'appuyant sur des réseaux de neurones artificiels pour prédire la réponse mécanique du VER sans avoir à réaliser de calculs coûteux à chaque itération [242-244]. Ce domaine de recherche est actuellement en plein essor.

Une deuxième limitation est *l'hypothèse de séparation des échelles* entre la microstructure et la macrostructure [235, 245]. En effet, la taille l des mailles du modèle macroscopique doit être suffisamment petite devant la taille L du modèle macroscopique pour que le chargement appliqué sur une maille puisse être considéré comme homogène dans chaque maille. Les mailles doivent également être suffisamment grandes devant la taille de la microstructure d pour que les modèles microscopiques puissent être assimilés à des VER :

$$d \ll l \ll L. \quad (2.4)$$

Lorsque la séparation entre les échelles n'est pas possible, mais que la zone d'intérêt dans la macrostructure est connue à l'avance, un unique modèle faisant intervenir les deux échelles peut être utilisé. La Figure 2.19 présente le cas d'une poutre en flexion, où la microstructure n'est représentée qu'au centre, car c'est l'endroit où la fissuration va apparaître [246]. Le reste de la structure est représenté de manière homogène avec des éléments plus grossiers. Il est également possible de mixer FEM et DEM, en représentant les zones d'intérêts avec la DEM et le reste de la macrostructure avec la FEM. Pour cela, il faut faire appel à un *couplage* FEM-DEM [218, 247].

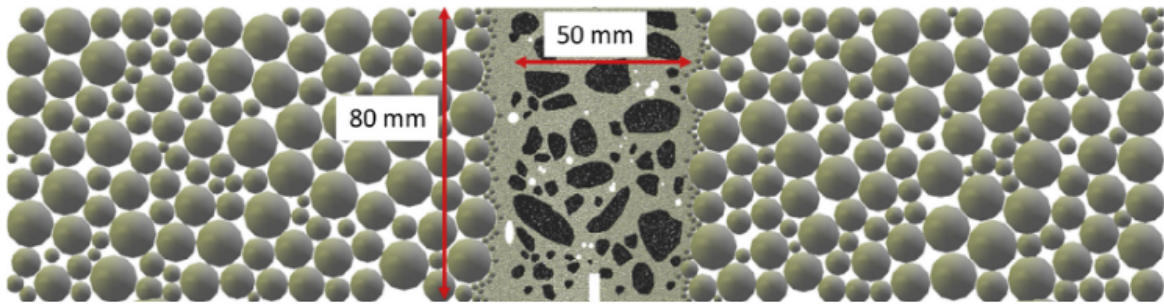


FIGURE 2.19 – Modélisation multi-échelle d'une poutre en flexion (extrait de [246]).

2.2.2.2 Changement d'échelle - Homogénéisation

La notion de *changement d'échelle* est plutôt employée lorsqu'il y a uniquement une communication unilatérale de l'échelle microscopique vers l'échelle macroscopique.

Plutôt que de réaliser des calculs sur les VER au cours des simulations à l'échelle macroscopique, les calculs à l'échelle microscopique sont réalisés en amont pour construire des lois de comportement homogène équivalentes. Ces lois sont ensuite utilisées dans les simulations numériques à l'échelle macroscopique [191, 248]. ASADI, ANDRÉ et al. [191] ont appliqué cette méthode pour déterminer le tenseur d'élasticité d'un matériau hétérogène périodique en réalisant des essais de traction et de cisaillement sur un VER. ROUSSEL, LICHTNER et al. [221] utilisent cette approche pour déterminer la raideur et la résistance à la rupture de céramiques poreuse.

2.3 Conclusions

La construction d'un modèle à l'échelle de la microstructure est tout à fait adaptée pour répondre aux problématiques formulées au chapitre 1, à savoir étudier le lien entre la microstructure et le comportement mécanique à l'échelle macroscopique.

Des briques élémentaires sont disponibles dans la littérature. Il est possible de réaliser des simulations de propagation d'ondes de choc dans des matériaux poreux. Concernant les **PSCC** spécifiquement, la **MED** a déjà été employée pour modéliser en 2D une **PSCC** et étudier la fissuration en quasi-statique [220]. Cependant, aucun travail ne concerne la simulation de la propagation d'ondes de compression dans des modèles microscopiques de **PSCC**, ou la modélisation de leur microstructure en 3D.

Une des difficultés est la modélisation de la microstructure. Des travaux ont démontré la possibilité de représenter des fissures fines avec une épaisseur à l'état initial pour des bétons. À notre connaissance, il n'existe pas de tentative de reproduction de surfaces réelle avec des épaisseurs nanométriques correspondant aux **PSCC**.

La détermination de l'ouverture initiale des fissures à partir d'observation constitue aussi un verrou qui devra être levé pour obtenir un modèle prédictif.

La méthode numérique sélectionnée est la **MED**, car elle est parfaitement adaptée pour traiter des microstructures très hétérogènes. Elle est par ailleurs couramment utilisée pour modéliser le comportement de milieux fragiles. Les possibilités de simulation, en termes de propagation d'ondes, multi-fragmentation et gestion des contacts, rendent la **MED** tout à fait pertinente dans la modélisation de la réponse mécanique de **PSCC** face à des impacts ou des chocs lasers. Tous les développements seront réalisés dans le code *GranOO* [249] avec des liens cohésifs de type poutre d'*Euler-Bernoulli* qui ont fait leurs preuves dans de nombreuses études [213, 215, 218].

La microstructure n'étant pas 2D, une modélisation 3D est nécessaire. La méthode consistant à représenter des microstructures réelles est sélectionnée, car elle s'appuie sur des observations (« image-based ») sans avoir besoin de faire d'hypothèses simplificatrices ou de développer des algorithmes de génération aléatoires. Les observations seront réalisées par **MEB-FIB** afin d'avoir une taille de voxel suffisamment petite pour détecter les fissures.

Chapitre 3

Discrétisation spatiale 3D : de l'observation FIB au modèle discret

Contenu

3.1	Acquisition 3D de la microstructure de PSSC	70
3.1.1	Fabrication des échantillons de YSZ par projection plasma	70
3.1.2	Protocole d'acquisition au MEB-FIB	72
3.1.3	Discussion sur la représentativité des observations	74
3.2	Description des méthodes de traitement d'image	77
3.2.1	Alignement	77
3.2.2	Filtrage	78
3.2.3	Homogénéisation de l'intensité	81
3.2.4	Segmentation	82
3.2.5	Méthodologie retenue et application	84
3.3	Séparation pore/fissure par analyse d'image	88
3.3.1	Morphologie mathématique	88
3.3.2	Classification	90
3.3.3	Taux de porosité numérique et grandeurs géométriques	91
3.3.4	Méthodologie retenue et application	92
3.4	Discrétisation avec la MED	99
3.4.1	Stratégie de modélisation et sélection de la taille des éléments	99
3.4.2	Représentation des pores avec les éléments	100
3.4.3	Représentation des fissures avec les liens	101
3.5	Discussion sur la taille des éléments	107
3.5.1	Effet de la taille des éléments sur la modélisation des pores	107
3.5.2	Effet de la taille des éléments sur la modélisation des fissures	109
3.5.3	Bilan	111
3.6	Conclusions	112

Dans le chapitre précédent, une démarche de construction d'un modèle représentant la microstructure d'une céramique projetée plasma est proposée. Celle-ci s'appuie notamment sur des observations **MEB-FIB** et une modélisation numérique du matériau à l'aide de la **MED**. Dans ce chapitre, la méthode d'élaboration des matériaux d'études est d'abord décrite, suivi de la procédure d'acquisition des images par **MEB-FIB**. Ensuite, le protocole de traitement des images est présenté, il permet de distinguer la nature des porosités en fonction de leur taille. Cette distinction est liée à la stratégie de modélisation *via* un modèle aux éléments discrets, et à la nécessité de bien représenter les fissures, notamment leur ouverture initiale. La dernière section du chapitre est consacrée à une discussion sur les choix de discrétisation et la convergence du modèle numérique.

3.1 Acquisition 3D de la microstructure de PSCC par tomographie MEB-FIB

3.1.1 Fabrication des échantillons de **YSZ** par projection plasma

Les échantillons d'étude ont été fabriqués au CEA-LR par projection plasma sous air à pression atmosphérique (**APS**). Deux types de poudre du fournisseur *Oerlikon metco* ont été utilisés pour obtenir les échantillons. Ces poudres sont composées à 90,5% de ZrO_2 et 7,9% de Y_2O_3 , et ont permis la fabrication de deux types de matériaux :

- **Matériau 1** réalisé avec une poudre obtenue par fusion broyage (**FC**) : les particules sont denses et anguleuses, avec un diamètre médian (D50) de 30 μm .
- **Matériau 2** réalisé avec une poudre obtenue par agglomération-frittage (**AS**) : les particules sont poreuses, avec un diamètre médian (D50) de 30 μm .

La projection est effectuée sur un substrat métallique, qui est ensuite retiré via un procédé interne afin de ne conserver que le revêtement. Des échantillons parallélépipédiques de $6 \times 3 \times 2 \text{ mm}^3$ (*cf.* Figure 3.3) sont découpés avec une à scie à fils diamanté afin de limiter la dégradation de la microstructure. Les différentes faces sont ensuite rectifiées pour respecter des conditions de parallélisme.

La porosité totale des revêtements est estimée par mesure de la densité apparente¹ elle est évaluée à 10% pour le Mat1 et à 20% pour le Mat2. Les deux microstructures obtenues sont observées au **MEB** en Figures 3.1 et 3.2, d'autres images sont fournies en Annexe C.

1. *cf.* équation (1.1) section 1.2.1 avec une densité du matériau dense de 6060 kg/m^3 [250]

3.1. ACQUISITION 3D DE LA MICROSTRUCTURE DE PSCC

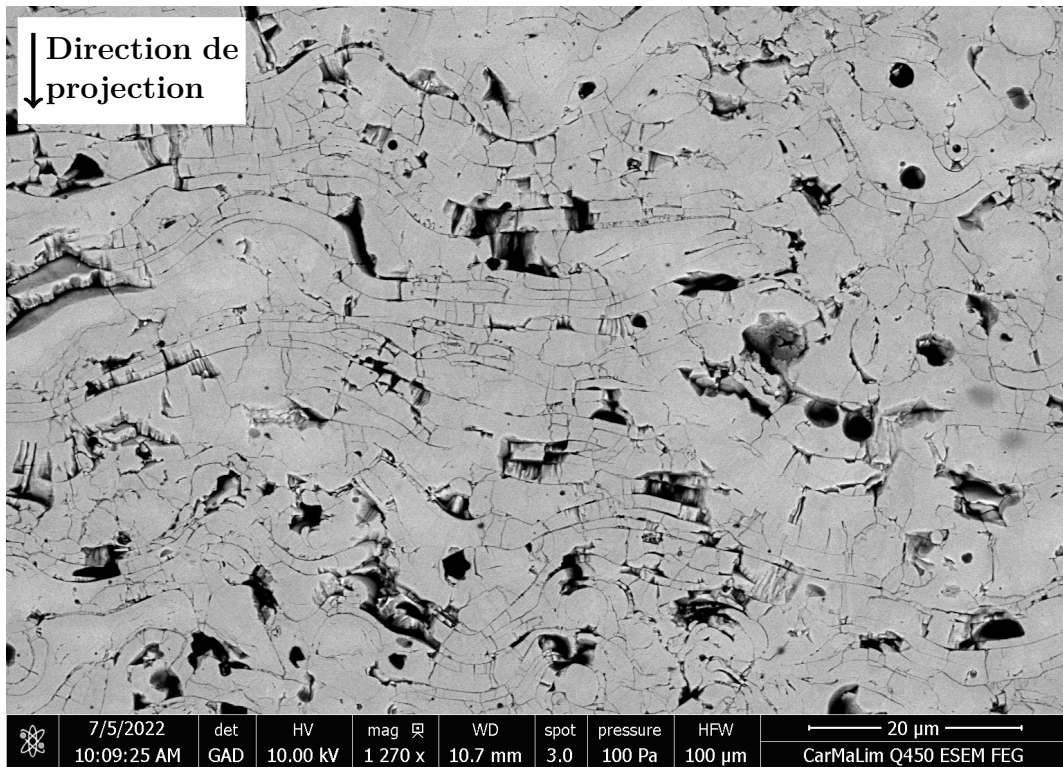


FIGURE 3.1 – Matériau 1 : structure lamellaire conventionnelle.

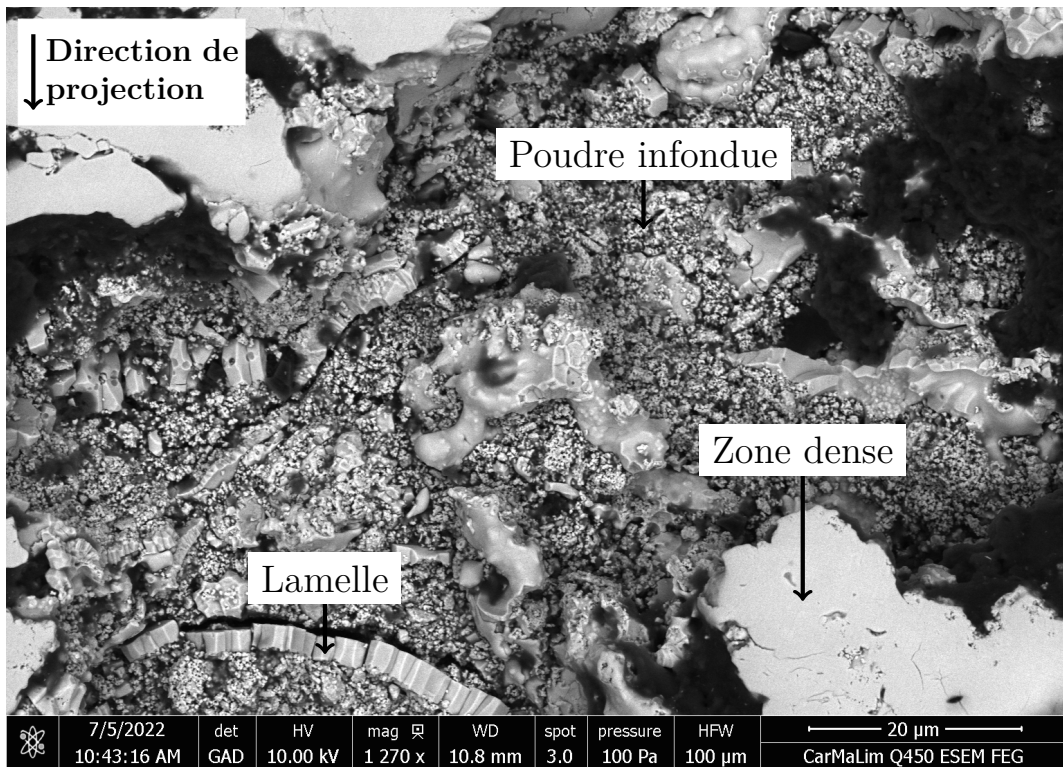


FIGURE 3.2 – Matériau 2 : présence de zone nano-poreuse.

3.1.2 Protocole d'acquisition au MEB-FIB

Les observations au **MEB-FIB** sont réalisées à l'**IRCER** avec le *ZEISS Crossbeam 550*. Une phase de préparation de l'échantillon est réalisée avec le **FIB** avant de procéder à l'acquisition.

3.1.2.1 Préparation de l'échantillon

La préparation de l'échantillon s'effectue en plusieurs étapes. L'état de l'échantillon après cette préparation est illustré en Figure 3.3.

- Un canal est dégagé par ablation avec le faisceau d'ions pour permettre le passage du faisceau d'électrons et l'acquisition des images ;
- Des tranchées sont creusées sur les cotés du volume de matière qui va être observé ; cela permet de limiter les problèmes de re-déposition de matière ;
- La partie extérieure du volume est recouverte d'une couche de platine qui comporte des marqueurs ; ils permettent l'auto-calibration du **MEB** et le calcul de l'épaisseur de chaque tranche ; ces marqueurs sont réalisés en creusant des lignes qui sont ensuite remplies de carbone.

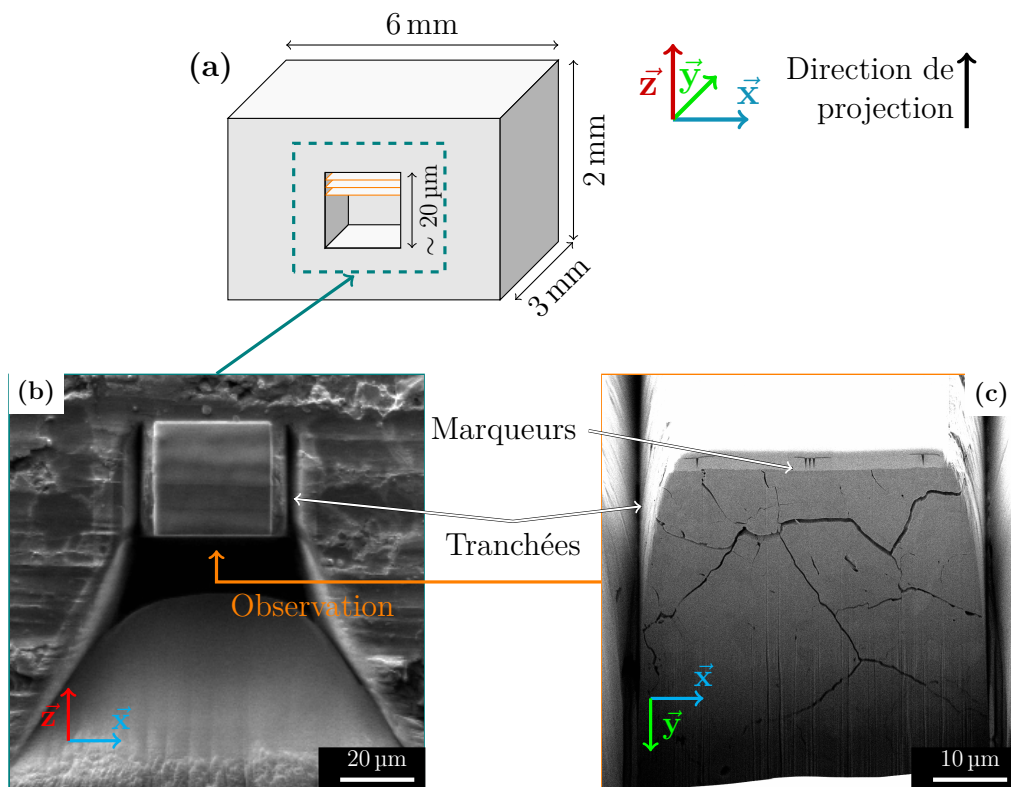


FIGURE 3.3 – État de l'échantillon pré-acquisition MEB-FIB.

3.1.2.2 Acquisition des données

L'acquisition des images se fait dans le plan xy (choix arbitraire) perpendiculaire à la direction de projection (axe \vec{z}) telle que décrit en Figure 3.3. L'acquisition des images est réalisée en utilisant le détecteur **Secondary Electrons Secondary Ions (SESI)** du **MEB**. La première image obtenue est affichée en Figure 3.3c. Les images sont encodées en niveau de gris sur 8 bits. Pour une même observation la résolution (taille de voxel) est constante entre toutes les images, cette résolution varie entre 10 et 30 nm d'un volume à l'autre (*cf.* Tableau 3.1). Un volume de matière se présente sous la forme d'une « pile » d'images prises dans le plan xy. La distance entre chaque image (suivant \vec{z}) correspond à l'épaisseur de matière enlevée par le **FIB** entre chaque observation. Quatre acquisitions ont été réalisées sur le Mat1 et une sur le Mat2. Les dimensions des volumes sont regroupées dans le Tableau 3.1. Des exemples d'images obtenues sont présentés sur la Figure 3.4.

	Voxel [nm]	X		Y		Z		Volume [μm^3]
		[px]	[μm]	[px]	[μm]	[px]	[μm]	
Mat1-1	28,2	463	13,06	345	9,73	310	8,74	111
Mat1-2	23,6	746	17,61	561	13,24	899	21,22	495
Mat1-3	20,0	851	17,02	715	14,30	700	14,00	341
Mat1-4	11,0	1618	17,80	1343	14,77	645	7,60	200
Mat2-1	23,7	735	17,42	512	12,13	328	7,77	164

TABLEAU 3.1 – Dimensions des volumes obtenus par MEB-FIB.

Le fait que le faisceau d'électrons ne soit pas perpendiculaire à la surface d'observation (Figure 1.5) induit une distorsion des images (pixels plus petits en haut qu'en bas). Celle-ci est corrigée automatiquement par le logiciel d'acquisition (*Atlas3D*).

Le plan xy est choisit arbitrairement, il pourrait aussi être possible de réaliser les observations dans le plan yz. Nous pensons que ce choix n'a pas d'influence sur les résultats et que la représentativité de la microstructure est plus liée à la dimension du volume d'observation. Des volumes d'observation plus importants ($100 \times 100 \times 100 \mu\text{m}^3$) seraient préférables pour ces céramiques, mais le dispositif ne le permet pas.

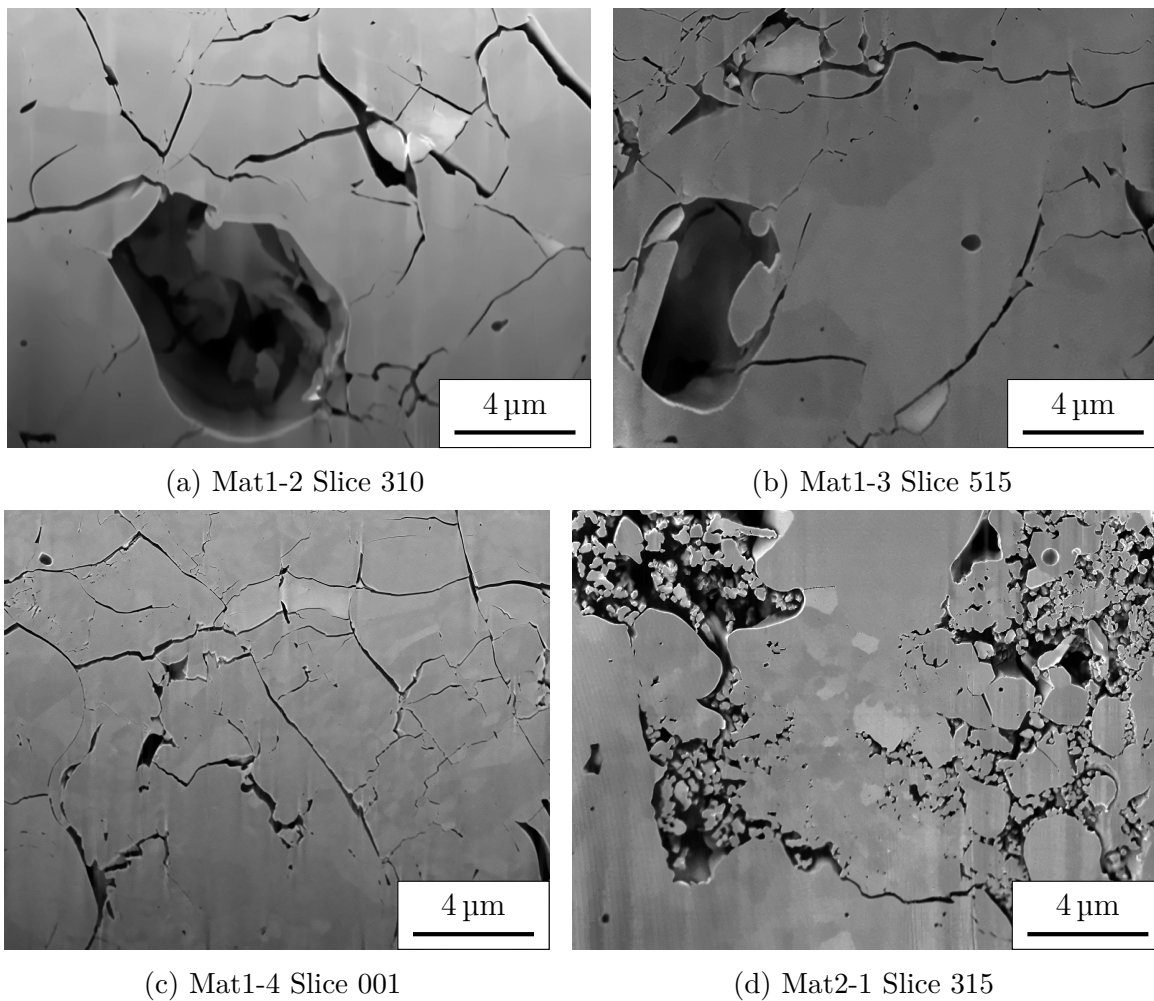
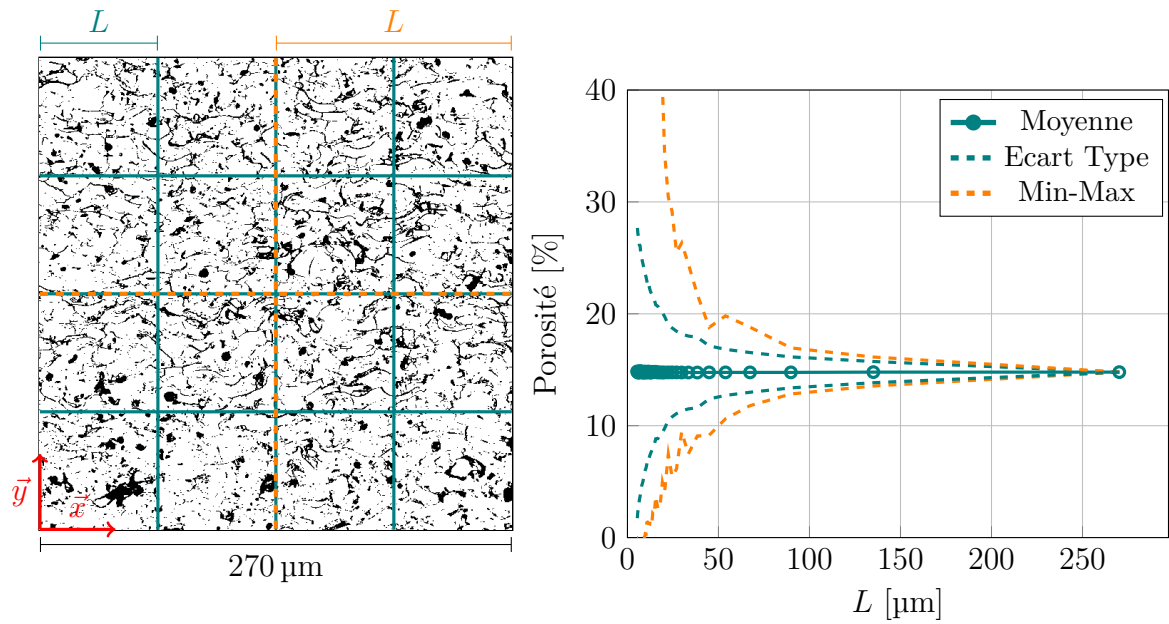


FIGURE 3.4 – Exemples d’images obtenues avec le MEB-FIB.

3.1.3 Discussion sur la représentativité des observations

Une étude est menée pour déterminer la taille minimale de matière à considérer afin d’être représentatif de la porosité. Cette étude nécessite de disposer d’une zone d’observation suffisamment grande, ceci n’est pas possible en 3D, l’estimation est donc réalisée en 2D sur une micrographie de $270 \times 270 \mu\text{m}^2$ (Figure 3.5a). Le taux de porosité est calculé sur des sous régions de dimension L (Figure 3.5a). L’évolution de la moyenne, de l’écart-type et des valeurs extremum est tracée en Figure 3.5b. Le taux de porosité est en moyenne égal à 14,8 % quel que soit la valeur de L . Une taille de $135 \mu\text{m}$ est nécessaire pour approcher la valeur globale avec une précision de 6 %.

Les covariogrammes suivant \vec{x} et \vec{y} sont tracés en Figure 3.6 pour la même micrographie. La convergence est atteinte pour une distance de $8 \mu\text{m}$, ceci correspond à la distance caractéristique liée à la microstructure. Une valeur dix fois supérieure est souvent considérée comme nécessaire pour être suffisamment caractéristique, ce qui donne une longueur de $80 \mu\text{m}$.



(a) Subdivision d'une micrographie en sous-régions de taille L . (b) Taux de porosité en fonction de la taille L de la zone d'intérêt .

FIGURE 3.5 – Étude de convergence du taux de porosité.

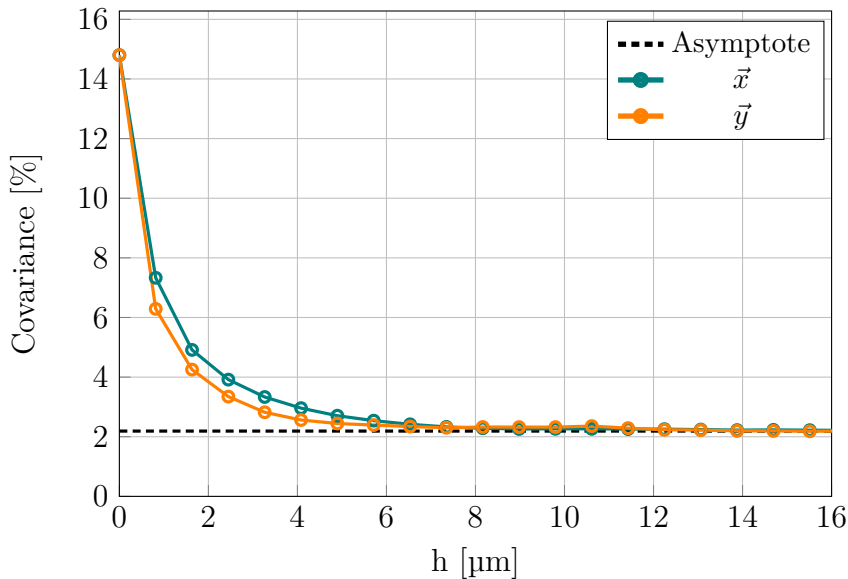


FIGURE 3.6 – Covariogrammes suivant \vec{x} et \vec{y} .

Cette analyse montre qu'une longueur de l'ordre de $100 \mu\text{m}$ est nécessaire pour être représentatif de la porosité. Cela ne fournit pas la dimension nécessaire pour avoir un **VER** permettant d'estimer d'autres propriétés comme un module élastique. Toutefois, nous pouvons affirmer qu'un tel **VER** doit au moins être supérieur à $100 \mu\text{m}$.

Un unique volume de $20 \mu\text{m}$ de côté n'est donc pas suffisant pour être représentatif. Une étude statistique doit être réalisée à partir de plusieurs acquisitions. Cela n'a pas

été possible dans le cadre de ce travail, qui s'est focalisé sur la mise en place de la méthodologie. L'obtention de résultats statistiquement représentatif pourra être réalisée dans le futur.

3.2 Description des méthodes de traitement d'image

Les données brutes obtenues avec le **MEB-FIB** ne sont pas exploitables en l'état. Des traitements numériques, dont les fondements théoriques sont décrits ci-après, doivent être appliqués pour corriger les artefacts apparus lors de l'acquisition et pour préparer les données en vue de leur analyse ultérieure.

Une image numérique 2D est discrétisée spatialement par des pixels (px), pour *picture elements*. Dans le cas d'une image volumique, le terme voxel (vx), pour *volume element*, est employé. Chaque pixel contient une information qui est codée sur un certain nombre de bits. Dans le cas d'une image en *niveau de gris*, c'est le codage sur 8 bits qui est le plus répandu. Il y a alors 256 (2^8) nuances possibles entre le noir codé par 0 et le blanc par 255. Le terme *intensité* est couramment employé pour faire référence à la valeur du niveau de gris d'un pixel. La distribution des intensités peut être visualisée sous la forme d'histogrammes (*cf.* Figure 3.7). La modification de celui-ci permet d'ajuster la luminosité et les contrastes, il peut aussi être utilisé pour déterminer des seuils et identifier des zones.

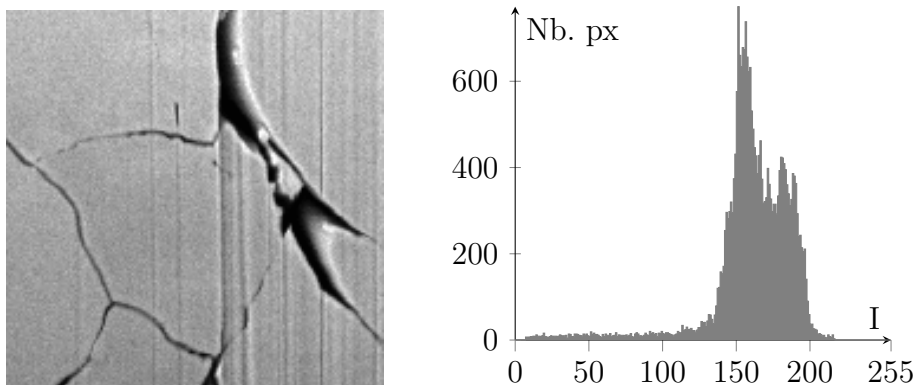


FIGURE 3.7 – Image en niveau de gris 8 bits et histogramme associé.

3.2.1 Alignement

Les données volumétriques sont enregistrées sous forme de pile d'images. À cause de la méthode d'acquisition, il est possible que les images ne soient pas correctement alignées, un alignement *a posteriori* est alors nécessaire. Dans le cas d'images obtenues au **MEB-FIB**, les dérives sont uniquement des translations suivant \vec{x} et \vec{y} . Un alignement grossier est déjà effectué par le logiciel d'acquisition mais il reste encore des « sauts » et dérives à corriger. Une méthode d'alignement par corrélation est généralement utilisée pour garantir le meilleur alignement des images. La différence entre deux images (I_1, I_2)

est évaluée en terme de différence de niveau de gris. Cette différence est évaluée par une méthode des moindres carrés [251]. Dans le cas de décalages par translations $(\Delta x, \Delta y)$ la mesure de l'écart E s'exprime avec :

$$E(\Delta x, \Delta y) = \sum_x \sum_y [I_1(x, y) - I_2(x + \Delta x, y + \Delta y)]^2. \quad (3.1)$$

Cette approche nécessite la présence d'une zone invariante sur chaque image, à la fois en position et en intensité, c'est le cas des marqueurs de carbone. De plus, elle n'est efficace que lorsque que le décalage entre les images est faible, ce qui est le cas des données FIB.

De plus, comme évoqué dans [252], toutes méthodes reposant sur la corrélation peuvent induire des dérives linéaires, par exemple en alignant des structures qui ne sont pas sensées être alignées, comme illustré en Figure 3.8.

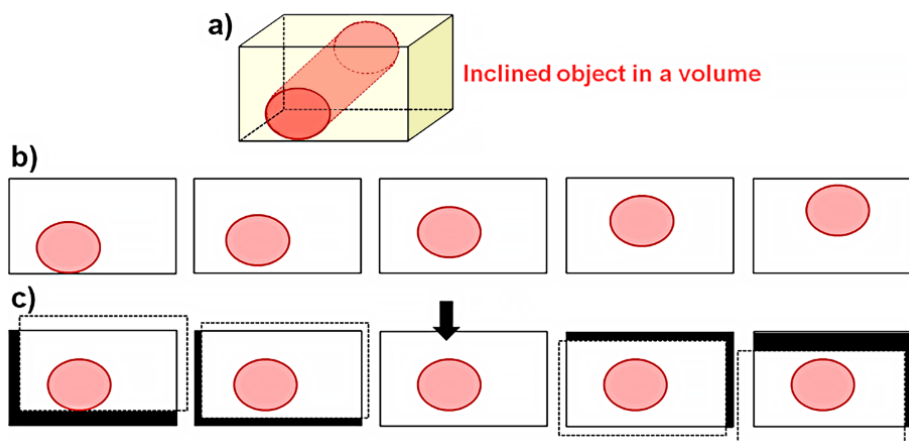


FIGURE 3.8 – Illustration du problème de corrections d'alignement avec un objet oblique (a) – (b) Décomposition du volume en plusieurs images – (c) Alignement par corrélation (extrait de [252]).

3.2.2 Filtrage

Le filtrage permet de supprimer le bruit et les artefacts présents dans les données d'études. Deux catégories de filtres existent, le filtrage par *convolution* et les filtres qui reposent sur une décomposition *fréquentielle* de l'information.

3.2.2.1 Filtrage par convolution

Une manière efficace de supprimer le bruit d'une image consiste à utiliser l'intensité moyenne des pixels voisins, c'est par exemple le cas des filtres gaussien [253] et médian

[254]. D'un point de vu mathématique, l'intensité d'un pixel de coordonnées (x,y) dans une image I est définie par convolution avec un noyau G de dimension (n,m) :

$$I_{filtré}(x,y) = \sum_i^n \sum_j^m I(x+i,y+j) \times G(i,j). \quad (3.2)$$

Ce noyau définit le voisinage d'un pixel en effectuant une pondération en fonction de la position. Par exemple, dans le cas d'un filtre gaussien le noyau prend la forme :

$$G(i,j) = \frac{1}{2\pi\sigma_d^2} \cdot \exp\left(-\frac{i^2+j^2}{2\sigma_d^2}\right), \quad (3.3)$$

où σ_d est l'écart-type de la gaussienne qui caractérise l'intensité du filtre, c'est-à-dire la taille minimale des éléments qui seront filtrés. Cependant, ces filtres ont tendance à rendre floue toutes les bordures et textures de l'image, ce qui entraîne une perte d'information.

Afin de préserver les contours, la différence d'intensité entre les pixels est utilisée dans la pondération, à l'aide d'un deuxième noyau F :

$$I_{filtré}(x,y) = \sum_i^n \sum_j^m I(x+i,y+j) \times G(i,j) \times F(|I(x,y) - I(x+i,y+j)|). \quad (3.4)$$

Il s'agit du filtre bilatéral [255], dans lequel le noyau de pondération de l'intensité F est une gaussienne d'écart type σ_i :

$$F(x) = \frac{1}{\sigma_i\sqrt{2\pi}} \cdot \exp\left(-\frac{x^2}{2\sigma_i}\right). \quad (3.5)$$

Néanmoins, cette dernière approche locale est sensible au bruit car elle s'appuie uniquement sur l'intensité (potentiellement bruité) du pixel central.

Aussi, d'autres méthodes, dites *non-locale*, comme le filtre **Non-Local Means (NLM)** [256], consistent à analyser l'ensemble de l'image pour trouver des structures similaires. Sur le même principe que le filtre bilatéral, une pondération est effectuée en fonction de la similarité du pixel avec les autres pixels de l'image. Cette similarité est calculée en comparant les zones autour des pixels, ce qui permet de mieux prendre en compte la présence de structures dans l'image, et rend ce type de méthode plus robuste. L'effet des filtres sur une image présentant du bruit est présenté en Figure 3.9. Dans les trois cas, le bruit est atténué, mais seulement les filtres bilatéral et **NLM** préservent la netteté des contours. Le filtre **NLM** est plus efficace pour homogénéiser la matière.

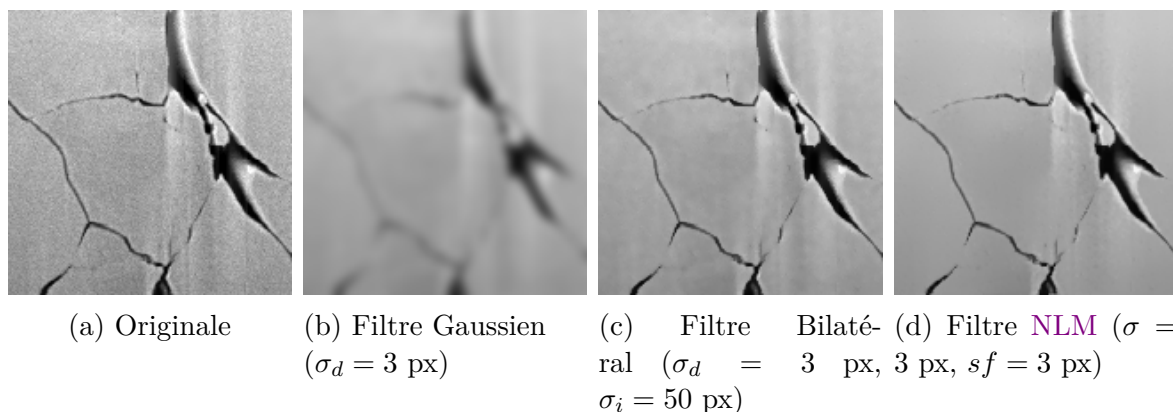


FIGURE 3.9 – Atténuation du bruit d'une image (a) avec des filtres gaussien (b), bilatéral (c) ou NLM (d).

3.2.2.2 Filtrage fréquentiel

Initialement développée dans le cadre du traitement des signaux, la **Discrete Fourier Transform (DFT)** et la **Discrete Wavelet Transform (DWT)** sont deux méthodes qui consistent à approximer un signal $f(x)$ de manière discrète par une base de fonctions $\Gamma_n, n \in \llbracket 1; N \rrbracket$, tel que :

$$f(x) \simeq \sum_n^N a_n \cdot \Gamma_n(x). \quad (3.6)$$

Ainsi, le signal est représenté par un ensemble de coefficients a_n associés à une base de fonctions. L'intérêt de ce type d'approche est de décomposer l'information en plusieurs catégories qui regroupent les structures similaires ensemble.

Dans le cas de la **DFT**, des fonctions périodiques sinus et cosinus sont utilisées avec les fréquences discrètes $\omega_n = 2 \cdot \pi \cdot n$, ce qui donne sous forme complexe :

$$\Gamma_n(x) = \exp(-i \cdot \omega_n \cdot x/N). \quad (3.7)$$

Avec cette décomposition, la structure du signal est représentée par les fréquences, ω_n et les coefficients a_n . Cependant, l'information spatiale donnée par la valeur de f en x , est distribuée sur l'ensemble des fréquences.

La décomposition en ondelettes (**DWT**), utilise quant à elle des familles de fonctions non périodiques de tailles et fréquences variables, ce qui permet de conserver les informations de position et de structure plus efficacement. Plusieurs familles de fonctions ont été proposées, notamment les fonctions de *Daubechies* [257] qui sont couramment employées pour le traitement des images.

La **DFT** et **FFT** sont facilement transposables en 2D afin d'être appliquées à des images, où elles interviennent dans le cadre de la suppression d'artefact, la compression et la détection de contours [258-260]. Ainsi, avec la **DFT** il est possible de supprimer

le bruit [258] en filtrant les hautes fréquences, et les structures ayant une orientation particulière comme des stries verticales, en filtrant la plage de fréquence dans la direction associée [259]. Un exemple d'application de ces deux filtres est donné en Figure 3.10 avec la suppression des structures inférieures à 3 px (b) ou la suppression des stries verticales à $\pm 5^\circ$ (c). De part la représentation purement fréquentielle, un filtre sur la DFT se révèle insuffisant, et peut même introduire des artefacts. Ainsi, dans le cadre de la suppression de stries, une approche combinant le filtrage par DWT et DFT [261] se révèle plus efficace (cf. Figure 3.10d).

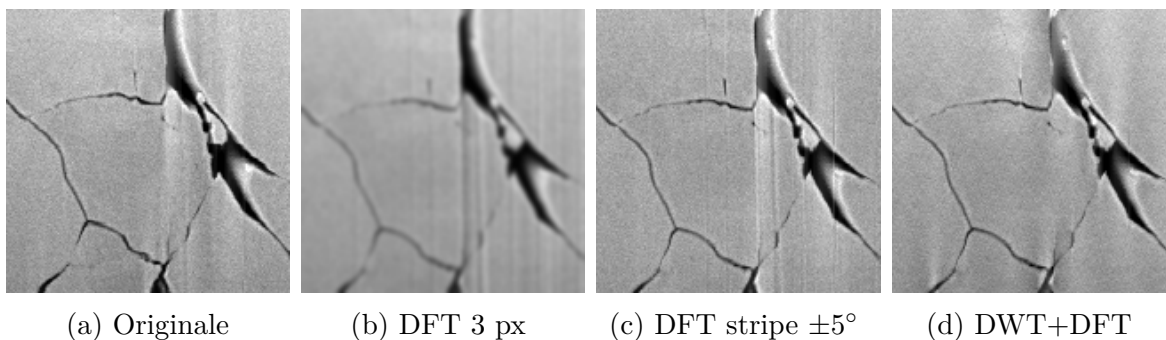


FIGURE 3.10 – Exemples de filtrages fréquentiels.

3.2.3 Homogénéisation de l'intensité

Les observations obtenues par MEB-FIB présentent souvent des variations d'intensité dans le plan de l'image (xy), à cause de l'angle du faisceau d'électrons par rapport à la surface observée. En effet, la partie inférieure de l'image est plus éloignée du détecteur que la partie supérieure créant ainsi un gradient d'intensité dans la direction \vec{y} (cf. Figure 3.3). Par ailleurs, comme la surface s'éloigne du détecteur au fur et à mesure des ablations, la luminosité a tendance à diminuer suivant la direction \vec{z} . Ces deux gradients sont visibles sur la vue 3D de la Figure 3.14. Deux techniques de correction de l'illumination basées sur la *suppression du fond moyen* et l'*alignement des histogrammes* sont présentées.

3.2.3.1 Suppression du fond moyen

Cette méthode fait l'hypothèse que les variations d'intensité au sein des images sont les mêmes d'une image à l'autre. Il est alors possible de calculer le *fond moyen* (FM) du volume en effectuant une moyenne dans la profondeur, c'est-à-dire pour chaque position (x,y) faire la moyenne des intensités I des n voxels suivant \vec{z} :

$$FM_Z(x,y) = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n I(x,y,k). \quad (3.8)$$

Ces variations sont ensuite soustraites au volume initial. Dans le cas de matériaux poreux avec de forte variation locale de l'intensité (due aux porosités) celles-ci peuvent perturber le calcul du fond. Pour exclure ces variations locales, il est possible de définir un seuil au dessous duquel l'intensité des pixels n'est pas prise en compte dans la moyenne.

3.2.3.2 Alignement des histogrammes

Les variations d'illumination suivant une direction peuvent être observées en regardant les histogrammes, ou le niveau de gris moyen des images, qui vont présenter des variations. Le calcul du niveau de gris suivant la direction \vec{x} est donné par l'expression :

$$\overline{I_X}(x) = \frac{1}{m \times n} \sum_{j=1}^m \sum_{k=1}^n I(x,j,k). \quad (3.9)$$

Le niveau de gris moyen dans les 3 directions de l'espace est tracé en Figure 3.11 pour le Mat1-1. Il diminue suivant le direction \vec{y} qui correspond à la direction verticale (de haut en bas) sur les images. Pour corriger ces dérives il est préférable d'utiliser des méthodes qui conservent la forme des histogrammes pour ne pas modifier l'information présente dans les images. TAILLON, PELLEGRINELLI et al. [38] proposent de translater les histogrammes de chaque image pour les centrer sur une valeur constante.

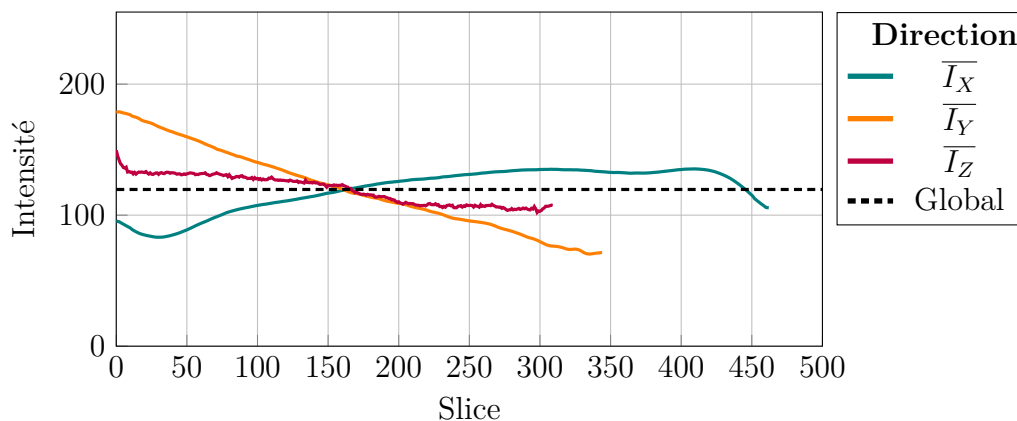


FIGURE 3.11 – Évolution de l'intensité moyenne en fonction de la direction avant homogénéisation de l'intensité pour le Mat1-1.

3.2.4 Segmentation

La segmentation consiste à identifier un certain nombre de régions dans les images. Dans le cas le plus simple, où seulement deux régions (ou classes) sont à identifier, le terme de *binarisation* est aussi utilisé : les pixels sont rangés dans deux classes en fonction de leur niveau de gris (intensité). Dans le cas d'un matériau poreux ces classes

sont la **matière** et les **porosités** (pores et fissures). Pour cela, un seuil en intensité I_S est choisi et les pixels ayant une intensité $I(x)$ inférieure au seuil prennent la valeur 0 et tous les autres la valeur 255 :

$$S : I(x) \rightarrow \begin{cases} 0 & \text{si } I(x) < I_S \\ 255 & \text{sinon} \end{cases} \quad (3.10)$$

La sélection d'un seuil peut se faire manuellement à partir de considération visuelle ou de manière automatique par analyse de l'histogramme du niveau de gris. Les méthodes automatiques garantissent une meilleure répétabilité, bien qu'une vérification visuelle soit toujours préconisée. Il existe une multitude de méthodes automatiques [262], qui s'attachent généralement à conserver ou minimiser une certaine quantité associée à l'histogramme en niveau de gris. Il y a entre autres, les méthodes d'Otsu [263], de préservation des moments [264], de conservation de l'entropie [262] et de la tangente [265], qui sont illustrées en Figure 3.12.

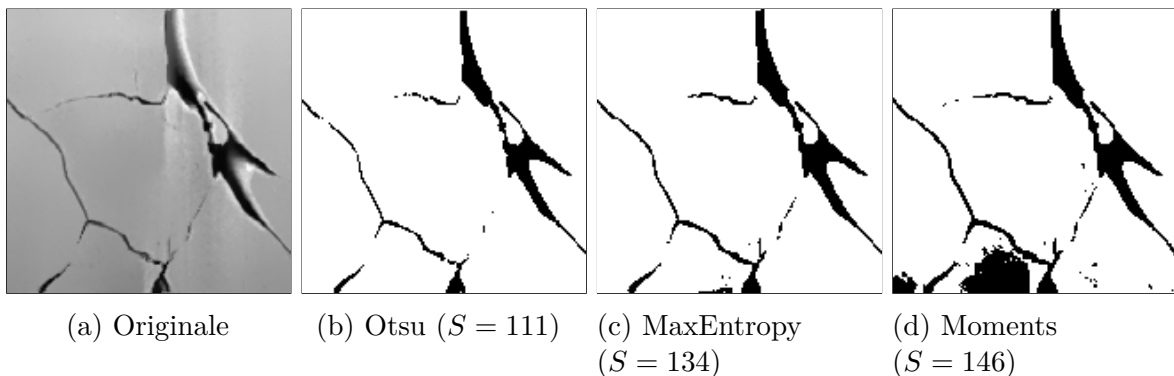


FIGURE 3.12 – Images en niveau de gris (a) binarisées avec différentes méthodes (b, c et d) de détermination du seuil S .

Dans le cas de la manipulation de données 3D, constituées d'un ensemble d'images 2D, il est possible d'utiliser les histogrammes de chaque image individuellement pour obtenir un seuil. Ce seuil est potentiellement différent d'une image à l'autre. En général l'utilisation de l'histogramme global est privilégiée pour obtenir un seuil unique applicable sur toutes les images. Cette approche requiert néanmoins de s'assurer de la bonne homogénéité de l'intensité dans l'image. Par exemple, si des pixels des deux classes ont le même niveau de gris, il risque d'y avoir des erreurs de classification. Il est important de noter que la sélection du seuil a un effet non négligeable sur le taux volumique de chaque classe, ainsi que sur la détection des plus petits composants. Ceci est visible sur la Figure 3.12 : lorsque le seuil augmente la quantité de pore et fissures (noir) augmente. Pour un seuil bas (Figure 3.12b avec $S = 111$) certaines fissures ne sont pas détectées et au contraire pour un seuil haut (Figure 3.12d avec $S = 146$) une partie de la matière

(en bas de l'image) fait partie des porosités.

Ces méthodes sont aussi applicables localement pour traiter des zones particulières dans les images, afin de s'affranchir de l'étape d'homogénéisation. Cela nécessite toutefois, un plus grand nombre de paramètres et une attention particulière quand à leur choix. Des méthodes plus récentes font appel à des techniques de *Machine Learning* [266, 267] pour entraîner un algorithme à détecter automatiquement des structures d'intérêt, c'est le cas du plugin *Weka* [268] sous *ImageJ*.

3.2.5 Méthodologie retenue et application

Deux logiciels sont utilisés pour effectuer les traitements d'images : *Avizo 9* de *Thermo Fisher Scientific* et le logiciel opensource *Fiji* (version étendue d'*ImageJ*). Les quatre étapes de traitement numérique sont :

1. Alignement : Méthode des moindres carrés uniquement sur les marqueurs (*MultiStackReg* [269] du dépôt BIG-EPFL de *Fiji*).
2. Suppression des stries verticales : Utilisation d'un filtre combinant FFT et DFT (*StipesFilter* [261] du dépôt Xlib de *Fiji*). Les ondelettes de Daubechies 15 sont utilisées avec un *damping coefficient* de 5.
3. Réduction du bruit : Utilisation du filtre NLM [256] d'*Avizo* et des paramètres de *fenêtre de recherche* et *voisinage local* par défaut à 21 et 5 px.
4. Correction de l'illumination : Utilisation de la méthode d'égalisation des histogrammes de TAILLON, PELLEGRINELLI et al. [38] (script *Fiji* [270]).

La Figure 3.13 présente une vue de côté (plan yz) du volume avant et après alignement. Avant l'alignement la frontière des porosités est très irrégulière à cause de décalage important (« saut ») entre certaines images. Ce phénomène est fortement réduit après l'alignement.

Une vue isométrique du Mat1-2 est présentée en Figure 3.14, et les effets successifs des traitements sont illustrés pour trois slices sur la Figure 3.15.

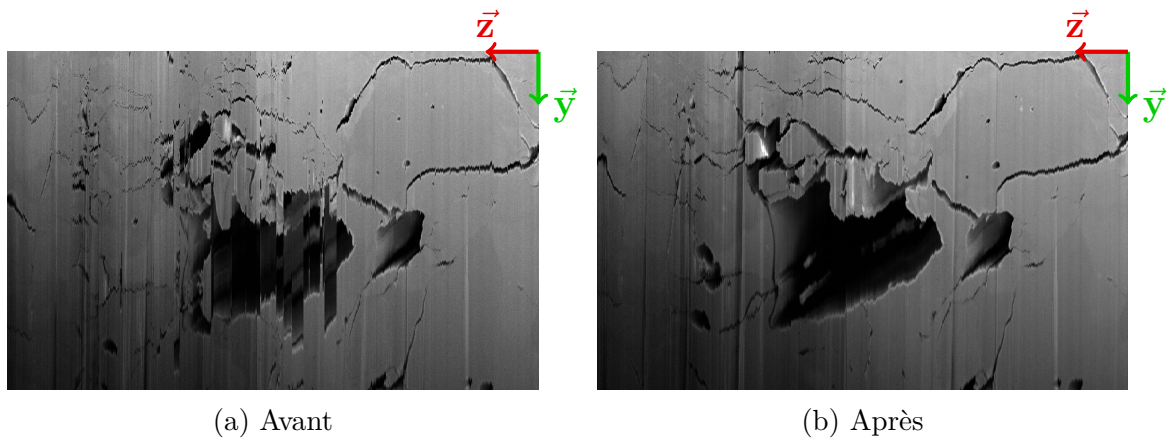


FIGURE 3.13 – Alignement avec la méthode des moindres carrés (Mat1-2, slice yz 131).

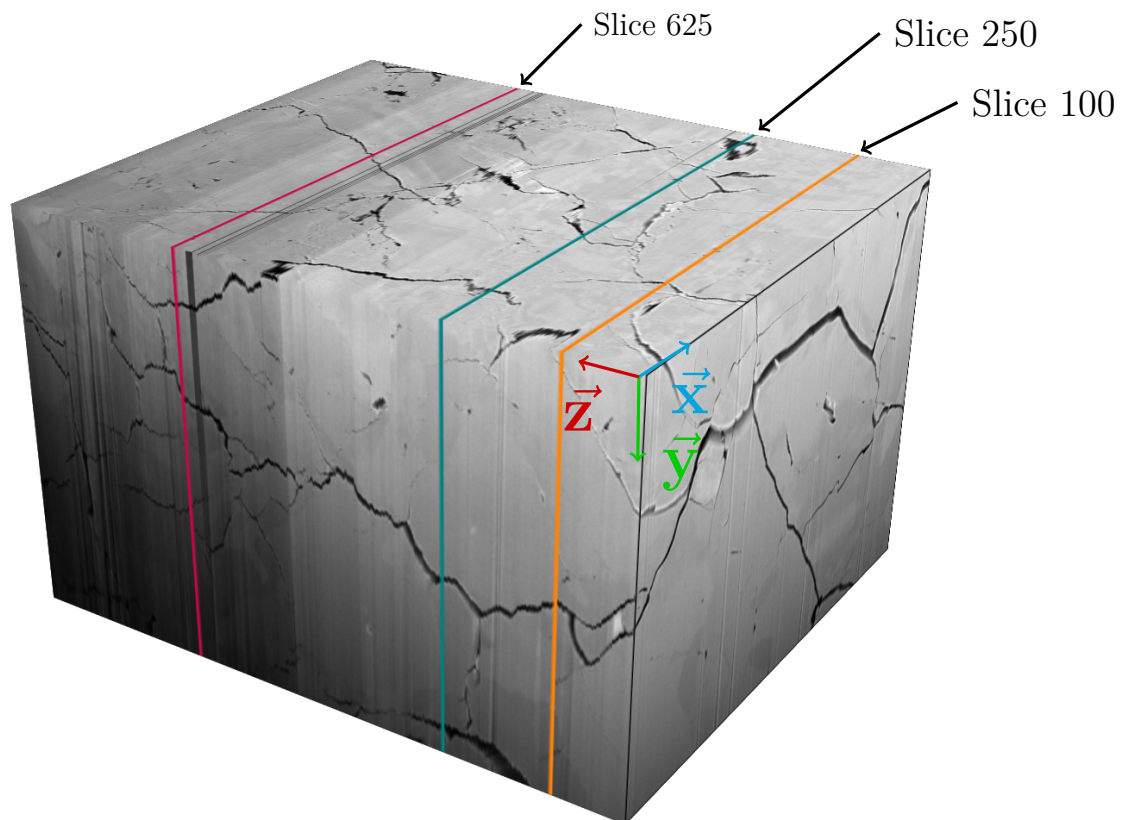


FIGURE 3.14 – Visualisation 3D du Mat1-2, et position des slices xy 100, 250 et 625.

Les stries visibles en Figure 3.15a sont fortement atténuées par le filtre, mais des "traces" autour des porosités apparaissent. Le filtre NLM permet de supprimer efficacement le bruit (Figure 3.15c), tout en préservant au maximum les fissures. Les paramètres de ces deux fonctions sont à choisir soigneusement pour corriger au mieux les artefacts tout en préservant les informations utiles contenues dans les images.

Les gradients d'intensité sont clairement visibles avec un assombrissement dans les directions \vec{z} et \vec{y} . Après la correction de l'illumination (Figure 3.15d), les trois slices ont le même niveau de gris moyen et au sein des images il n'y a pas de variation d'intensité majeure, mais des zones sursaturées peuvent apparaître sur les bords des images.

Il est donc difficile de mettre en œuvre une procédure totalement automatique qui s'adapte à toutes les données. La définition d'une méthode qui repose le moins possible sur des choix de l'utilisateur a été privilégiée pour proposer un traitement qui reste le plus homogène possible entre différentes observations.

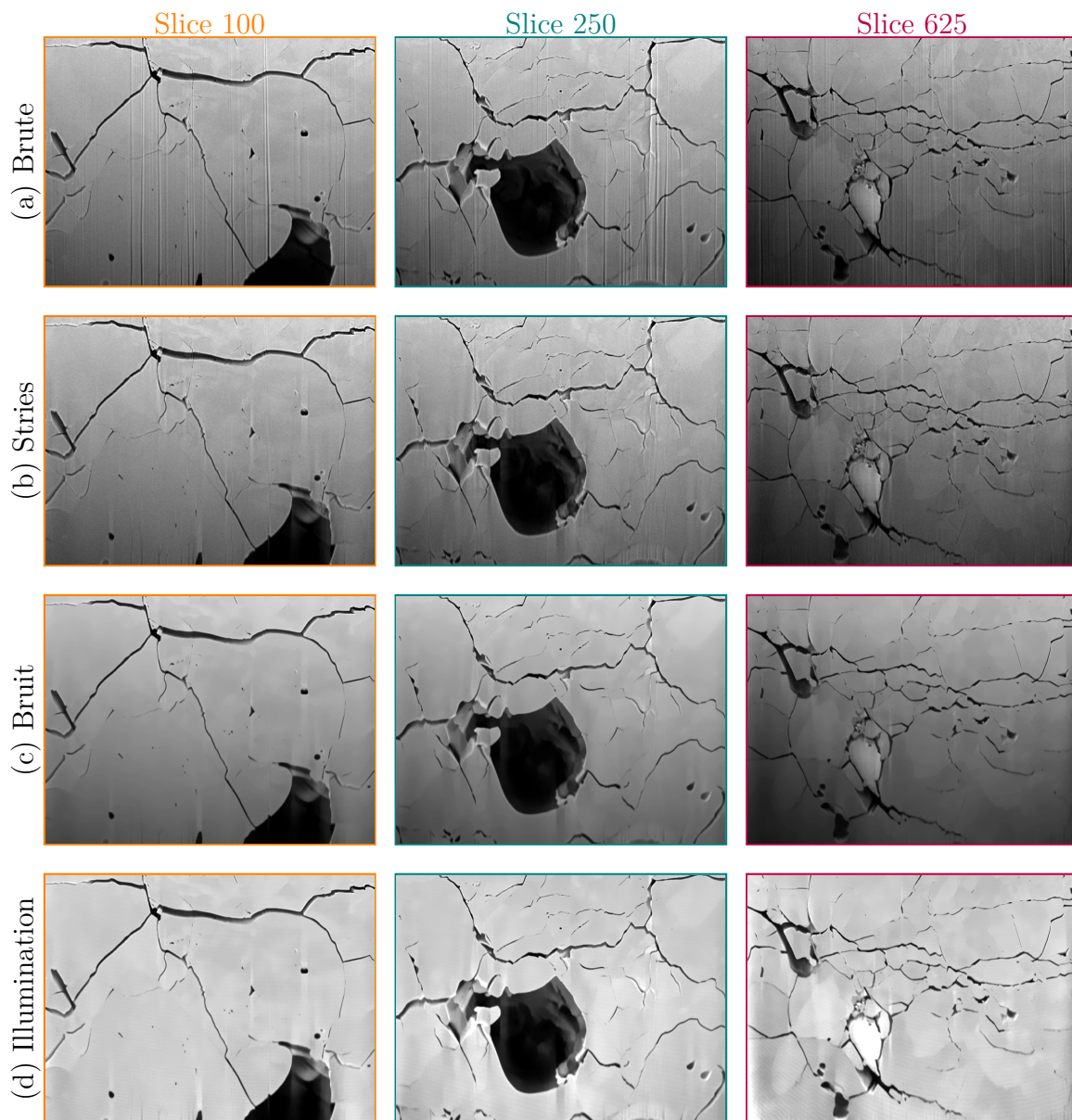


FIGURE 3.15 – Effets des étapes de pré-traitement sur les slices 100, 250 et 600 (voir la Figure 3.14 pour visualiser leur position) : (a) image brute, (b) suppression des stries, (c) réduction du bruit et (d) correction de l'illumination.

3.2. DESCRIPTION DES MÉTHODES DE TRAITEMENT D'IMAGE

Trois méthodes de binarisation différentes ont été appliquées pour la segmentation des images. Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure 3.16. La méthode d'*Ostu* ne permet pas de détecter certaines petites fissures (rectangle bleu) et la méthode de l'*entropie maximale* assimile certaines zones de matière à des porosités (cercle rouge). Pour le Mat1-2, la méthode de *préservation des moments* donne le résultat le plus satisfaisant : la plupart des fissures sont détectées sans créer de "faux" pores.

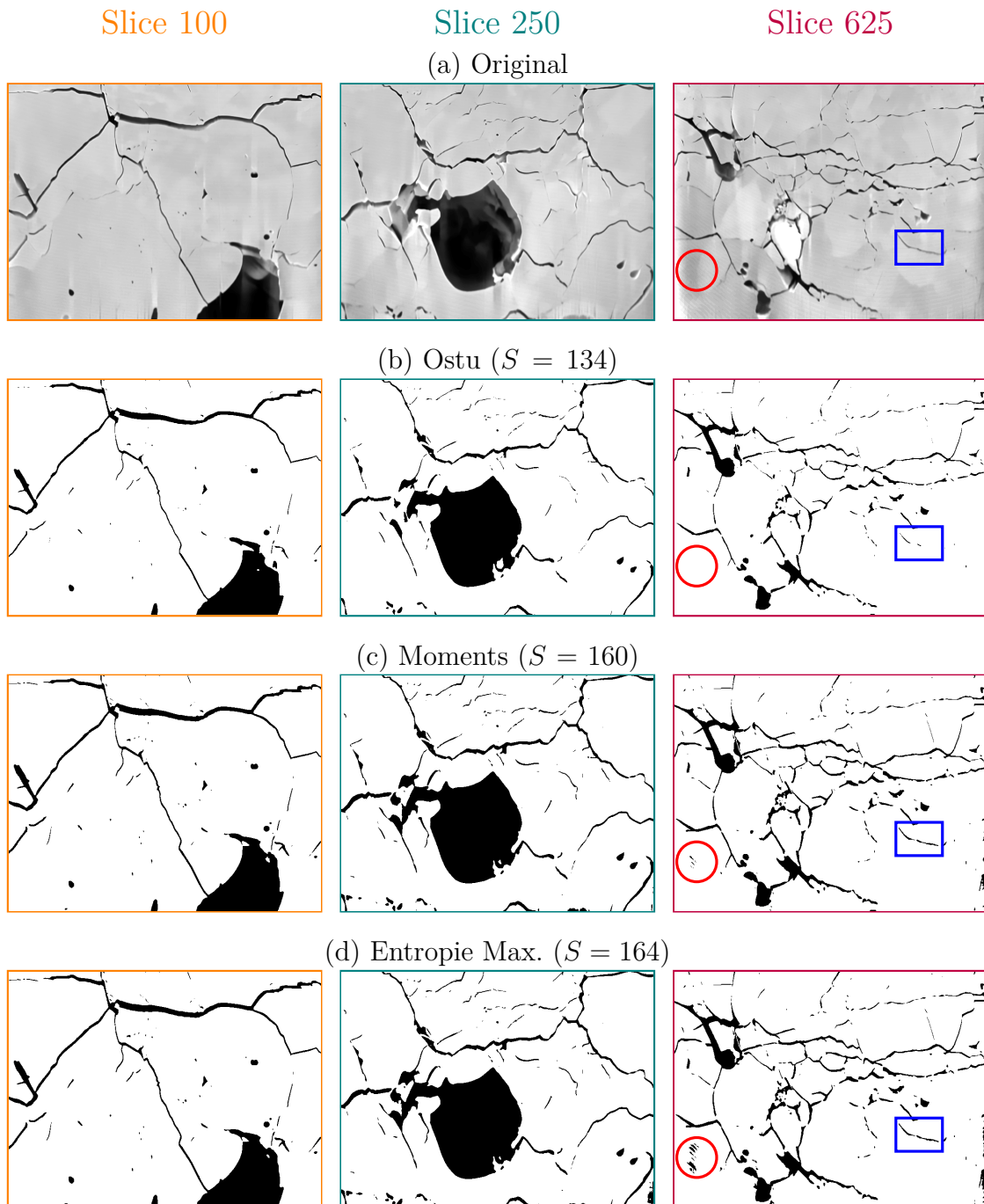


FIGURE 3.16 – Segmentation avec 3 méthodes d'estimation automatique du seuil (S), effet sur une fissure (encadré en bleu) et "l'apparition" d'un pore (cercle rouge).

3.3 Séparation pore/fissure par analyse d'image

L'analyse d'image consiste à obtenir des informations sur les objets contenus dans l'image. Les *objets* font référence aux groupes de pixels (ou voxels) noirs connexes sur fond blanc qui représentent dans notre cas les porosités du matériau (microfissures et pores). L'analyse d'image s'effectue à partir des images binaires obtenues dans la section précédente.

3.3.1 Morphologie mathématique

La morphologie consiste à transformer un ensemble d'étude (image 2D ou 3D) contenant des objets en s'appuyant sur un autre ensemble appelé **Élément Structurant (ES)**. Cet **ES** prend généralement une forme géométrique simple (carré, disque, ...) dont la taille varie en fonction du résultat souhaité. Il existe deux opérateurs élémentaires qui peuvent ensuite être combinés pour définir des transformations plus avancées [271].

3.3.1.1 Opérateurs élémentaires

Notons $I \in \mathbb{N}^2$ l'ensemble d'étude et B un **Élément Structurant**. Les deux opérations élémentaires sont :

— L'*érosion* de I par B s'exprime :

$$(I \ominus B)(x,y) = \min_{(i,j) \in B} [I(x+i,y+j) - B(i,j)]. \quad (3.11)$$

— La *dilatation* de I par B s'exprime :

$$(I \oplus B)(x,y) = \max_{(i,j) \in B} [I(x+i,y+j) - B(i,j)]. \quad (3.12)$$

L'effet de ces deux opérations est illustré en Figure 3.17. En pratique, cela revient à superposer l'**ES** sur chaque pixel puis à déterminer s'il intersecte une frontière de l'ensemble d'étude afin d'inclure ou de supprimer le pixel de l'ensemble final. L'érosion a pour effet « d'amincir » les structures et la dilatation à pour effet de « grossir » les structures [271]. La quantité de matière ajoutée ou retirée sur les frontières dépend de la taille de l'**ES**.

3.3.1.2 Opérateurs composés

Les deux opérations élémentaires ne conservent pas la forme et la taille des données initiales (en tiret sur la Figure 3.17). Par conséquent, elles sont généralement combinées

pour obtenir :

- l'*ouverture*, qui est la succession d'une dilatation et d'une érosion avec le même élément structurant :

$$I \circ B = (I \oplus B) \ominus B. \quad (3.13)$$

- la *fermeture*, qui est la succession d'une érosion et d'une dilatation :

$$I \bullet B = (I \ominus B) \oplus B. \quad (3.14)$$

Les effets respectifs sont illustrés en Figure 3.17. La fermeture exclut les plus petits objets tandis que l'ouverture comble les petits trous et soude les objets proches, tout en conservant des frontières similaires aux frontières initiales (en tiret). Les notions de taille et de proximité sont fonction de la nature de l'**ES** utilisé. Ainsi, tout composant plus petit que l'**ES** (*ie.* ne pouvant le contenir) est supprimé par la fermeture.

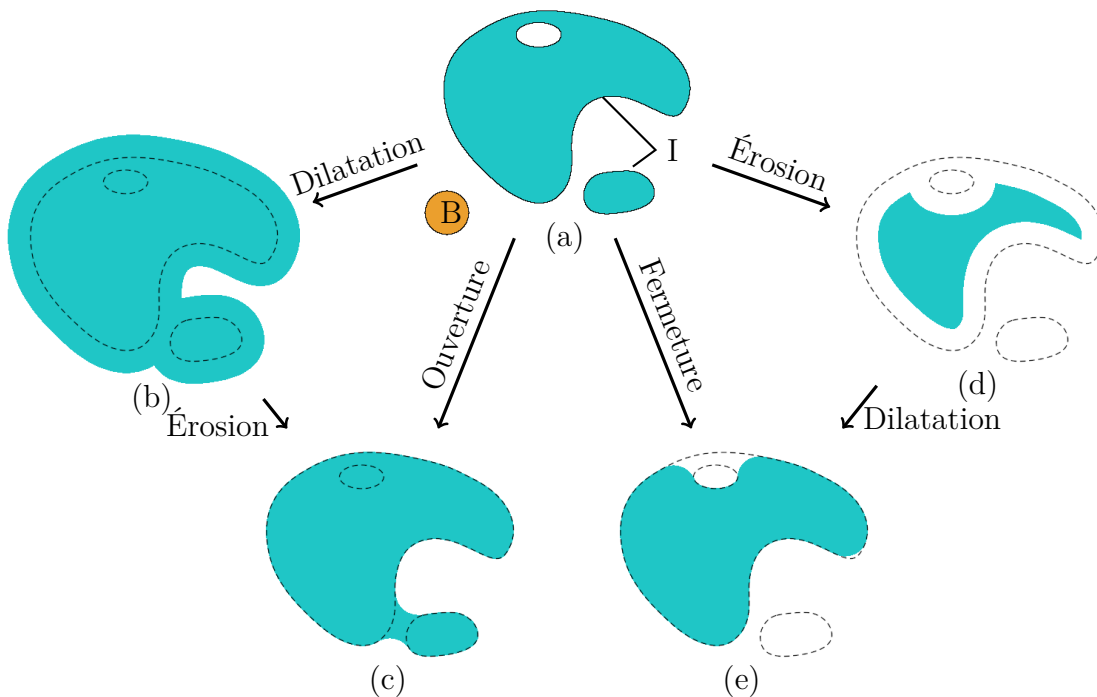


FIGURE 3.17 – Ensemble initial I (a), dilaté (b), érodé (d), ouvert (c) ou fermé (e) par un **Élément Structurant** B .

3.3.1.3 Notion de squelettisation

Le squelette d'un objet est défini, en 2D, comme l'ensemble des points à égale distance d'au moins deux points de la frontière de l'objet. Le squelette donne une représentation simplifiée de la topologie de l'objet grâce à des courbes. Il est possible de l'obtenir en

effectuant des érosions contrôlées jusqu'à l'obtention de structures d'un pixel de largeur [272]. Un exemple 2D est donné en Figure 3.18. Cette opération peut être utilisée pour simplifier la représentation des fissures en ne conservant que les informations de position.

Il existe aussi des algorithmes 3D applicables à des volumes [273]. Cependant, ils ne fournissent pas des surface mais des courbes dans l'espace représentant les axes médians.

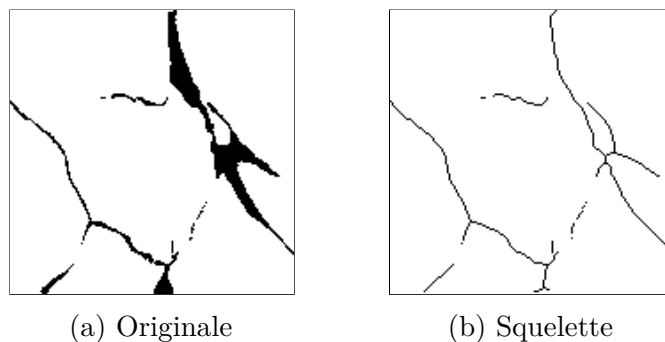


FIGURE 3.18 – Exemple d'image binaire (a) et du squelette associé (b).

3.3.2 Classification

Généralement la classification d'objets non connectés s'effectue avec une étape de *labellisation* (détection de tous les objets non connexes) suivie d'une analyse des grandeurs associées à chaque objet (par exemple leur taille ou leur forme) pour les classer dans différentes catégories. Dans le cas où deux composants sont connectés (par exemple deux pores en contact ou des pores liés à des fissures), ils ne forment qu'un seul objet et il n'est alors pas possible de classer les deux composants directement. Une étape de séparation préliminaire est requise. Par exemple, la méthode *watershed* [274] est très efficace pour séparer des pores sphériques connectés.

Les nombreuses fissures présentes dans les PSCC forment des réseaux interconnectés avec les pores. Dans ce cas la méthode *watershed* se révèle inefficace, et ce sont généralement les opérations morphologiques qui sont couramment utilisées dans la littérature pour effectuer cette séparation [27, 36, 45, 59, 88, 275, 276]. Le principe est de réaliser une fermeture pour supprimer les plus petites porosités. Les petites porosités sont ensuite déduites en faisant la différence entre l'ensemble initial et les « grosses » porosités. Il est important de noter que ce type de séparation n'est basé que sur un critère de taille et non de forme. En principe, les fissures étant plus petites que les pores, une taille d'ES adéquate permet d'obtenir les pores d'un côté et les fissures de l'autre [59]. Les termes plus rigoureux de *macro-porosités* et *micro-porosités* sont aussi utilisés [88]. En effet, la séparation ne portant pas sur la forme, des fissures épaisses peuvent se retrouver dans la même catégorie que les macro-porosités tandis que les plus petits pores peuvent également se retrouver dans la catégorie des micro-porosités. Pour plus de clarté dans

le discours les termes de **pores** et **fissures** seront privilégiés dans la suite pour désigner respectivement les **macro** et **micro-porosités**.

Sur le même principe que la fermeture, une autre méthode consiste à faire disparaître les fissures avec un filtre gaussien pour ne conserver que les pores puis récupérer les fissures par soustraction [220]. Si le niveau de gris moyen des fissures est différent de celui des pores, il est possible d'utiliser deux seuils pour séparer les trois classes : la matière, les pores et les fissures [277].

3.3.3 Taux de porosité numérique et grandeurs géométriques

À partir d'une image binaire I (où 0 désigne le noir et 1 le blanc) de dimension (n, m) il est possible de calculer la fraction volumique de matière p_{img}^m :

$$p_{img}^m = \frac{1}{n \times m} \sum_{x=1}^n \sum_{y=1}^m I(x,y). \quad (3.15)$$

$n \times m$ correspond au nombre total de pixels (N_{px}^{tot}) et la double somme correspond au nombre de voxels blancs (N_{px}^{blanc}), soit :

$$p_{img}^m = N_{px}^{blanc} / N_{px}^{tot}. \quad (3.16)$$

La fraction volumique de vide p_v , ou plus usuellement le *taux de porosité* numérique, est défini par :

$$\begin{aligned} p_{img}^v &= 1 - p_{img}^m, \\ &= N_{px}^{noir} / N_{px}^{tot}, \end{aligned} \quad (3.17)$$

avec $N_{px}^{blanc} + N_{px}^{noir} = N_{px}^{tot}$.

Une fois que les objets ont été labellisés (séparés), il est possible de déterminer individuellement des grandeurs géométriques pour obtenir des informations sur leur taille et leur forme. Une grandeur particulièrement pertinente lors de l'utilisation d'opération morphologique est le rayon maximal de la sphère inscrite (cercle rouge sur la Figure 3.19). Lors d'une opération d'érosion, tous les objets dont le rayon de sphère inscrite est plus petit que le rayon de l'Élément Structurant seront supprimés.

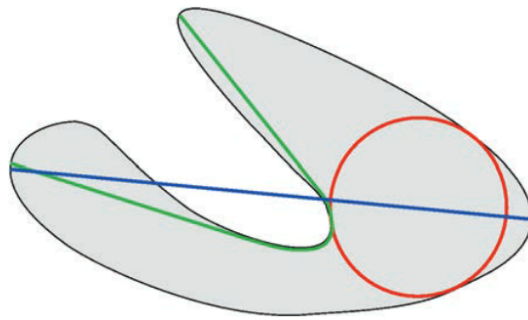


FIGURE 3.19 – Diamètre de Ferret maximal (bleue), diamètre géodésique maximale (vert) et le plus grand cercle inscrit (rouge) (extrait de [278]).

3.3.4 Méthodologie retenue et application

3.3.4.1 Classification

Le protocole complet est schématisé sur la Figure 3.20. Il s'agit d'effectuer les opérations suivantes en partant de l'état 0 (ensemble avec la porosité totale) obtenu à la section 3.2.5.

- Étape 1a : une opération de fermeture avec une sphère de rayon R_F pour supprimer les plus petites porosités ;
- Étape 1b : une érosion avec une sphère de rayon R_E pour agrandir la taille des porosités restantes ;
- Étape 1c : une intersection entre les porosités agrandies (étape 1b) et les porosités initiales (étape 0) pour obtenir la forme exacte des pores,
- Étape 2 : une soustraction des pores (étape 1c) de la porosité totale (étape 0) pour récupérer les fissures.

L'obtention des frontières exactes des pores est primordiale pour ensuite obtenir les fissures. En effet, si l'opération de soustraction est effectuée juste après la fermeture (étape 1a) des fissures "parasites" apparaissent sur les frontières des pores (Figure 3.21a). Ceci est provoqué par la légère modification des frontières des pores par l'opération de fermeture. Ainsi, une érosion supplémentaire est effectuée à la suite de la fermeture. La taille de l'ES utilisé (R_E) doit être suffisamment grande pour que la frontière des pores à l'étape 1b englobe celles des porosités initiales (étape 0). Une intersection est ensuite effectuée pour obtenir les frontières exactes des pores (*cf.* Figure 3.21b).

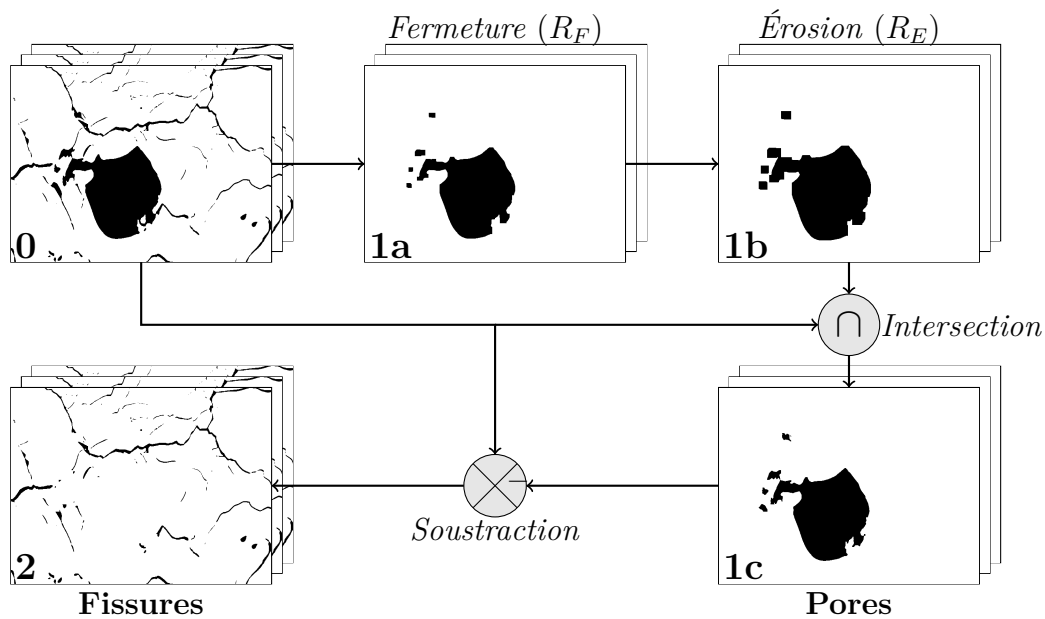


FIGURE 3.20 – Processus de classification des porosités par analyse d'image.

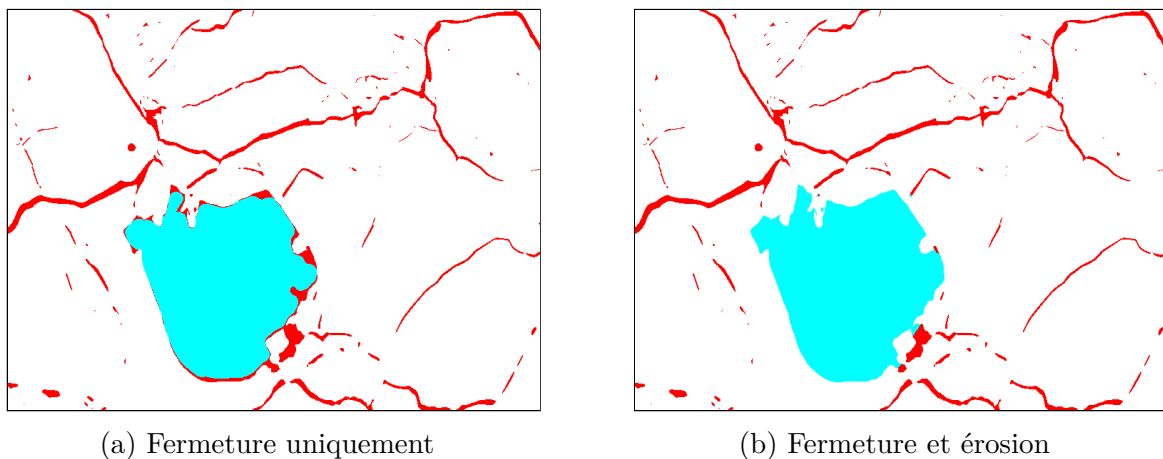


FIGURE 3.21 – Mise en évidence de l'apparition de fissures "parasites" lors de l'utilisation de l'opération de fermeture. Les pores (bleu) et fissures (rouge) sont superposés sur la même image.

3.3.4.2 Détermination de la taille limite entre pores et fissures

Les taille des **Élément Structurant** R_F et R_E sont des paramètres importants qu'il convient de choisir avec soin. R_F définit la taille limite entre pores et fissures, et R_E permet d'éviter l'apparition de fissures parasites. Dans la littérature, ces valeurs sont fixées de manière arbitraire à partir d'un jugement visuel [36, 59, 220].

Pour la séparation de fissures et de bio-pores dans les sols, LEUE, UTEAU-PUSCHMANN et al. [276], proposent d'identifier les valeurs optimales non plus par simple considération visuelle, mais en étudiant l'évolution de certains paramètres. L'analyse des variations

du facteur de forme et du rapport surface sur volume leur permet une détermination plus efficace de la taille d'ES adéquate. Une étude similaire est menée avec les microstructures de PSCC. Toutefois, les grandeurs disponibles dans *Fiji* n'ont pas permis d'identifier une limite précise entre les pores et les fissures. Un exemple avec le taux de porosité est présenté en Annexe E. Dans le cas du Mat1-2, elle fournit une limite à $R_F = 5,5$ px.

La méthode finalement retenue consiste à effectuer la procédure de classification pour des valeurs croissantes de $R_F = R_E$ comprises entre 1,5 px et 20,5 px. Une fois que la valeur optimale de R_F est déterminée, différentes valeurs de R_E sont testées pour R_F constant. La valeur optimale de R_E est la plus petite valeur qui empêche la création de fissures parasites. Cela conduit à $R_F = 8,5$ px et $R_E = 4,5$ px.

L'objectif n'est pas de séparer parfaitement les pores et les fissures mais plutôt de classer les porosités en deux catégories en fonction de leurs taille. Cette taille peut être amenée à prendre des valeurs différentes en fonction des besoins ultérieurs de modélisation. La définition d'une méthode précise pour obtenir ces valeurs de taille d'ES n'est donc pas primordiale.

3.3.4.3 Représentation surfacique des fissures

À la fin de la phase de classification, les pores et les fissures sont représentés de manière volumique. Pour faciliter les opérations ultérieures de modélisation, les fissures doivent être représentées sous forme surfacique. Le processus est illustré sur la Figure 3.22. Chaque image (2D) est d'abord squelettisée. Cette opération n'est pas réalisée directement en 3D car cela produirait des courbes et non des surfaces. Le squelette des fissures se présente alors sous la forme d'une pile d'images 2D et peut aussi être vu comme un ensemble de points, correspondant aux voxels noirs. À partir des coordonnées de ces points, un maillage triangulaire est généré avec l'algorithme de maillage *Alpha shape* [279] du logiciel *MeshLab* [280].

Pour le Mat1-2, le maillage des fissures est constitué de 9 millions de triangles pour $\alpha = 2$ (paramètre qui contrôle la taille maximale des triangles). La squelettisation permet de réduire drastiquement le nombre total de points et *in fine* de triangles, sans pour autant perdre d'information sur la position des fissures.

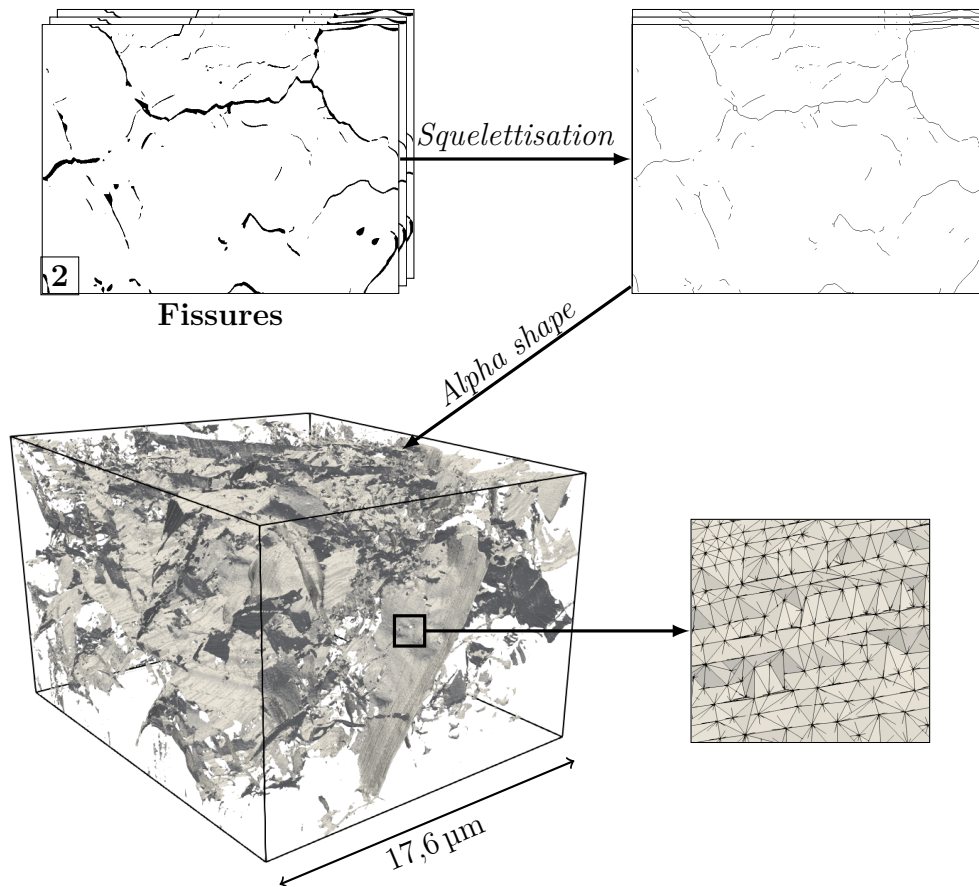


FIGURE 3.22 – Processus de génération d’un maillage représentant la surface des fissures à partir d’images en utilisant les algorithmes de squelettisation et *Alpha shape*.

3.3.4.4 Analyse de la porosité

Pour chaque volume, les taux de porosité numérique p_{img} totale, des pores et des fissures sont calculés en utilisant l’équation (3.17). Les valeurs sont résumées dans le Tableau 3.2. La porosité totale du volume Mat1-2 est 12 % plus faible que la porosité

	Total [%] (p_{img}^T)	Pore [%] (p_{img}^P)	Fissure [%] (p_{img}^F)
Mat1-1	3,16	0,59	2,59
Mat1-2	8,83	5,88	2,95
Mat1-3	7,18	3,68	3,50
Mat1-4	5,41	0,82	4,59
Mat2-1	17,52	6,65	10,87

TABEAU 3.2 – Taux de porosité de chaque volume obtenu par analyse d’image.

apparente mesurée avec la masse (10 %, cf. section 3.1.1). Cette différence entre la porosité mesurée à l’échelle macroscopique sur un échantillon et à l’échelle microscopique sur un volume observé par MEB-FIB n’est pas étonnante. Un seul volume n’est pas suffisamment représentatif de l’échantillon.

La taille limite entre pores et fissures dans le cas du Mat1-2 est de 8,5 px, ce qui correspond à $0,2\ \mu\text{m}$ ($D_{vx} = 23,6\ \text{nm}$). Ceci peut être vérifié *a posteriori* en analysant l'histogramme de la taille des pores (rayon de sphère inscrite) de la Figure 3.23.

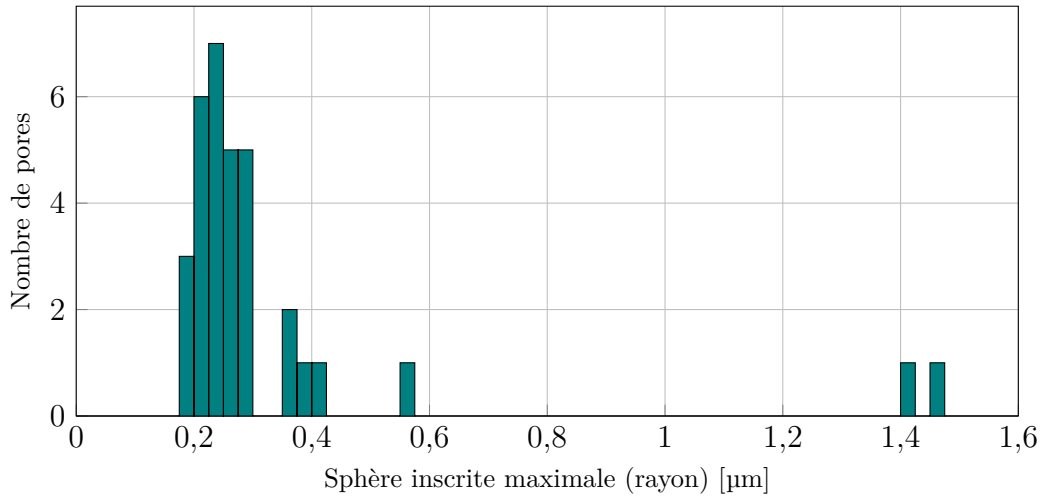


FIGURE 3.23 – Histogramme des rayons des sphères inscrites maximales pour le Mat1-2.

Des visualisations 3D des pores et de la surface des fissures des volumes analysés sont présentées en Figures 3.24 et 3.25. Les pores non connectés entre eux sont représentés avec des couleurs différentes.

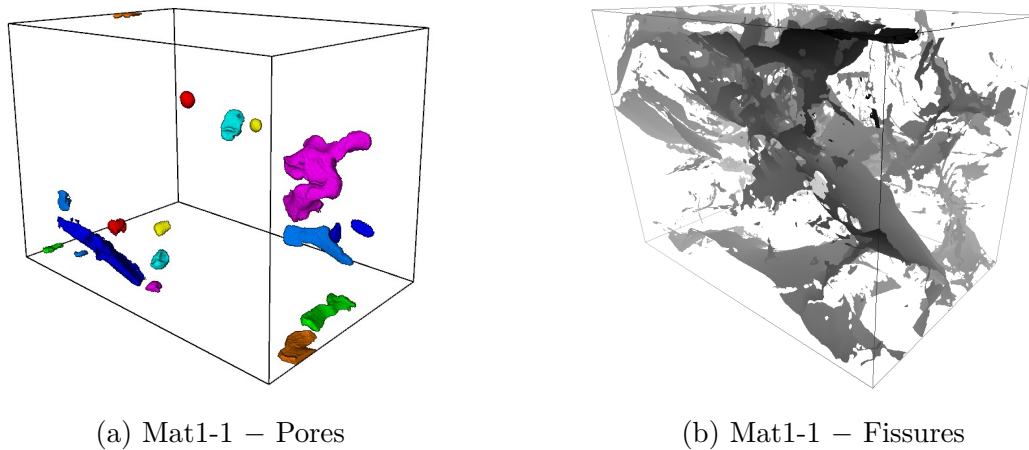
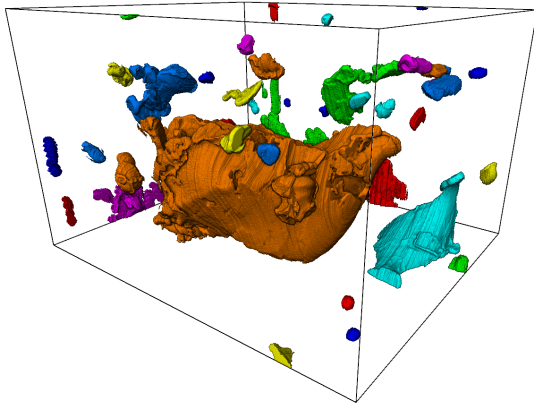
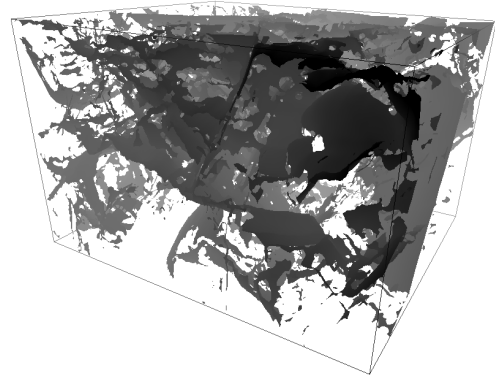


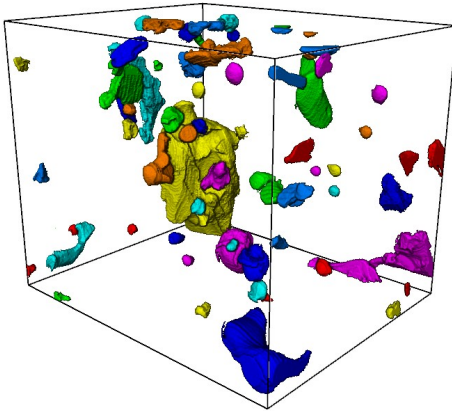
FIGURE 3.24 – Visualisation 3D des pores et de la surface des fissures des 4 volumes de matériau 1 après l'analyse d'image.



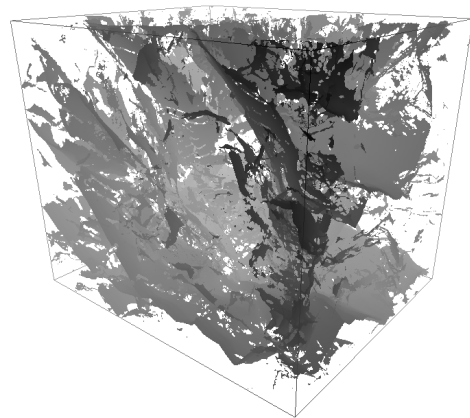
(c) Mat1-2 – Pores



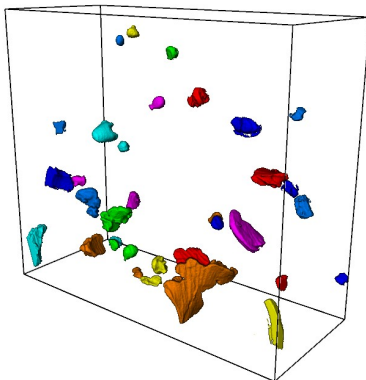
(d) Mat1-2 – Fissures



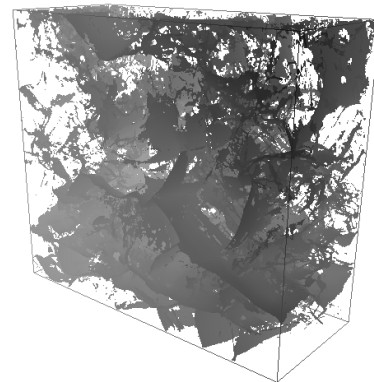
(e) Mat1-3 – Pores



(f) Mat1-3 – Fissures

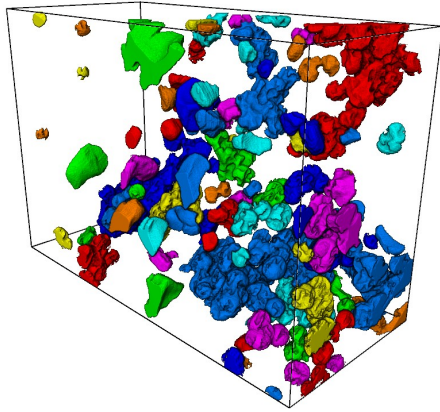


(g) Mat1-4 – Pores

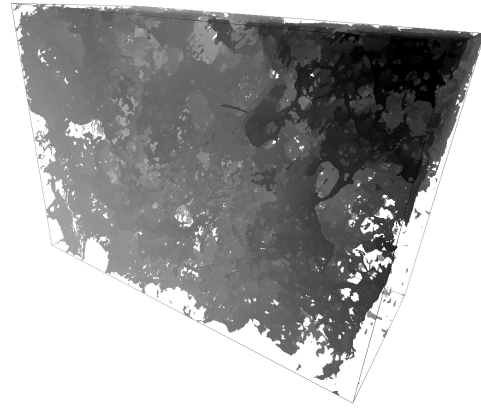


(h) Mat1-4 – Fissures

FIGURE 3.24 – Visualisation 3D des pores et de la surface des fissures des 4 volumes de matériau 1 après l'analyse d'image (suite).



(a) Mat2-1 – Pores



(b) Mat2-1 – Fissures

FIGURE 3.25 – Visualisation 3D des pores et de la surface des fissures d'un volume de matériau 2 après l'analyse d'image.

3.4 Discrétisation avec la MED

3.4.1 Stratégie de modélisation et sélection de la taille des éléments

Généralement dans la littérature, toutes les porosités (pores et fissures) sont représentées en supprimant des éléments [220]. De manière assez évidente, cela nécessite d'utiliser des éléments de taille inférieure aux porosités. Ceci devient problématique lorsque la taille des porosités est très faible par rapport aux dimensions du domaine à modéliser. Par exemple, pour le volume Mat1-2, si la taille des éléments devait être équivalente à la taille des voxels il faudrait plus de 10^8 éléments. Nous avons donc choisi de ne représenter que les plus grosses porosités (*ie.* les pores) en supprimant des éléments. Les fissures, trop fines pour être modéliser avec les éléments, seront représentées *via* les liens. La Figure 3.26 illustre cette stratégie de modélisation.

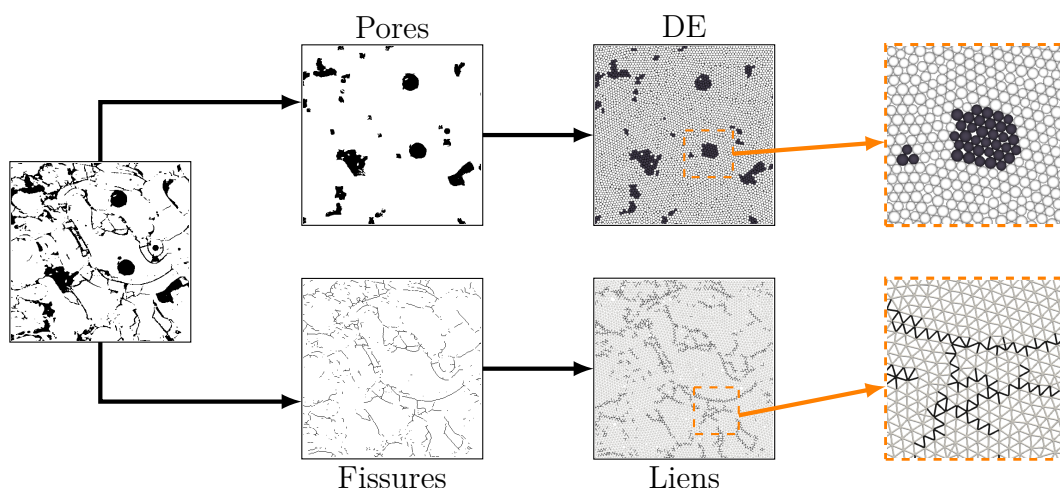


FIGURE 3.26 – Processus de discrétisation d’une microstructure réelle avec la MED. Les éléments sur les pores et les liens intersectant les fissures sont représentés en noir.

Pour représenter les pores, il faut que le rayon des éléments soit au moins inférieur au plus petit pore. Or, la taille du plus petit pore est par définition égale à l’ES utilisé durant l’étape de classification, donc il faut que :

$$R_{DE} \leq R_F. \quad (3.18)$$

À l’inverse, pour représenter les fissures, il faut que la longueur des liens (L_B) soit au moins supérieure à l’épaisseur (notée T) des fissures. D’après le processus de classification les fissures ont une épaisseur plus petite que l’ES ($T < 2R_F$). Ainsi, la longueur

des liens est minorée par l'ES :

$$T \leq 2R_F \leq L_B. \quad (3.19)$$

Or, la taille des liens est directement liée à la taille des éléments ($L_B \sim 2R_{DE}$). La condition (3.19) devient donc :

$$R_F \leq R_{DE}. \quad (3.20)$$

Les équations (3.18) et (3.20) donnent un encadrement de la taille des éléments, qui doit forcément être égale à la taille de l'ES :

$$(3.18) \text{ et } (3.20) \Rightarrow R_{DE} = R_F. \quad (3.21)$$

Les tailles d'ES (R_F) et d'éléments (R_{DE}) pour les cinq échantillons sont résumées dans le Tableau 3.3.

	Voxel [nm]	R_F [vx]	R_{DE} [nm]
Mat1-1	28,2	6,5	183
Mat1-2	23,6	8,5	200
Mat1-3	20,0	9,5	190
Mat1-4	11,0	17,5	193
Mat2-1	23,7	8,5	202

TABLEAU 3.3 – Tailles des ES et des éléments.

3.4.2 Représentation des pores avec les éléments

La modélisation des pores est relativement simple avec la MED. Tous les éléments dont le centre se situe sur un voxel correspondant à un pore sont supprimés. La Figure 3.27 présente l'ensemble des éléments supprimés pour modéliser les pores du Mat1-2.

Comme la masse est portée par les éléments, la suppression des éléments entraîne une diminution de la masse totale. Il est alors possible de calculer le taux de porosité du modèle discret P_{DE} à partir de la masse du domaine dense M_D et celle du domaine poreux M_P après la modélisation des pores, avec :

$$P_{DE} = 1 - \frac{M_P}{M_D}. \quad (3.22)$$

Pour chacun des cinq volumes le taux de porosité discret correspond à 1 % à celui obtenu à partir des images des pores (cf. Tableau 3.4). Les pores sont donc fidèlement modélisés en terme de volume et perte de masse induite.

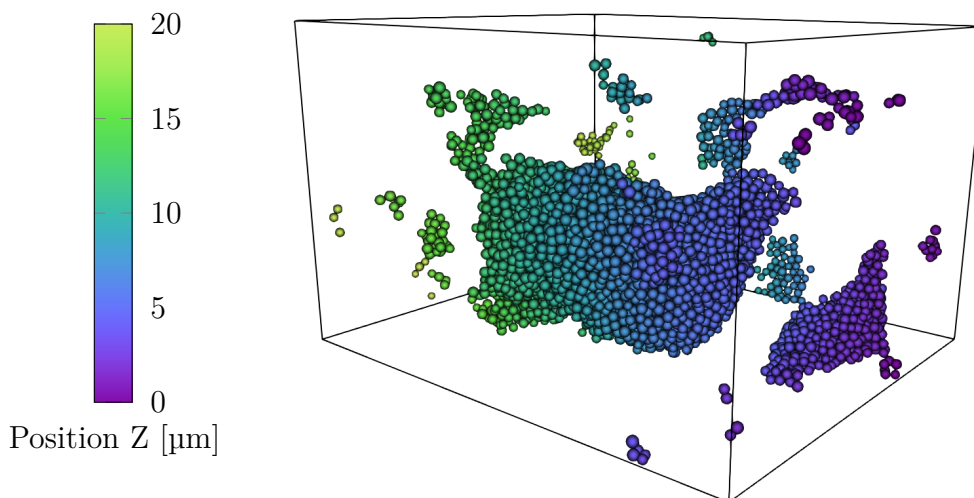


FIGURE 3.27 – Visualisation 3D des éléments supprimés pour représenter les pores (le gradient de couleur indique la position suivant l’axe \vec{z}).

	P_{img}^P [%]	P_{DE} [%]
Mat1-1	0,56	0,52
Mat1-2	5,88	5,82
Mat1-3	3,68	3,65
Mat1-4	0,82	0,83
Mat2-1	6,65	6,69

TABLEAU 3.4 – Taux de porosité dû aux pores.

3.4.3 Représentation des fissures avec les liens

La représentation des fissures à l’aide des liens est beaucoup plus compliquée, car il faut introduire un paramètre d’ouverture (i.e. épaisseur) des fissures. Pour cela, il faut localiser au préalable les fissures dans le domaine discret. L’ouverture des fissures est ensuite prise en compte en modifiant le comportement des liens. Le paramètre d’ouverture est déterminé par analyse d’image.

3.4.3.1 Position des fissures dans le domaine discret

ZENG, YE et al. [232] ont utilisé les liens pour représenter des fissures. Cependant, ils ne détaillent pas le passage entre les données volumétriques et le modèle discret, or cette opération n’est absolument pas triviale.

Un algorithme de détection d’intersection des liens avec la surface des fissures a été développé dans le cadre de cette thèse, il est détaillé en Annexe G. Pour faciliter la recherche, les *Beams* qui sont en théorie des cylindres, sont vus comme des segments. Les fissures ont été représentées par un maillage triangulaire en section 3.3.4.3.

Malgré la diminution importante de points et mailles à traiter grâce à l'utilisation du squelette des fissures, une recherche par force brute entre tous les liens ($\sim 10^6$) et tous les triangles ($\sim 10^9$) n'est pas envisageable. Un algorithme de type *Linked Cell Method* [281] a été utilisé pour optimiser la recherche (*cf.* Annexe G). Il repose sur une subdivision de l'espace, ce qui permet pour chaque lien de ne chercher des intersections qu'avec les triangles de son voisinage proche. Cette approche permet de réaliser la détection d'intersection en environ 20 h (sur cinq cœurs à 2,5 GHz), et nécessite 50 Go de RAM. Une recherche non optimisée serait environ 700 fois plus lente. Le résultat de cette détection sur le Mat1-2 est présenté en Figure 3.28 où tous les liens qui intersectent une fissure sont représentés.

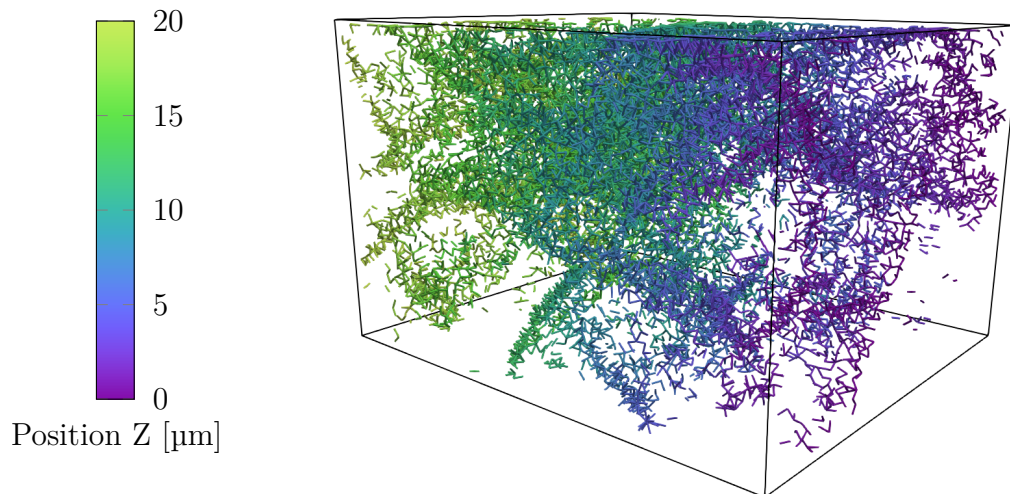


FIGURE 3.28 – Visualisation 3D des liens qui intersectent une surface de fissure (le gradient de couleur indique la position suivant l'axe \vec{z}).

3.4.3.2 Modélisation de l'ouverture des fissures

La manière la plus simple de représenter des fissures est de supprimer des liens. Cette approche est généralement utilisée pour modéliser l'apparition et la propagation de fissures [222-224]. Cette méthode ne permet toutefois pas de modéliser l'éventuelle ouverture (ou épaisseur) des fissures à l'état initial.

JI, ZHANG et al. [225] proposent de modéliser l'ouverture des fissures en modifiant le comportement des liens. En se basant sur ce principe, un nouveau type de lien a été implémenté : les *Contact-Beam* (CB). Ces liens ont la même raideur que les *Beams* (K_B), mais ils ne transmettent que des efforts répulsifs lorsqu'ils sont sollicités en compression pour mimer une réponse de type contact. Aucun frottement ni moment ne sont transmis. Le comportement en traction/compression d'une *Beam* classique et d'une *Contact-Beam* est représenté en Figure 3.29.

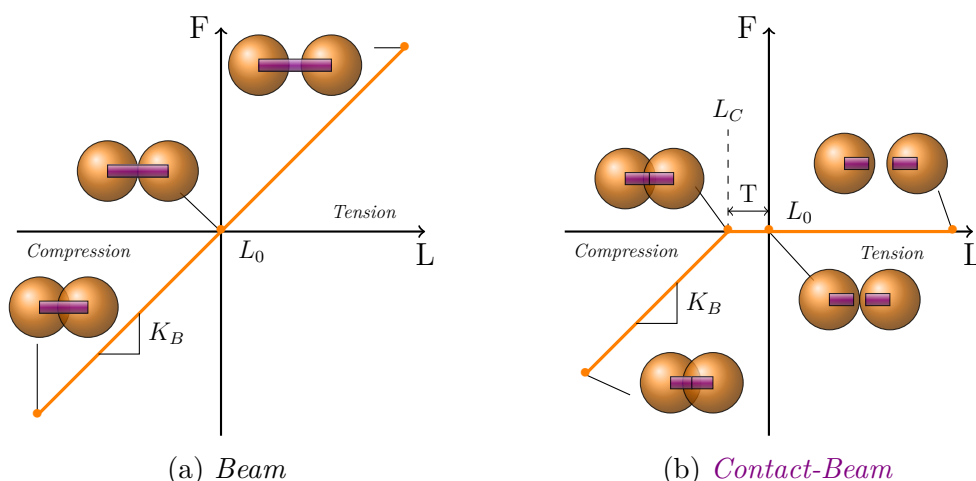


FIGURE 3.29 – Comportement des deux types de liens : la force normale (F) est tracée en fonction de la longueur (L), dans le cas d'une *Beam* (a) et celui d'une *CB* (b).

La *longueur de contact* L_C , inférieure à la longueur à vide L_0 , définit la longueur à partir de laquelle le lien commence à transmettre des efforts de répulsion. La différence entre L_C et L_0 correspond alors à l'épaisseur T introduite dans la *CB*, c'est-à-dire, le déplacement nécessaire pour que la fissure se ferme et que des efforts puissent être transmis :

$$T = L_0 - L_C. \quad (3.23)$$

Une représentation plus complète qui inclut des moments est décrite dans [213] : après la rupture, des frottements et moments tangents peuvent être transmis. L'épaisseur initiale des fissures n'est cependant pas représentée.

3.4.3.3 Détermination de l'épaisseur des fissures

Maintenant que la méthode permettant de prendre en compte l'ouverture initiale des fissures dans le domaine discret a été décrite, il s'agit de déterminer la valeur du paramètre T pour chaque lien. Les quelques travaux qui mettent en œuvre des approches similaires ont tous recours à une étape de calibration à partir de résultats expérimentaux pour déterminer la valeur de l'épaisseur des fissures.

Il est important de noter que l'épaisseur évoquée ici est un paramètre microscopique défini au niveau des liens qui n'est pas forcément égal à l'épaisseur réelle des fissures. En effet, l'ouverture introduite dans le lien doit rendre compte de l'épaisseur de la fissure mais il y a un effet de l'orientation du lien par rapport à la fissure, comme illustré sur la Figure 3.30.

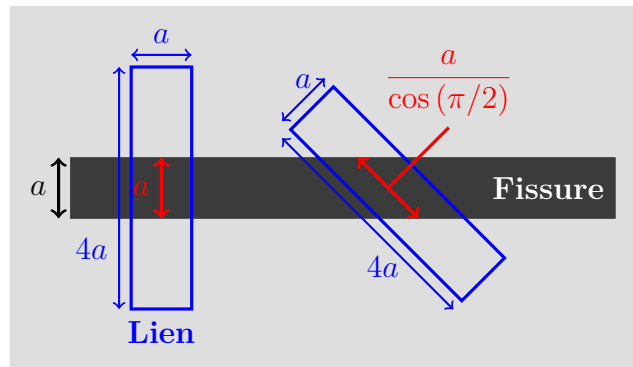


FIGURE 3.30 – Effet de l’orientation du lien sur l’ouverture de fissure mesurée.

Deux méthodes permettant de calculer des valeurs d’épaisseur de fissure par analyse d’image ont été développées : une méthode *binaire* et une méthode *en niveau de gris*.

3.4.3.3.1 Méthode binaire

Une première méthode, dite *binaire* et notée T_1 , utilise le nombre de voxels noirs dans un lien :

$$\frac{T_1}{L_0} = \frac{N_{vx}^{noir}}{N_{vx}^{tot}}, \quad (3.24)$$

avec N_{vx}^{tot} le nombre total de voxels dans le lien et N_{vx}^{noir} le nombre de voxels noirs dans le lien. La recherche des voxels contenus dans un lien cylindrique est détaillée en Annexe G. Lorsque tous les voxels sont noirs ($N_{vx}^{noir}/N_{vx}^{tot} = 1$) l’épaisseur T de la fissure est égale à celle du lien ($T = L_0$). À l’inverse si tous les voxels sont blancs l’épaisseur de la fissure est nulle.

La Figure 3.31 montre deux exemples de calcul de l’épaisseur. Il est important de noter que l’épaisseur calculée est indépendante de la longueur et du diamètre du lien, ce qui est attendu.

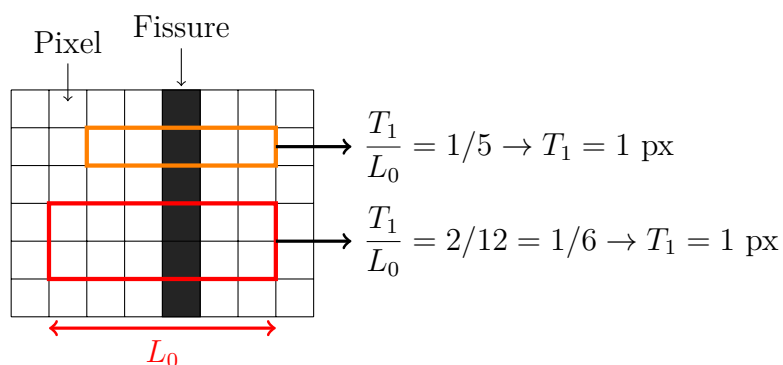


FIGURE 3.31 – Exemples de calcul de l’épaisseur d’une fissure en utilisant la méthode *binaire*.

Une limitation majeure de cette méthode est sa dépendance à la taille des voxels. En effet, à cause de la binarisation, l'épaisseur non nulle minimale qu'il est possible de calculer est de 1 px : il n'y a pas de valeurs intermédiaires entre 0 et 1.

3.4.3.3.2 Méthode par niveau de gris

Pour palier aux problèmes rencontrés avec la première méthode, une autre méthode par *niveau de gris*, notée T_2 , est proposée. L'épaisseur de la fissure est supposée dépendre du niveau de gris (I) des voxels dans la fissure. La méthode consiste à pondérer l'épaisseur par le niveau de gris des voxels. Ainsi, un voxel totalement noir ($I = 0$) comptera pour une épaisseur de 1 px, et lorsque le niveau de gris atteint le seuil (S), le voxel n'est pas comptabilisé (0 px). L'intensité normalisée par le seuil est utilisée :

$$\frac{T_2}{L_0} = \frac{1}{N_{vx}^{tot}} \times \sum_{i=1}^{N_{vx}^{<S}} \left(1 - \frac{I_i}{S}\right), \quad (3.25)$$

où $N_{vx}^{<S}$ correspond au nombre de voxels ayant une intensité inférieure au seuil S .

En partant de l'équation (3.24) et en remarquant que $N_{vx}^{noir} = N_{vx}^{<S}$, il est possible d'exprimer T_2 en fonction de T_1 :

$$\frac{T_2}{L_0} = \frac{T_1}{L_0} - \frac{1}{N_{vx}^{tot}} \times \sum_{i=1}^{N_{vx}^{<S}} \frac{I_i}{S}. \quad (3.26)$$

La méthode par niveaux de gris revient en fait à soustraire un terme correcteur à la valeur de T_1 . Ce terme correcteur dépend de l'intensité des voxels. Si tous les voxels sont parfaitement noirs ($I = 0$), le terme correctif est nul et $T_2 = T_1$. Un autre exemple : si le niveau de gris des voxels est deux fois plus faible que le seuil ($I = 0,5 \times S$), la valeur T_2 est deux fois plus faible que T_1 , ce qui rend possible l'obtention de valeurs inférieures à 1 px. Cette méthode de calcul est illustrée en Figure 3.32. Deux cas sont considérés, la géométrie de la fissure reste la même mais le niveau de gris est dans un cas de 100 (A) et dans l'autre cas de 20 (B). La méthode par niveaux de gris (T_2) donne des valeurs différentes, alors que l'utilisation de la méthode binaire donne exactement le même résultat dans les deux cas (partie C de la Figure 3.32). La valeur de T_2 dans le cas A est plus faible que dans le cas B car le niveau de gris de la fissure A est plus proche du seuil, ce qui est interprété comme une épaisseur de fissure plus faible.

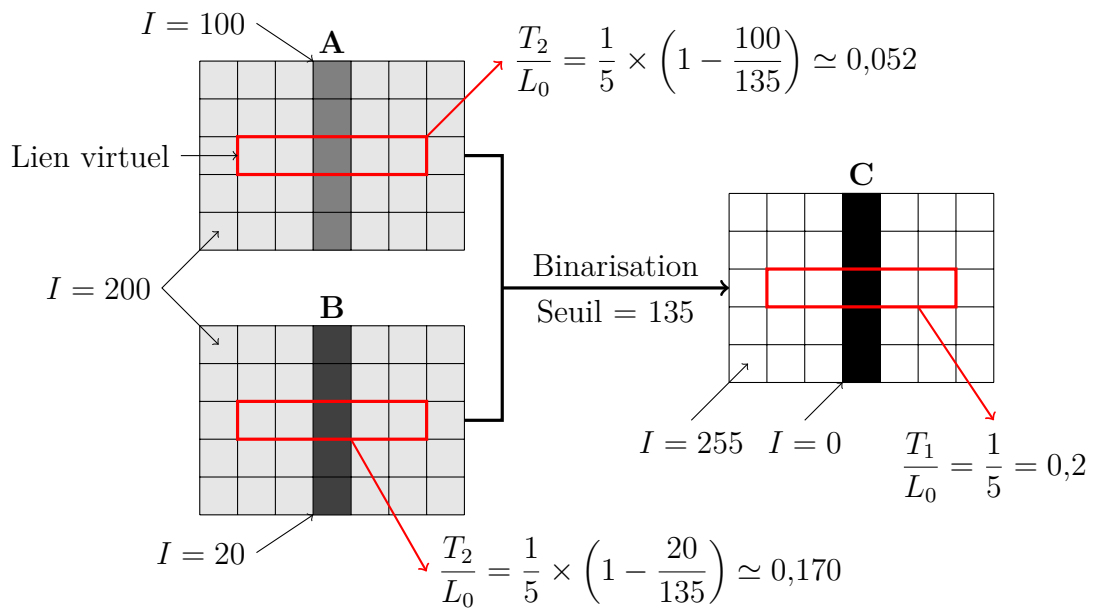


FIGURE 3.32 – Calcul de l'épaisseur d'une fissure avec la méthode par niveaux de gris.

3.4.3.3 Comparaison des résultats obtenus avec les deux méthodes

Pour comparer les deux méthodes, nous avons déterminé la distribution des épaisseurs de fissure sur le volume Mat1-2. Par ailleurs, pour vérifier l'indépendance avec la taille des voxels, plusieurs calculs d'épaisseurs sont effectués sur un même volume, en choisissant des tailles de voxel (D_{vx}) différentes. Ces volumes sont obtenus par ré-échantillonnage des données initiales ($D_{vx} = 23,6$ nm). Les résultats sont tracés sous la forme d'histogrammes sur la Figure 3.33.

Les distributions obtenues avec les deux méthodes sont totalement différentes. Le nombre de fissures augmente lorsque l'épaisseur diminue avec la méthode par *niveau de gris*, tandis qu'il tombe à 0 avec la méthode *binnaire*. Avec la méthode *binnaire*, le maximum de fissures est atteint pour une épaisseur supérieure à celle des voxels. Dans la réalité, la densité des défauts augmente généralement lorsque la taille diminue [282]. Et d'après les résultats de la bibliographie, l'épaisseur des fissures peut descendre jusqu'à quelques nanomètres seulement (*cf.* section 1.2.2.1).

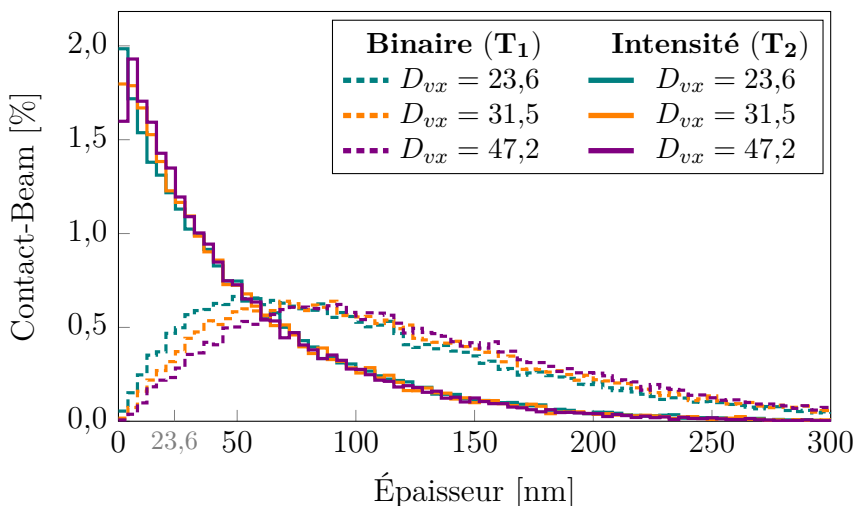


FIGURE 3.33 – Histogrammes (largeur des barres = 4 nm) des épaisseurs de fissure calculées avec les méthodes *binaire* (tiret) et *intensité* (plein), pour plusieurs tailles de voxel D_{vx} (indiquées en nanomètre).

3.5 Discussion sur la taille des éléments

3.5.1 Effet de la taille des éléments sur la modélisation des pores

Il s'agit d'estimer la taille des éléments nécessaire pour avoir une bonne estimation des propriétés élastiques. Jusqu'à présent le taux de porosité du modèle était défini par rapport à la masse (ou volume) de matière perdue lors de la suppression des éléments (*cf.* équation (3.22)). La suppression d'élément entraîne la suppression de liens, donc il est aussi possible d'exprimer un taux de porosité en fonction du nombre de liens supprimés :

$$p_B = 1 - \frac{N_P^B}{N_D^B}, \quad (3.27)$$

où N_P^B et N_D^B sont les nombres de liens correspondant respectivement au domaine poreux et au domaine dense.

Les deux valeurs de porosité ne sont pas forcément équivalentes. Ce phénomène est illustré sur un matériau contenant des pores sphériques de rayon R_P distribués aléatoirement dans l'espace. Des modèles de ce matériau idéal sont générés avec plusieurs tailles d'élément (R_{DE}). Un exemple est donné en Figure 3.34, où tous les éléments supprimés pour représenter les pores sont affichés.

Pour chaque taille d'élément (normalisé par rapport à la taille des pores R_{DE}/R_P), les taux de porosité avec la masse p_{DE} et avec les liens p_B sont calculés et reportés en Figure 3.35a. Le matériau (distribution et taille des pores) est le même pour toutes les

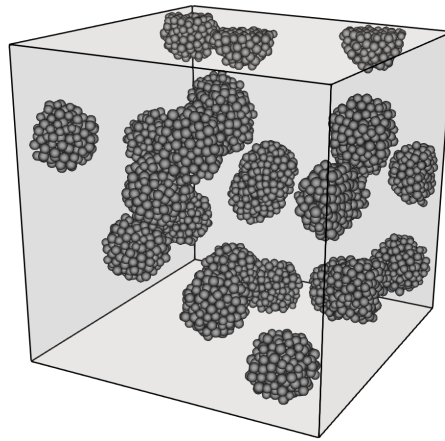


FIGURE 3.34 – Exemple de matériau avec des pores sphériques modélisés avec la MED et $R_{DE}/R_P = 0,125$. Seuls les éléments qui se trouvent sur un pore sont représentés.

modélisations mais le rapport des deux taux de porosité du modèle discret évolue avec la taille des éléments. Lorsque la taille des pores et des éléments sont égales ($R_{DE}/R_P = 1$), le taux de porosité obtenu avec les liens est deux fois plus faible que celui obtenu avec les éléments ($p_{DE}/p_B = 0,5$). Le rapport des deux taux de porosité tend vers 1 lorsque la taille des éléments devient beaucoup plus faible que la taille des pores ($R_{DE}/R_P \ll 1$).

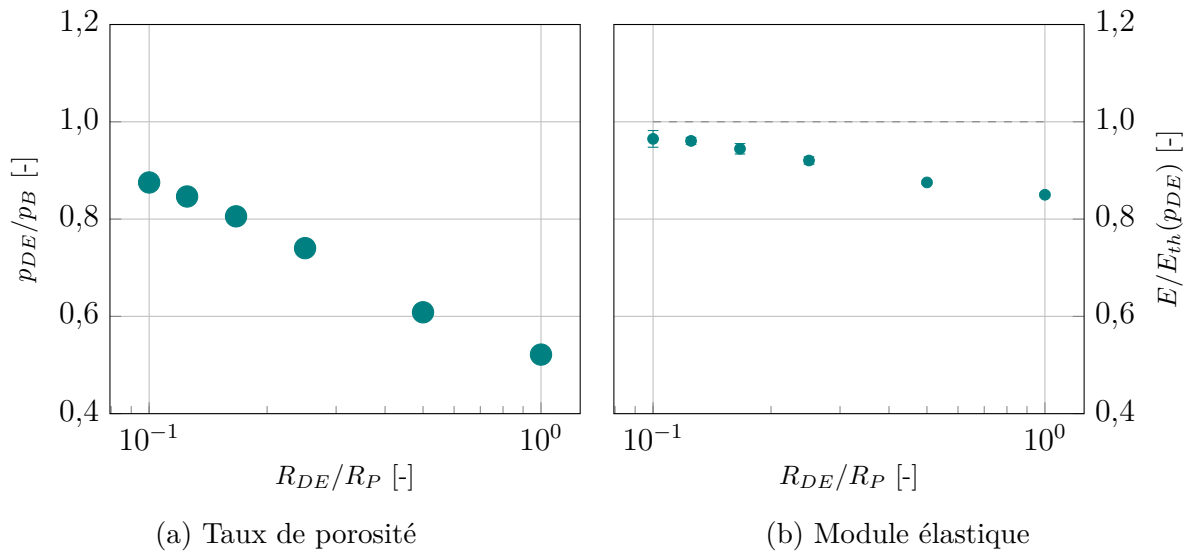


FIGURE 3.35 – Influence de la taille des éléments normalisé ($\varnothing_{DE}/\varnothing_{Pore}$) sur (a) le rapport des taux de porosité discret (p_B/p_{DE}), et sur (b) le module élastique pour $p_{DE} = 10\%$.

En fait, lorsque $R_{DE} = R_P$, un pore est modélisé par la suppression d'un seul élément (Figure 3.36a), ce qui induit la suppression de $C = 6,2$ liens en moyenne². Lorsque

2. C est le nombre de cardinalité, c'est-à-dire le nombre moyen de liens par éléments (cf. Annexe F)

les éléments sont plus petit que les pores, un pore est représenté par la suppression d'un groupe de éléments connexes et le nombre de liens supprimés par élément est alors inférieur à C . Par exemple, si deux éléments sont connectés (Figure 3.36b), ils partagent un lien, leurs suppression entraîne donc en moyenne $2 \times C - 1$ liens. Soit 5,7 liens supprimés par éléments.

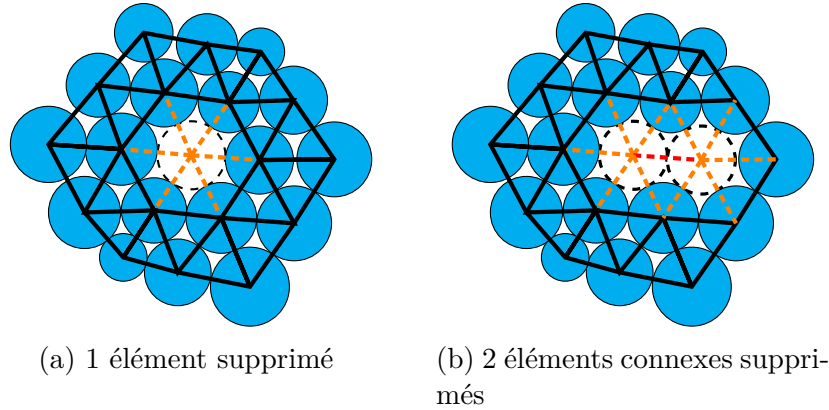


FIGURE 3.36 – Schéma de l'effet de la tailles des pores sur le nombre moyen de liens supprimés par élément.

Ce nombre de liens supprimés par éléments décroît vers $C/2 = 3,1$ lorsque le nombre d'éléments interconnectés augmente. En effet, chaque élément a C liens en moyenne, mais comme chaque lien relie deux éléments, il n'y a que $C/2$ fois plus de liens que d'éléments. Ainsi, pour un même nombre d'éléments supprimés, et donc un même taux de porosité P_{DE} , le nombre de lien supprimés peut être différent ce qui entraîne une valeur de P_B différente.

Comme les propriétés élastiques macroscopiques dépendent des liens, il est possible d'obtenir des modules élastiques différents pour un même taux de porosité (p_{DE}) en changeant la taille des éléments. Ceci visible sur la Figure 3.35b avec le tracé de l'évolution du module élastique adimensionné en fonction de la taille des éléments. Ce module élastique est déterminé via la réalisation d'un essai numérique de traction uniaxiale. Les modules sont adimensionnés par la valeur théorique $E_{th}(p_{DE})$ issue de l'équation (1.5).

Si les éléments sont de la même taille que les pores, les propriétés élastiques sont sous-estimées. Il est nécessaire d'utiliser des éléments au moins 8 fois plus petits que les pores pour obtenir un résultat indépendant de la taille des éléments.

3.5.2 Effet de la taille des éléments sur la modélisation des fissures

Une étude de convergence a aussi été menée pour déterminer l'épaisseur (T) maximale de fissure qu'il est possible de représenter via un lien. Une première borne supé-

rièrre évidente correspond à la longueur initiale des liens : $T < L_0$. Le cas d'étude considéré est une plaque 2D traversée verticalement par une fissure décrite sur la Figure 3.37. L'épaisseur de la fissure est fixée à une unité de longueur. Des modèles discrets sont générés avec des diamètres d'éléments compris entre 1 et 10 fois l'épaisseur de la fissure. Comme l'arrangement des éléments est compact, la longueur moyenne des liens (L_0) est approximativement égale au diamètre moyen des éléments ($2R_{DE}$). Pour chaque taille d'éléments, dix modèles sont générés pour prendre en compte la variabilité inhérente de la MED.

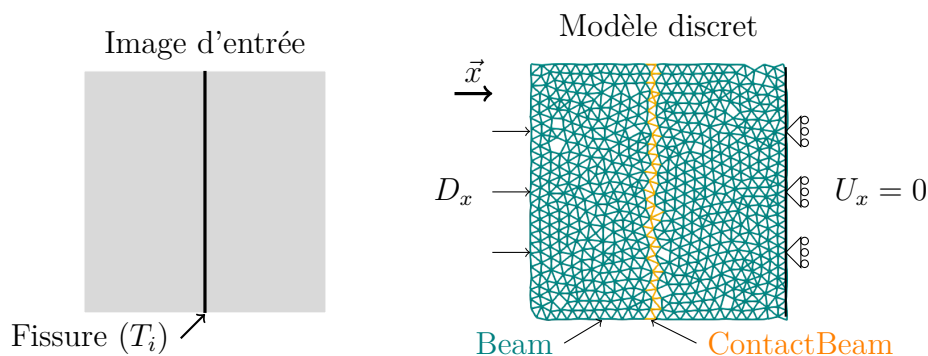


FIGURE 3.37 – Configuration utilisée pour estimer l'épaisseur de fissure.

Des essais de compression uniaxiale sont réalisés pour mesurer l'épaisseur effective de la fissure dans le modèle numérique (T_{num}) et la comparer à la longueur de consigne définie comme entrée du modèle (T_i) sur l'image. La configuration est présentée en Figure 3.37, avec un exemple de répartition des *Beam* et des *ContactBeam* en orange qui représentent la fissure.

Les résultats des essais de compression sont analysés via les courbes force-déplacement (*cf.* Figure 3.38). Au début du chargement, quand la fissure est ouverte, l'effort est nul tandis que le déplacement (D_x) augmente. Les deux surfaces de fissure se rapprochent, jusqu'à ce qu'elles entrent en contact, ce moment correspond à une augmentation des efforts transmis (F). L'épaisseur de la fissure est donc égale au déplacement appliqué au moment où les efforts augmentent, *ie.* $T_{num} = \min(D_x(F > 0))$.

La Figure 3.39 montre l'évolution de l'épaisseur effective par rapport à l'épaisseur cible pour les différentes tailles d'élément. Pour des tailles d'éléments grandes devant l'épaisseur de la fissure, la fissure est bien modélisée (*ie.* $T_{num}/T_i = 1$). Lorsque la taille des éléments est trop faible, l'épaisseur est sous estimée. Ceci est en partie dû au fait que les liens ne sont pas tous orientés perpendiculairement à la surface de la fissure.

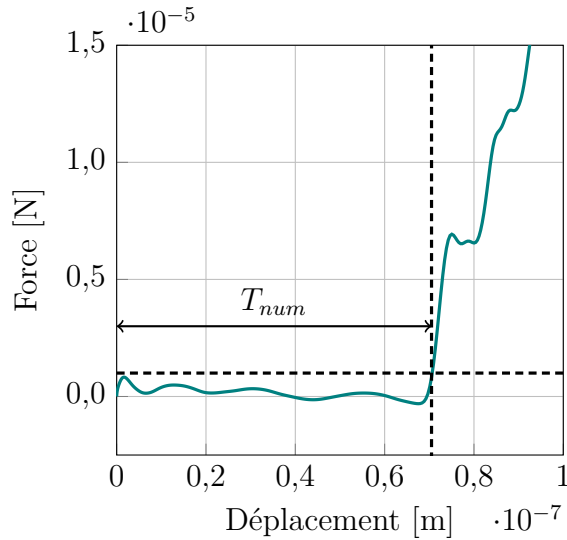


FIGURE 3.38 – Exemple de courbe force - déplacement utilisée pour estimer l'épaisseur de fissure (ici 7×10^{-8} m).

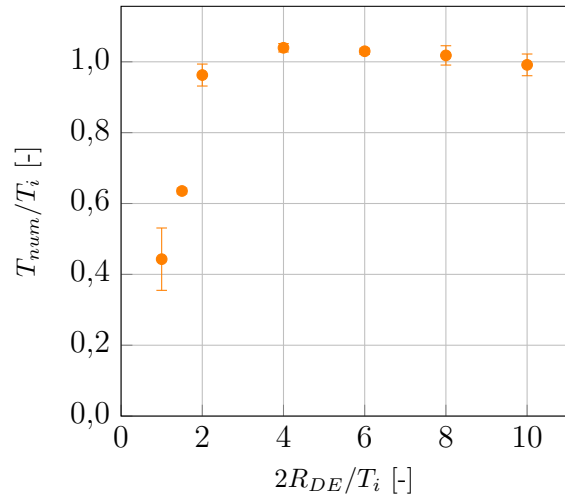


FIGURE 3.39 – Évolution de l'épaisseur de fissure mesurée par essais de compression en fonction de la taille des éléments.

3.5.3 Bilan

Comme pour toute modélisation numérique, la discrétisation spatiale a un effet sur la qualité du modèle. Nous venons de montrer que la taille des éléments doit être 8 fois plus faible que celle des pores et 2 fois plus grande que l'épaisseur des fissures. Cette configuration est possible uniquement si la taille des fissures est significativement plus faible que la taille des pores. Par exemple des pores de diamètre $10 \mu\text{m}$ et des fissures d'épaisseur $0,1 \mu\text{m}$ peuvent être modélisés fidèlement en utilisant une taille d'élément intermédiaire de $1 \mu\text{m}$ tout en respectant les deux critères de convergence.

Dans la microstructure des PSCC il n'y a pas d'écart net entre les fissures et les pores. En effet, la transition entre fissure et pores est progressive. Ainsi, quelle que soit la taille des éléments retenue, les porosités de rayon proche de celle des éléments (entre $0,25 \times R_{DE}$ et $8 \times R_{DE}$) seront mal représentées.

Ce problème doit être mis en perspective avec la quantité de porosité faisant partie de cette zone « problématique ». En effet, les plus gros pores qui sont les mieux représentés, contribuent le plus à la porosité. De même, l'histogramme de la Figure 3.33 montre qu'une majorité des fissures se trouve en dessous de 100 nm ce qui est bien 4 fois inférieur à la taille des éléments (400 nm). Finalement, seule l'épaisseur des plus grosses fissures est sous estimée. Nous verrons par la suite (chapitre 5), que ce sont les fissures les plus fines qui ont plus d'influences sur le comportement mécanique en compression.

3.6 Conclusions

Deux revêtements céramiques sont fabriqués par projection plasma, le premier a une microstructure conventionnelle poreuse et micro-fissurée, et le second comprend des zones nano-poreuses. Des observations volumiques de leur microstructure sont obtenues avec un **MEB-FIB**. C'est le seul instrument qui permet d'avoir une résolution suffisante pour observer les fissures les plus fines. Cependant, les volumes obtenus ont des dimensions trop faibles ($20 \times 20 \times 20\text{nm}^3$) pour être considérés comme des **VER** (il faudrait une taille d'au moins $100\ \mu\text{m}$). La microstructure est extraite par analyse d'image afin de séparer les pores et les fissures.

Un protocole de discrétisation avec la **Méthode des Éléments Discrets** est ensuite proposé. Les pores sont représentés en supprimant des éléments, tandis que les fissures sont modélisées *via* les liens. Une attention particulière est portée sur la prise en compte de l'ouverture des fissures qui, bien qu'elle soit très faible, est identifiée dans la littérature comme responsable du comportement particulier des **PSCC** en compression. Actuellement, c'est la seule modélisation qui propose de représenter des surfaces de fissures réelles avec une ouverture qui est déterminée par traitement d'images. Le calcul de l'épaisseur de fissures plus petites que la taille des voxels est rendu possible en considérant que l'épaisseur est proportionnelle au niveau de gris des voxels.

Bien qu'il n'y ait pas d'étapes de calibration dans la modélisation de la microstructure, des choix de modélisation sont nécessaires et des paramètres doivent être sélectionnés, en particulier lors du traitement d'images et de la reconstruction de la microstructure. Ceux-ci ont nécessairement une influence sur la microstructure reconstruite et les propriétés mécaniques qui seront déterminées ultérieurement.

La taille des modèles numériques 3D développés dans ce chapitre est trop faible pour qu'ils soit directement utilisés dans l'étudier la propagation d'ondes mécaniques. À cet effet, des modélisations en deux dimensions vont être utilisées.

Chapitre 4

Simulation de la propagation d'ondes en 2D avec la MED

Contenu

4.1 Cas d'un milieu dense	114
4.1.1 Définition du domaine discret et des propriétés mécaniques	114
4.1.2 Condition aux limites de symétrie	115
4.1.3 Simulation de la propagation d'une onde plane	115
4.1.4 Phénomène de diffusion numérique	119
4.1.5 Conclusions	120
4.2 Cas d'un milieu poreux idéal	121
4.2.1 Génération d'un domaine discret poreux	121
4.2.2 Effet des pores sur la propagation d'ondes	121
4.2.3 Discussion de l'intérêt d'une condition de périodicité	123
4.3 Comparaison à l'expérience de choc laser	126
4.3.1 Approche expérimentale	126
4.3.2 Développement du modèle numérique	131
4.3.3 Simulation des expériences de choc laser	136
4.4 Conclusions	147

Dans un premier temps, des simulations de propagation d'ondes sont réalisées sur des modèles de matériaux denses et poreux idéalisés afin de vérifier si les résultats numériques correspondent au comportement théorique qui est bien défini dans la littérature pour ces cas simplifiés. Ensuite, des simulations de propagation d'ondes sont réalisées sur une microstructure réelle d'YSZ APS. Le modèle 2D est construit à partir d'images MEB suivant un protocole très similaire à celui décrit dans le chapitre précédent. Cette modélisation en deux dimensions permet de modéliser la totalité de l'épaisseur d'un revêtement. Des essais expérimentaux de chocs lasers sont simulés avec le modèle afin de comprendre comment la microstructure intervient dans la réponse macroscopique. Ces simulations ont aussi pour objectif d'évaluer la validité de modélisation numérique en vérifiant si le modèle est capable de reproduire les tendances observées expérimentalement.

4.1 Cas d'un milieu dense

Cette section a pour objectif de valider la propagation d'ondes élastiques dans un milieu dense 2D avec la MED. La génération du domaine et le calcul de ses propriétés mécaniques sont d'abord détaillés rigoureusement. Des simulations de propagation d'ondes de compression sont réalisées avec plusieurs conditions aux limites. Enfin, les célérités des ondes sont mesurées et comparées aux valeurs théoriques; l'évolution du profil des ondes permet également de discuter de la validité des modélisations.

4.1.1 Définition du domaine discret et des propriétés mécaniques

Un milieu dense 2D de dimension ($L_x \times L_y$) est généré avec la MED en positionnant tous les éléments sur un même plan ($z = 0$). L'épaisseur (L_z) est par conséquent égale au diamètre moyen des éléments (R_{DE}). Les valeurs de ces paramètres sont indiquées dans le Tableau 4.1 avec les nombres d'éléments N_{DE} et de liens N_B obtenus.

Génération			Résultats	
L_x [μm]	L_y [μm]	R_{DE} [μm]	N_{DE}	N_B
10	1	0,01	28 950	87 098

TABLEAU 4.1 – Paramètres de génération du domaine discret 2D.

Les paramètres microscopiques, qui décrivent le comportement des liens et des éléments, sont regroupés dans le Tableau 4.2.

Liens			Éléments
E_μ [GPa]	\tilde{r} [-]	ν_μ [-]	ρ_μ [kg/m ³]
1000	0,4	0,3	9905

TABLEAU 4.2 – Paramètres microscopiques.

Les propriétés élastiques à l'échelle macroscopique sont déterminées en simulant un essai de traction uniaxiale suivant \vec{x} et la masse volumique macroscopique (ρ_m) est calculée à partir de la densité microscopique et du volume macroscopique (*cf.* Annexe F). Les valeurs obtenus sont indiquées dans le Tableau 4.3.

E_m [GPa]	ν_m [-]	ρ_m [kg/m ³]
150,5	0,2165	6000

TABLEAU 4.3 – Paramètres macroscopiques déterminés par simulation.

La célérité théorique des ondes longitudinales est calculée à partir de ces valeurs, elle est égale à $C_L^{th} = 5337$ m/s (*cf.* Annexe B).

4.1.2 Condition aux limites de symétrie

Des conditions de symétrie sont souvent utilisées pour simplifier un modèle. Elles permettent notamment de simuler un milieu semi-infini (suivant \vec{y}) pour avoir une propagation d'ondes planes (suivant \vec{x}) sans avoir d'influence des bords latéraux (*cf.* Figure 4.1).

L'application d'une condition de symétrie avec la MEF consiste à bloquer les déplacements suivant la normale à la surface et les rotations dans le plan. Par exemple, dans le cas d'un plan de symétrie de normale \vec{y} , il faut bloquer les déplacements suivant \vec{y} et les rotations autour de \vec{x} et \vec{z} [202].

Pour définir les conditions de symétrie avec la MED, deux méthodes sont testées :

- Blocage des déplacements normaux,
- Blocage des déplacements normaux et des rotations planes.

Les résultats, en termes de célérité d'onde et de planéité, sont équivalents avec ces deux méthodes. Donc, dans la suite, les conditions de symétrie sont imposées en bloquant uniquement les déplacements normaux des éléments de la face concernée.

4.1.3 Simulation de la propagation d'une onde plane

Un schéma du domaine est présenté en Figure 4.1. Pour simuler la propagation d'une onde suivant \vec{x} , un profil de vitesse sinusoïdale $v(t)$ est imposé sur les éléments de la

face avant ($X = 0 \mu\text{m}$) suivant des éléments en face avant. Elle suit une sinusoïde de vitesse maximale $V_{\text{max}} = 1 \text{ m/s}$ et de période $\tau = 0,2 \text{ ns}$ (courbe bleue sur la Figure 4.2) :

$$v(t) = \frac{V_{\text{max}}}{2} \times \left[1 + \sin \left(\frac{2\pi t}{\tau} - \frac{\pi}{2} \right) \right] \quad \text{si } 0 \leq t \leq \tau \quad (4.1)$$

Les seules conditions aux limites sont des conditions de symétries sur les bords latéraux (Y_{min} et Y_{max}). Le pas de temps correspond à 15 % du pas de temps critique (cf. Annexe F), et aucun amortissement numérique n'est présent dans le schéma d'intégration. Ces paramètres d'intégration temporelle sont ceux retenus pour toutes les simulations de ce chapitre.

Les vitesses moyennes des éléments se trouvant à plusieurs positions (X indiquée sur la Figure 4.1) sont mesurées et tracées sur la Figure 4.2. La célérité moyenne de l'onde est calculée entre les positions $X_1 = 2 \mu\text{m}$ et $X_2 = 8 \mu\text{m}$. Deux méthodes sont utilisées pour connaître les temps de passage des ondes et calculer le temps de parcours τ entre ces deux positions. La première méthode considère le moment où la vitesse maximale est atteinte; la seconde méthode considère le moment où la vitesse atteint un seuil défini à 1 % de la vitesse maximale imposée en face avant. Ces deux méthodes donnent respectivement $C_L^{\text{num}}(\tau_{\text{max}}) = 5286 \text{ m/s}$ et $C_L^{\text{num}}(\tau_{1\%}) = 5335 \text{ m/s}$, soit des erreurs relatives de 0,96 % et 0,05 % par rapport à la valeur théorique.

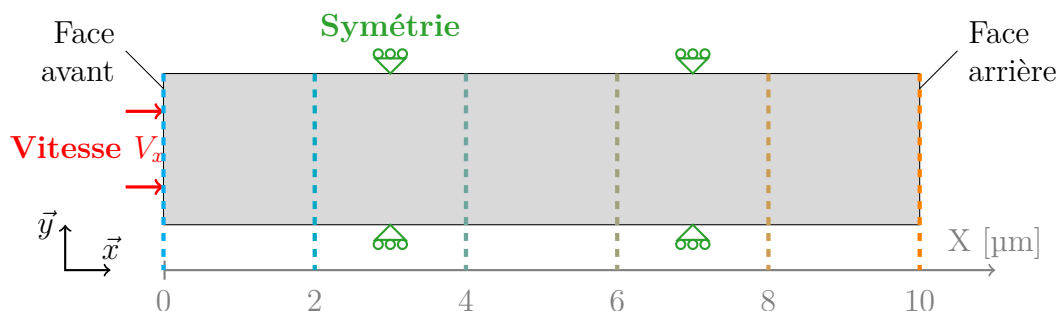


FIGURE 4.1 – Schéma des conditions aux limites et des positions de mesure de la vitesse matérielle.

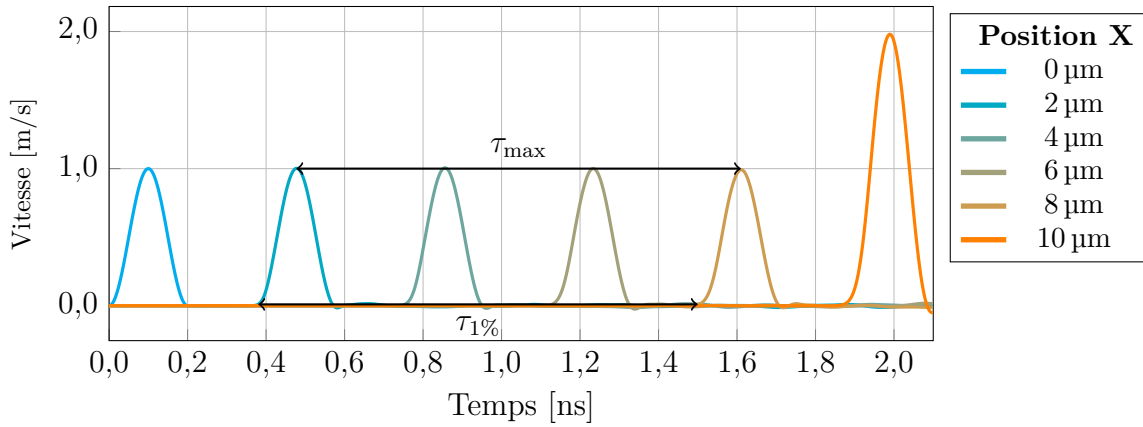


FIGURE 4.2 – Profils de vitesse moyenne lors de l'utilisation de conditions de symétrie sur les bords.

La propagation des ondes élastiques est correctement restituée par ces simulations. De plus, le profil et la célérité de l'onde restent les mêmes au cours de la propagation¹. Des simulations ont été réalisées en considérant des vitesses maximales comprises entre 0,1 et 100 m/s. Les résultats ne sont pas présentés ici, mais ils montrent que la célérité est indépendante de l'intensité de la sollicitation. Ces deux derniers points étaient attendus, car le comportement du milieu est supposé être élastique linéaire.

Des exemples de champs de vitesses V_x et V_y obtenus lors de ces simulations numériques sont représentés à deux instants sur la Figure 4.3. L'onde reste bien plane au cours de la propagation (*ie.* il n'y a pas de variation suivant la direction \vec{y}) et le champ V_y est quasi-nul.

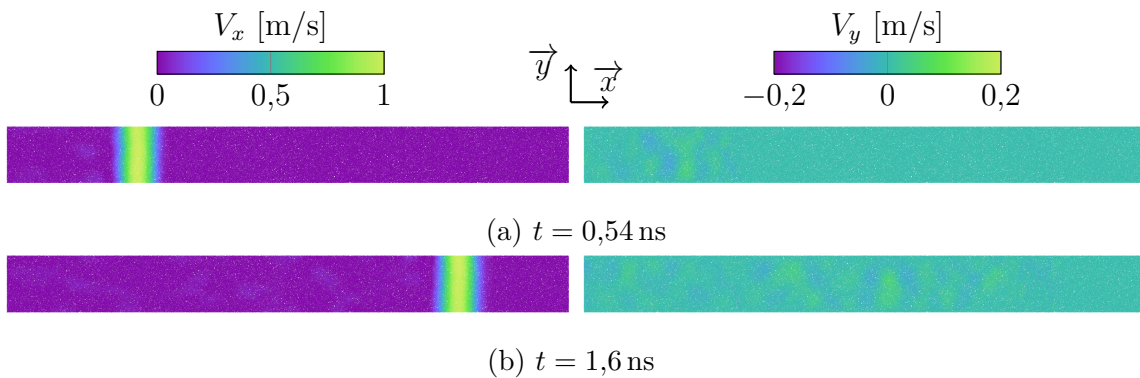


FIGURE 4.3 – Champs de vitesse V_x (gauche) et V_y (droite) à deux instants avec des conditions de symétrie sur les bords (*cf.* Figure 4.1).

1. La vitesse deux fois plus importante en face arrière ($X = 10 \mu\text{m}$) est attendue car l'onde se réfléchit sur une surface libre.

Dans le cas où les conditions de symétrie ne sont pas appliquées (bords laissés libres), l'onde interagit avec les bords (*cf.* Figure 4.4 et 4.5). La vitesse maximale diminue et le profil de vitesse est perturbé par les ondes de détente latérale (Figure 4.4), et le champ de vitesse V_x n'est plus constant suivant \vec{y} (Figure 4.5).

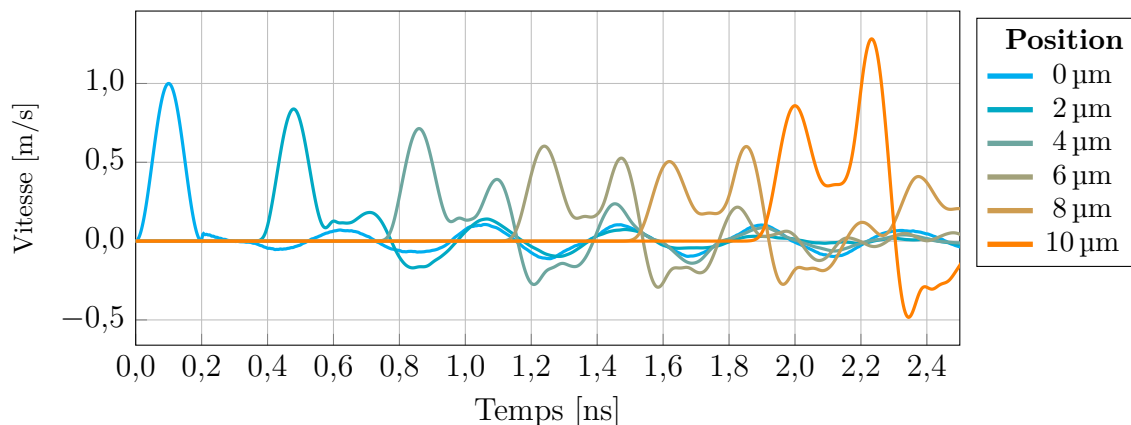


FIGURE 4.4 – Profils de vitesse moyenne à différentes positions avec des bords libres.

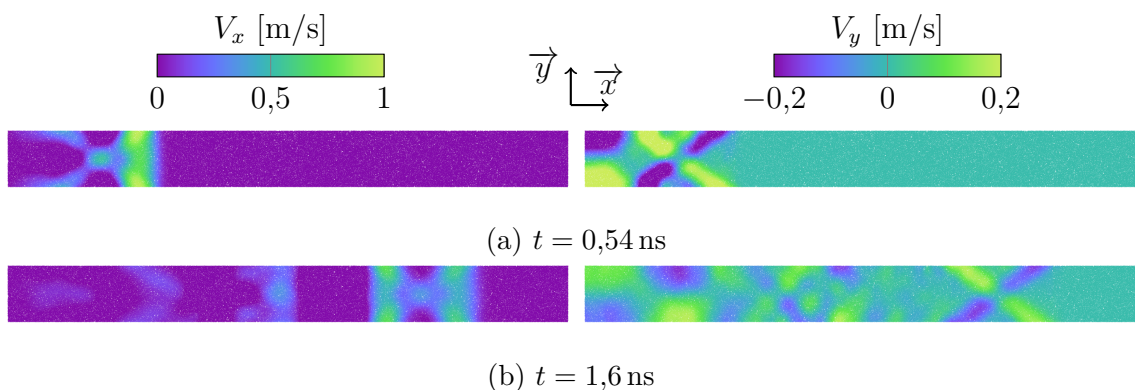


FIGURE 4.5 – Champs de vitesse V_x (gauche) et V_y (droite) avec des bords libres.

Des études équivalentes, montrent que la MED permet de modéliser la propagation d'ondes en 3D [162] ou en 1D [283]. Par ailleurs, ROJEK, MADAN et al. [284] évoquent aussi la possibilité de calibrer les paramètres microscopiques *via* des essais dynamiques en mesurant la célérité des ondes longitudinales et transverses pour remonter au module élastique et au coefficient de Poisson. Cependant, la calibration du coefficient de Poisson nécessite de mesurer la propagation des ondes de cisaillement et elle se relève assez imprécise. Cette méthode n'est donc pas utilisée dans ces travaux.

4.1.4 Phénomène de diffusion numérique

Il s'agit d'un phénomène parasite qui peut perturber la propagation d'une onde. Il est dû à la discrétisation spatiale et à l'intégration numérique qui agissent comme un filtre passe-bas : les ondes de fréquences trop élevées ne sont pas transmises correctement [285]. Ce phénomène ne doit pas être confondu avec un éventuel amortissement ou une dissipation. En effet, il est totalement indépendant du pas de temps, de l'intensité de la sollicitation et il ne conduit pas à une perte d'énergie. La fréquence de coupure dépend de la discrétisation spatiale (Δx), de la raideur (E) et de la densité (ρ) du milieu [286] :

$$f_c = \frac{1}{\pi} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \frac{1}{\Delta x}. \quad (4.2)$$

Ainsi, pour une onde de période τ et de fréquence $f = 1/\tau$, la longueur d'onde est $\lambda = C \times \tau$, avec $C = \sqrt{E/\rho}$ la célérité de l'onde. Pour que l'onde puisse se propager sans diffusion numérique, il faut que sa fréquence f soit strictement inférieure à la fréquence de coupure f_c . Cette condition est équivalente à $\lambda > \pi \Delta x$ (détails en Annexe H). Autrement dit, il faut que la discrétisation spatiale soit suffisamment fine pour pouvoir traiter des ondes de longueur d'onde λ , ce qui s'écrit :

$$\lambda > \alpha \times \Delta x, \quad (4.3)$$

avec un coefficient α généralement pris supérieur à 10 [284, 287-291].

BAO, BIELAK et al. [292] ont déterminé l'erreur commise en fonction de α . Ils concluent que pour une valeur de 10, les résultats sont corrects à 5 % près. De nombreux travaux portent sur l'étude [293-295] et la minimisation de ce phénomène, notamment en modifiant les schémas d'intégration [296, 297].

Dans les simulations précédentes, les paramètres sont tels que α est égal à 25 ($C = 5000$ m/s, $\tau = 0,1$ ns et $\Delta x = 2R_{DE} = 0,02$ μ m). Pour mettre en exergue le phénomène de diffusion numérique, une simulation a été réalisée avec les mêmes paramètres, mais un temps de montée 5 fois plus faible ($\tau = 0,02$ ns), de telle sorte que α vaut 5. Les profils de vitesse sont tracés en Figure 4.6. Une diminution du maximum, un étalement de l'onde au cours de la propagation et l'apparition d'oscillations parasites sont constatés.

Ainsi, pour étudier et quantifier l'atténuation des ondes due à la microstructure du matériau, il convient d'abord de vérifier que les paramètres numériques sont correctement définis pour éviter d'observer de la diffusion numérique.

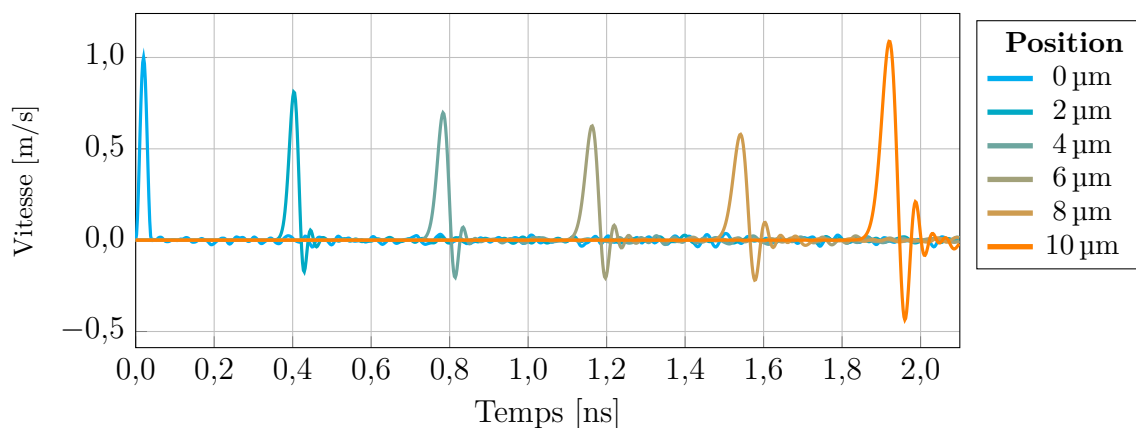


FIGURE 4.6 – Effet de la diffusion numérique : profils de vitesse avec des conditions de symétrie sur les bords.

Une onde de choc est caractérisée par une discontinuité (*ie.* $\lambda = 0$) en pression et vitesse. Ainsi, pour traiter la propagation des ondes de choc, une *viscosité artificielle* (ou *pseudo-viscosité*) est généralement ajoutée dans les simulations numériques. Elle permet d'étaler le choc sur plusieurs mailles afin de permettre la résolution numérique du problème. Lors de son utilisation, il convient de vérifier que l'énergie visqueuse associée est négligeable devant les autres énergies du système [298].

4.1.5 Conclusions

Cette étude préliminaire confirme qu'un modèle discret 2D permet de restituer correctement les phénomènes de propagation d'ondes élastiques dans un milieu dense. L'implémentation d'une condition de symétrie en bloquant les déplacements normaux est aussi validée, car elle reproduit la propagation d'une onde plane sans détentes latérales. Enfin, un phénomène de diffusion numérique est identifié et des préconisations pour s'en affranchir ont été formulées à partir du temps de montée de l'onde de compression et de la taille des éléments.

4.2 Cas d'un milieu poreux idéal

Avant de passer à la modélisation de microstructures réelles, une étude est menée sur des milieux poreux artificiels. Ces milieux poreux sont constitués de pores sphériques de rayon R_P positionnés aléatoirement.

4.2.1 Génération d'un domaine discret poreux

Les pores sont créés dans le domaine numérique en supprimant des éléments. Le rayon des pores R_P est strictement supérieur au rayon des éléments R_{DE} . Le rapport entre ces deux rayons est noté γ :

$$\gamma = R_P/R_{DE}. \quad (4.4)$$

Un exemple de domaine discret poreux avec γ égale à 5 et un taux de porosité p de 10 % est représenté en Figure 4.7.

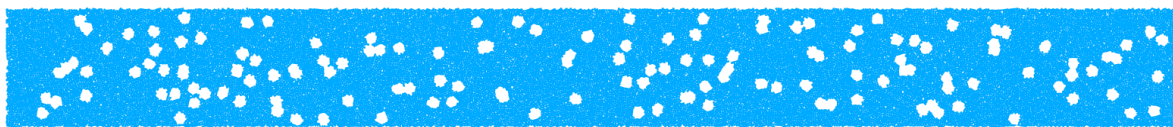


FIGURE 4.7 – Exemple de modèle discret d'un matériau poreux idéal ($\gamma = 5$, $p = 0,1$).

4.2.2 Effet des pores sur la propagation d'ondes

Une onde de compression est générée de la même manière pour le milieu dense (section 4.1.3), et des conditions de symétrie sont utilisées sur les bords latéraux. Les profils de vitesse obtenus à différentes positions dans le matériau sont tracés en Figure 4.8. L'onde est de manière évidente perturbée par la présence des pores. Elle a tendance à s'amortir et s'étaler au cours de la propagation ; la vitesse maximale diminue aussi. Les champs de vitesse représentés en Figure 4.9 montrent que l'interaction de l'onde avec les pores induit des réflexions d'ondes multiples, qui sont responsables de l'atténuation.

Pour étudier l'effet du taux de porosité et de la taille des pores sur la célérité des ondes, plusieurs domaines sont générés avec des taux de porosité compris entre 5 et 20 %. Pour chaque taux de porosité, deux tailles de pores sont utilisés ($\gamma = 5$ ou $\gamma = 10$). Pour chaque cas, cinq domaines sont générés et la célérité est calculée avec les critères en vitesse maximale (τ_{\max}) et le seuil à 1% de la vitesse initiale ($\tau_{1\%}$) comme décrit précédemment. L'évolution de la célérité en fonction du taux de porosité est tracée en Figure 4.10 avec le modèle analytique de ZHAO et LI [157] (section 1.4.6, Eq. 1.24).

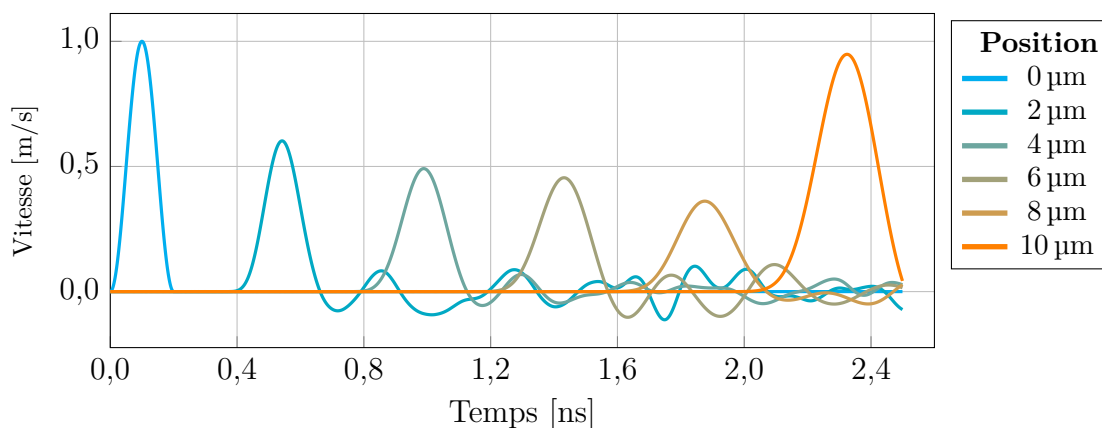
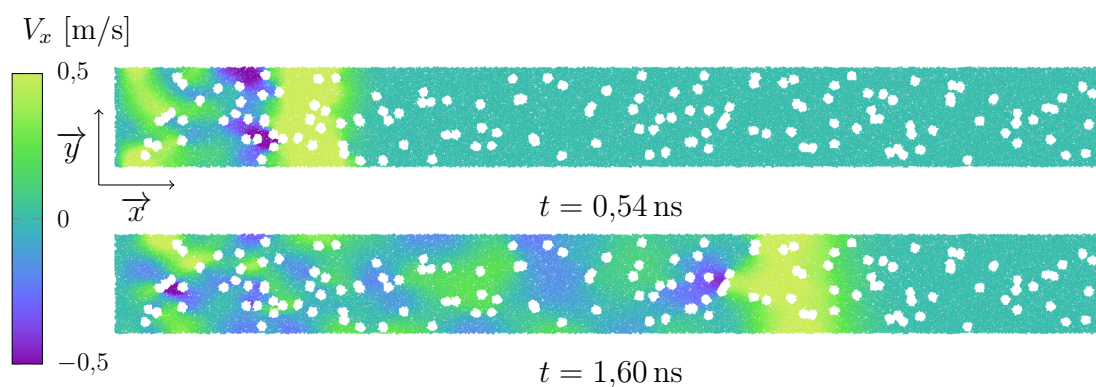
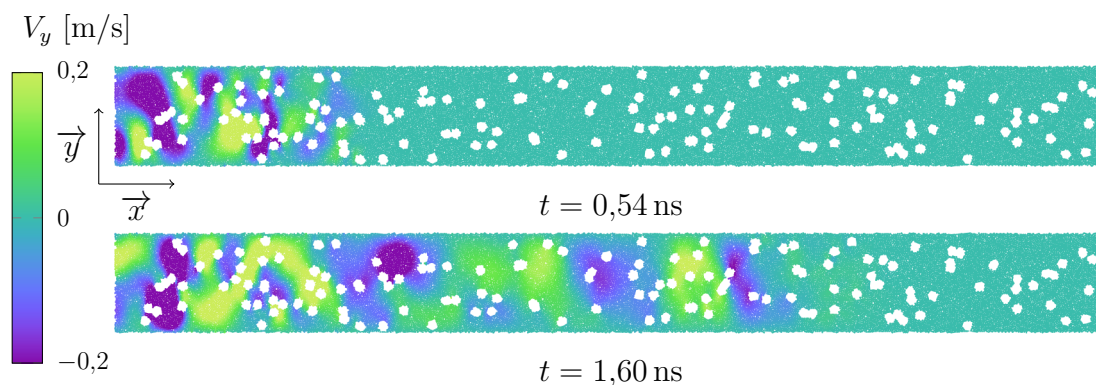

 FIGURE 4.8 – Profils de vitesse dans un matériau poreux idéal ($\gamma = 5$, $p = 0,1$).

 (a) Champ de vitesse V_x .

 (b) Champ de vitesse V_y .

 FIGURE 4.9 – Champs de vitesse avec des conditions de symétrie ($\gamma = 5$, $p = 0,1$).

Comme attendu, la célérité décroît avec l'augmentation du taux de porosité. L'évolution obtenue en considérant le critère τ_1 % est plutôt en accord avec le modèle de ZHAO et LI [157]. Le modèle numérique a tendance à sous-estimer la célérité pour les taux de porosité les plus élevés. Le critère τ_1 % donne systématiquement des célérités plus importantes que le critère τ_{\max} . Pour un même taux de porosité (plutôt au-dessus

de 10 %), le modèle numérique semble mettre en évidence une influence de la taille des pores par rapport à celle des éléments. En effet, les cas avec des pores dix fois plus grands que les éléments conduisent à des célérités plus importantes que les cas avec des pores cinq fois plus grands que les éléments. Comme indiqué dans la section 3.5.1, l'élasticité du matériau (*ie.* la célérité des ondes) est sous-estimée, lorsque la taille des pores se rapproche de celle des éléments. Un modèle numérique 2D permet donc de restituer correctement l'évolution de la célérité des ondes en fonction du taux de porosité, sous réserve d'utiliser des éléments suffisamment petit par rapport aux pores.

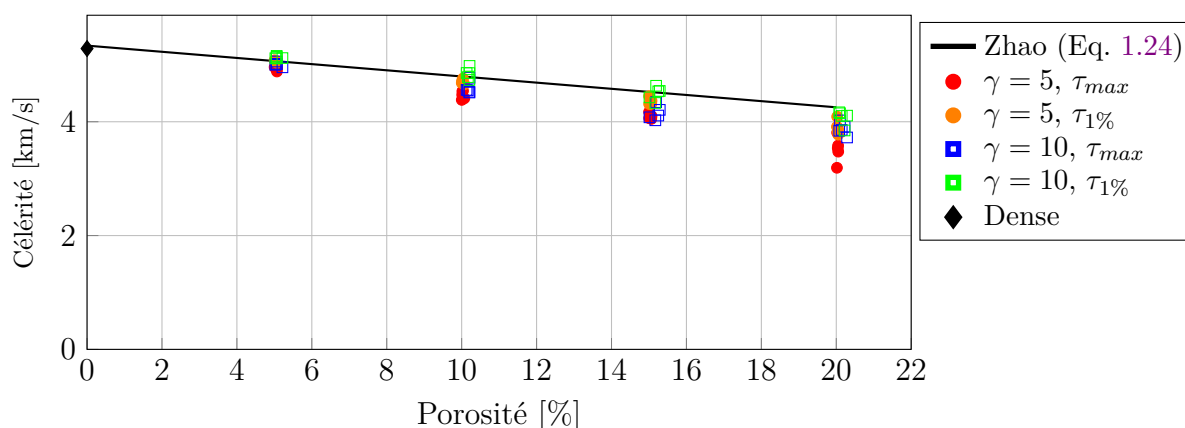


FIGURE 4.10 – Célérité en fonction du taux de porosité

4.2.3 Discussion de l'intérêt d'une condition de périodicité

Des conditions périodiques sur les bords des VER sont habituellement employées pour simuler la propagation d'ondes dans des milieux hétérogènes [179, 284]. Bien qu'elles soient clairement définies avec la MEF, leur implémentation avec la MED ne fait pas consensus. Une difficulté avec la MED vient de l'arrangement des éléments qui n'est ni ordonné ni périodique. Les méthodes utilisées dans ce cas sont souvent dites « pseudo-périodiques » [299]. Une de ces méthodes consiste à répliquer le domaine d'étude dans toutes les directions d'espace (ce qui conduit à 27 répliques en 3D). Elle a été appliquée pour simuler des essais quasi-statiques sur des VER dans [300, 301].

Nous avons utilisé cette méthode en 2D en ne considérant qu'une seule direction de périodicité (\vec{y}). Le domaine utile (en bleu) n'est pas entièrement dupliqué (Figure 4.11), mais uniquement une rangée de 10 éléments (en orange).

Des simulations de propagation d'onde dans un domaine poreux en appliquant des conditions de périodicité sur les bords ont été réalisées. Les profils de vitesse sont comparés sur la Figure 4.12 à ceux obtenus en appliquant des conditions de symétrie. L'utilisation des conditions périodiques entraîne une atténuation plus importante de

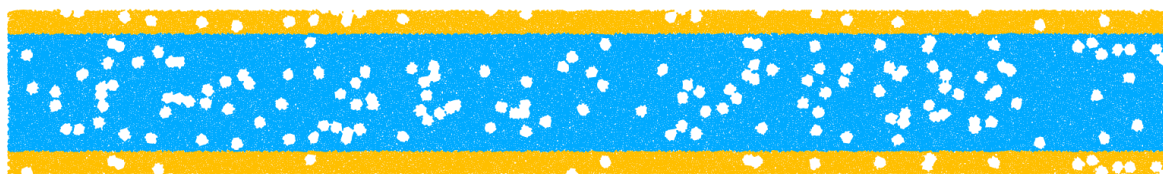


FIGURE 4.11 – Modèle discret d'un matériau poreux avec des conditions de périodicité, la zone utile en bleu est répliquée en orange en haut et en bas.

l'onde. La célérité est également plus faible. La Figure 4.13 montre dans le cas périodique que le champ V_y n'est pas nul sur les bords Y_{\min} et Y_{\max} contrairement au cas symétrique (cf. Figure 4.8). En effet, une onde se réfléchit sur un bord en condition de symétrie, tandis qu'elle est transmise à l'autre bord dans le cas d'un bord périodique.

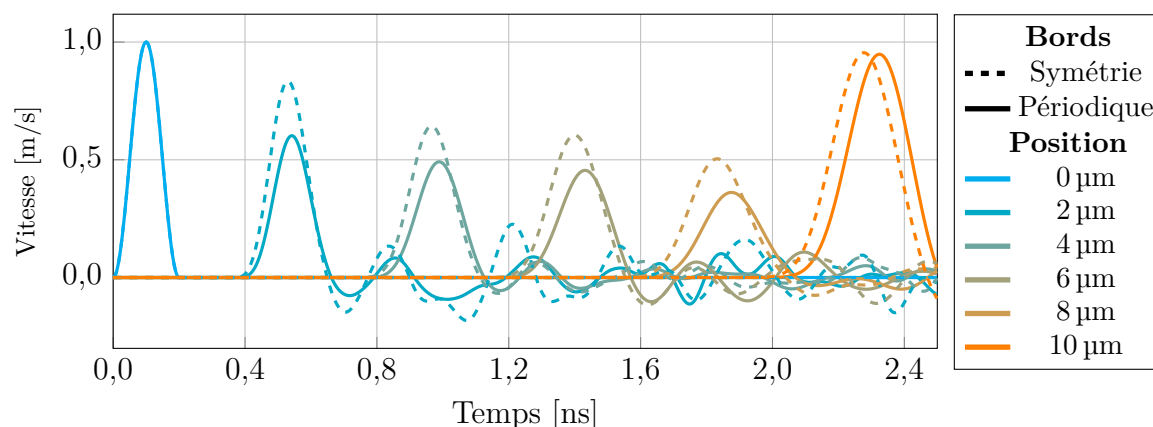


FIGURE 4.12 – Profils de vitesse dans un matériau poreux idéal ($\gamma = 5$, $p = 0,1$) et comparaison entre les conditions de périodicité et de symétrie.

Les conditions périodiques sont justifiées lorsque la microstructure est elle-même périodique. Dans le cas d'une microstructure non périodique, l'utilisation de telles conditions est très discutable, en particulier par rapport à des conditions de symétrie [202]. Les conditions périodiques ne semblent pas améliorer les résultats. De plus, la microstructure n'étant ni périodique ni symétrique, la condition de symétrie est retenue pour la suite des calculs.

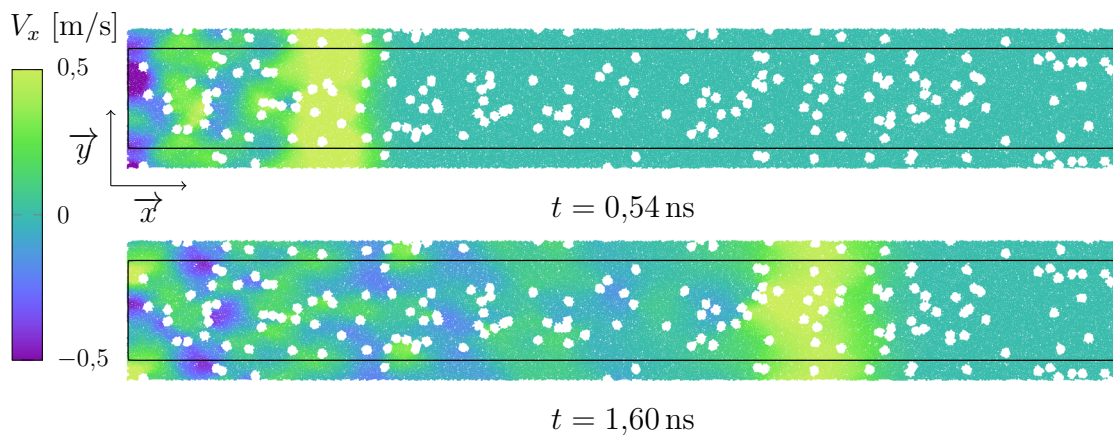
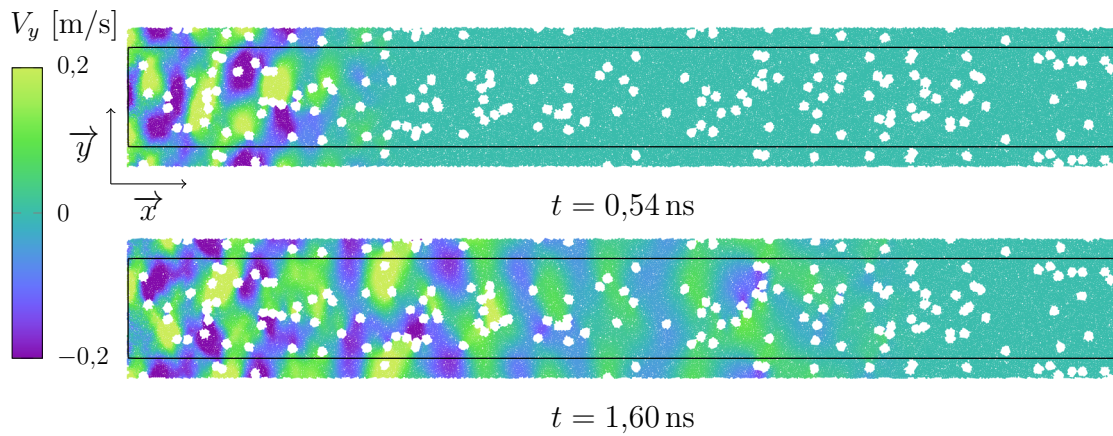
(a) Champs de vitesse V_x (b) Champs de vitesse V_y

FIGURE 4.13 – Champs de vitesse avec des conditions de périodicité ($\gamma = 5$, $p = 0,1$). La zone utile (en bleu sur la Figure 4.11) est encadrée en noir.

4.3 Comparaison à l'expérience de choc laser

Le choc laser est un moyen expérimental qui permet de caractériser le comportement dynamique des matériaux en créant une onde de compression par irradiation laser. Des travaux [302] ont montré que ce type de sollicitation est similaire à des impacts hyper-véloces de microparticules.

Après avoir présenté l'aspect expérimental, la réalisation des essais et l'analyse des résultats, une modélisation numérique des essais est mise en place. Le modèle doit reproduire toute l'épaisseur d'une cible dans laquelle des ondes de choc laser se propagent pour pouvoir être confronté aux résultats expérimentaux. Ceci n'est pas possible en trois dimensions, un modèle 2D est donc utilisé. Il est construit à partir d'images MEB et permet d'étudier en détail l'effet de la microstructure sur la propagation d'ondes de choc laser. Enfin, une comparaison qualitative des résultats expérimentaux et numériques est proposée.

4.3.1 Approche expérimentale

Cette section décrit le principe physique de l'essai de choc laser et la méthodologie employée pour caractériser des cibles de matériau 1 et 2 (*cf.* section 3.1.1). Ensuite, les résultats obtenus sont présentés et analysés, notamment du point de vue de la célérité des ondes.

4.3.1.1 Principe du choc laser

Il est possible de générer des ondes d'impulsion très brèves (quelques nanosecondes), en utilisant des lasers de puissance (*cf.* Figure 4.14). L'interaction d'un faisceau laser intense avec une cible conduit à l'ablation de la surface qui passe quasiment instantanément à l'état de plasma [303]. L'expansion, puis la détente du plasma, entraînent l'application d'un profil de pression instationnaire de l'ordre du gigapascal sur la cible au niveau du front d'ablation (interface plasma-solide). Une onde de compression se propage ensuite dans la cible et peut former sous certaines conditions une onde de choc [304, 305].

Le niveau de pression dans le matériau est corrélé à la vitesse matérielle. Lorsque l'onde arrive en face arrière, elle met en mouvement la surface libre. L'évolution de la vitesse au cours du temps est mesurée pour obtenir des informations sur la réponse du matériau « cible » face au chargement induit par choc laser. Ce type de chargement est plutôt bien connu dans des métaux comme l'aluminium, d'où le dépôt de couches sacrificielles en aluminium en face avant des cibles en céramique projetée plasma. Les vitesses de déformation peuvent atteindre 10^6 s^{-1} à 10^7 s^{-1} , ce qui permet d'étudier le

comportement des matériaux dans des régimes proches de ceux rencontrés au sein de la chambre d'expérience du laser mégajoule ou lors d'impacts hyper-véloces.

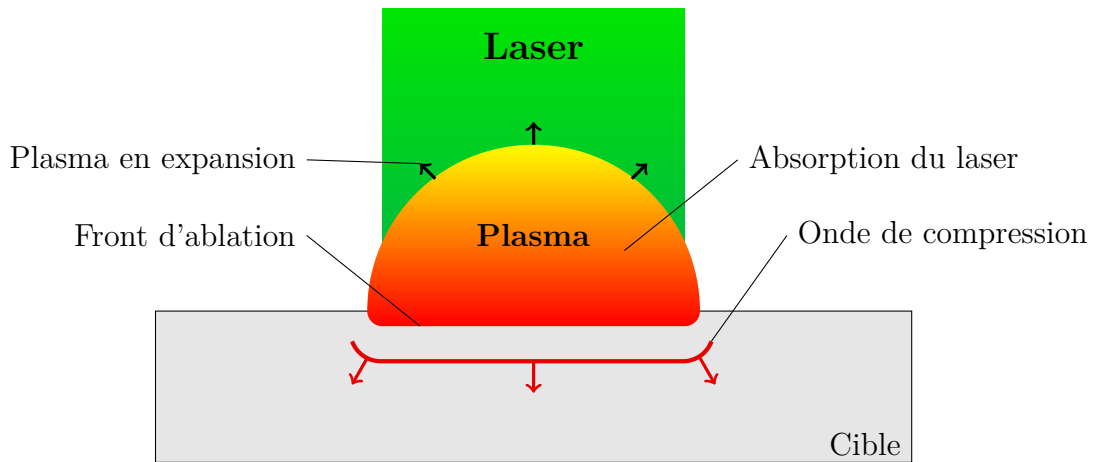
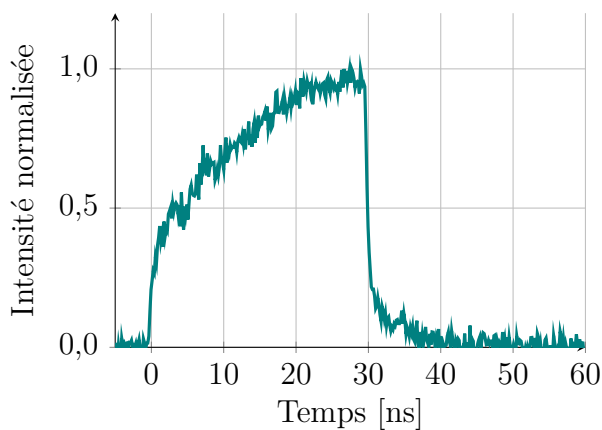


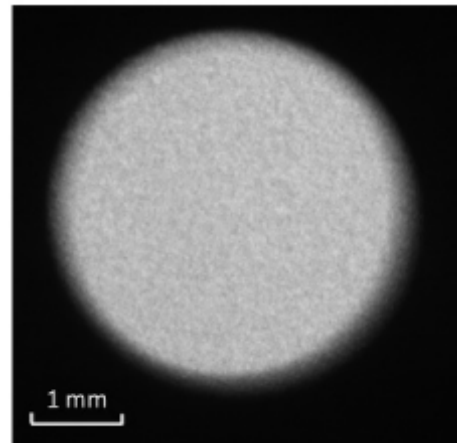
FIGURE 4.14 – Principe de génération d'une onde de compression par choc laser

4.3.1.2 Campagne expérimentale

Une campagne d'essais a été réalisée avec le Générateur de Choc Laser Transportable (GCLT) du CEA. La longueur d'onde du laser est de 1064 nm. Le profil temporel d'intensité laser est représenté sur la Figure 4.15a. Il a une forme trapézoïdale avec une durée de 30 ns. L'énergie laser des tirs est comprise entre 15 et 74 J.



(a) Profil temporel de l'intensité laser



(b) Tache focale en « top-hat » [306].

FIGURE 4.15 – Profil temporel et spatial de l'impulsion laser utilisée pour les essais

Les échantillons utilisés sont des disques de diamètre 40 mm et d'épaisseur 0,5 mm. Le substrat a été retiré après la projection plasma et une couche de 4,2 μm d'aluminium a été déposée en face avant des échantillons pour garantir une bonne absorption du laser. Il est possible de réaliser plusieurs tirs par échantillon, car le diamètre de la tâche

focale est de 5 mm (Figure 4.15b). L'intensité laser est relativement constante sur toute la surface de la tache focale (Figure 4.15b).

La vitesse en face arrière est mesurée par interférométrie Doppler laser grâce à un système *Velocity Interferometer System for Any Reflector (VISAR)*. Une couche de 100 nm d'argent est déposée en face arrière de l'échantillon pour améliorer la réflectivité. Les données expérimentales pour chaque tir sont constituées des profils d'intensité laser et les profils de vitesses mesurés en surface libre des échantillons.

4.3.1.3 Résultats

Au total, plus de 40 tirs ont été réalisés sur des cibles d'aluminium, de matériau 1 et de matériau 2. Uniquement une partie des résultats sur les matériaux 1 et 2 est présentée dans cette partie. L'objectif premier est d'observer l'effet de l'intensité laser et de la porosité sur la propagation des ondes. Il faut garder à l'esprit que des incertitudes de plus de 30 % sur les chargements appliqués sont possibles pour les tirs réalisés pendant cette campagne. Cela n'est pas gênant dans le cadre de ce travail prospectif, mais devra être réglé pour les prochaines campagnes expérimentales.

Concernant les matériaux 1 et 2, les taux de porosité sont calculés à partir du volume (V) et de la masse mesurée sur chaque échantillon. Le volume est calculé en supposant que les échantillons sont parfaitement cylindriques (bien que voilés) de diamètre (D) et d'épaisseur mesurée au centre (e) :

$$V = e \times \pi(D/2)^2. \quad (4.5)$$

Le taux de porosité est déduit de la masse volumique apparente (Eq. (1.1)) et les valeurs sont reportées dans le Tableau 4.4. Le matériau 2 est plus poreux que le matériau 1. Il y a une différence de porosité importante entre les deux échantillons de matériau 1 (38 %). Cela met en évidence la difficulté à réaliser des échantillons parfaitement identiques avec ces niveaux de porosité.

Mat.	Épaisseur [mm]	Masse [g]	Masse vol. [kg/m ³]	Porosité [%]
1	0,610	4,032	5260	13
1	0,640	3,932	4889	19
2	0,596	2,981	3980	34
2	0,575	2,934	4061	33

TABLEAU 4.4 – Mesure des taux de porosité des échantillons testés lors des tirs lasers.

Les signaux de vitesse mesurés en surface libre sont tracés sur les Figure 4.16 et 4.17. La Figure 4.16 montre la totalité des signaux pour les cas aux énergies maximales

et minimales du Mat1 et du Mat2. La Figure 4.17 présente uniquement le moment d'arrivée des ondes en face arrière des échantillons.

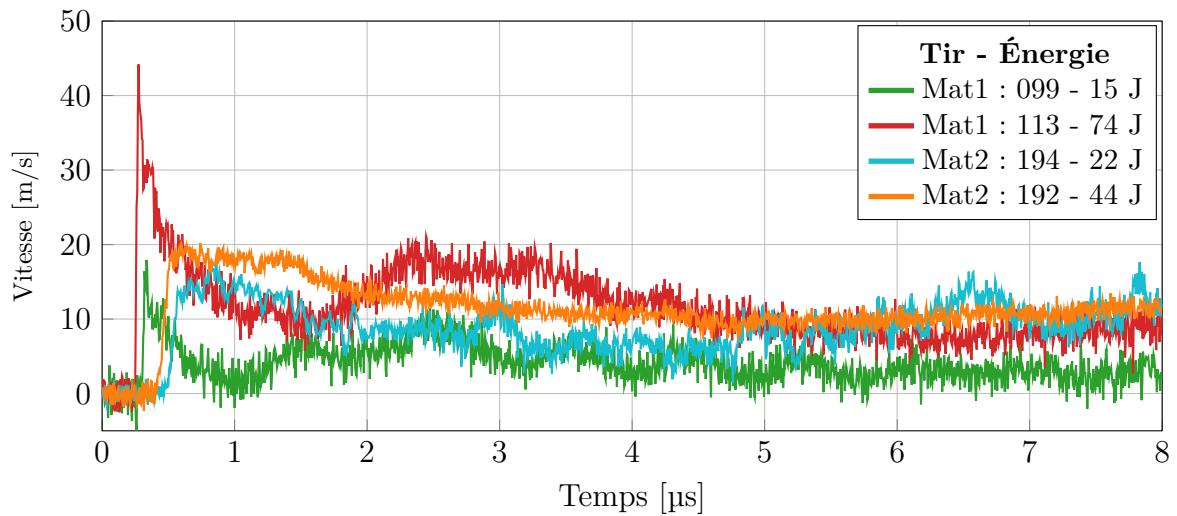


FIGURE 4.16 – Profils de vitesse en face arrière des échantillons (uniquement les cas extrêmes pour le Mat1 et le Mat2 sont représentés).

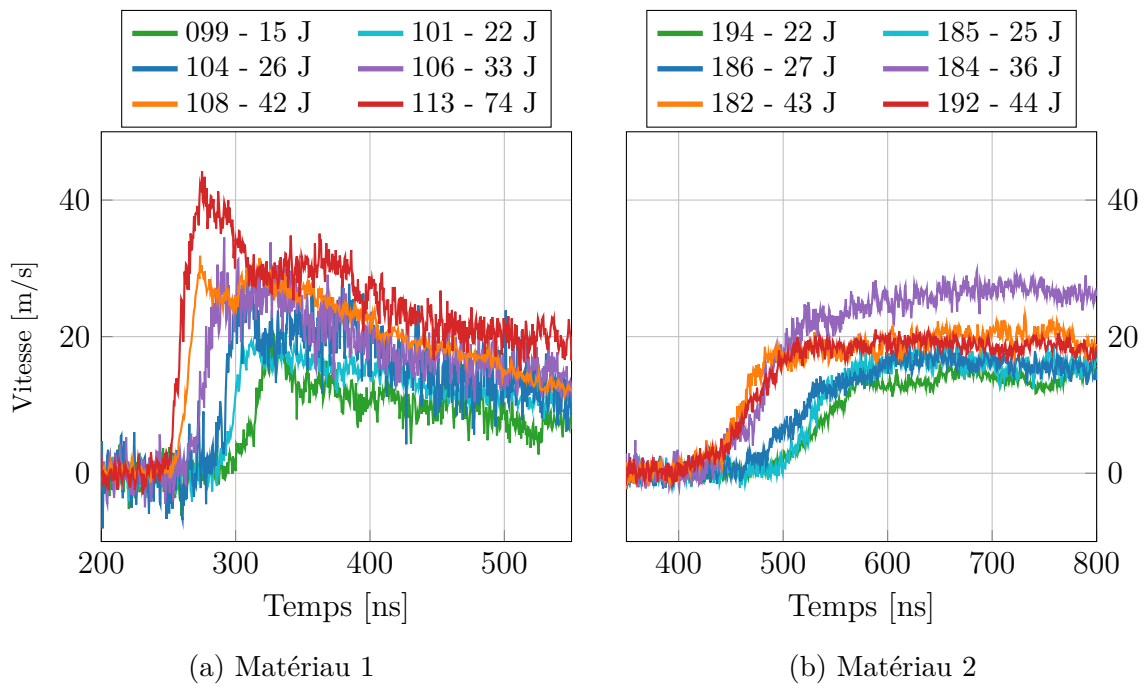


FIGURE 4.17 – Agrandissements sur le moment d'arrivée des ondes en face arrière des échantillons

La forme des signaux de vitesse présente une phase de montée jusqu'à une vitesse maximale, puis une phase de décélération se terminant quasiment par un plateau de vitesse. La phase de montée est bien plus raide pour le Mat1 que le Mat2. Il s'agit

probablement d'un premier effet des pores et fissures sur la propagation de l'onde. Nous remarquons également un décalage temporel significatif des profils de vitesse avec l'énergie laser (Figure 4.17). Ceci signifie que la célérité de l'onde de choc laser augmente lorsque l'intensité du chargement augmente. Cette évolution de la célérité est tracée la Figure 4.18.

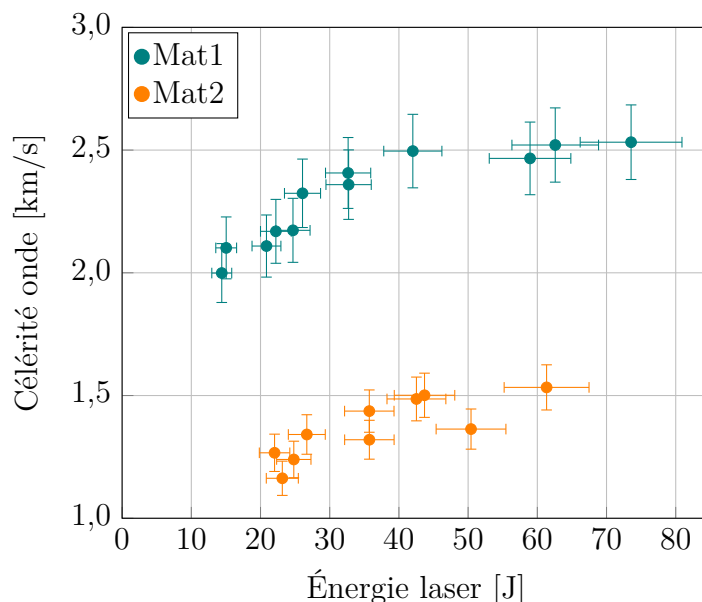


FIGURE 4.18 – Évolution de la célérité des ondes en fonction de l'énergie laser.

4.3.1.4 Analyse

La célérité des ondes est plus faible dans le Mat2, ce qui était attendu puisqu'il est plus poreux que le Mat1. Pour les deux matériaux, la célérité augmente avec l'énergie laser. Cette augmentation est probablement due à un comportement non linéaire de la céramique. Nous pensons que l'intensité des contraintes de compression appliquées influe sur la fermeture des fissures, ce qui rigidifie d'autant plus le matériau et favorise la propagation des ondes (*cf.* section 1.4.4.3). Pour des énergies supérieures à 40 J, la célérité atteint quasiment un plateau, en tout cas pour le matériau 1. Cela peut venir du fait qu'au-delà d'une certaine pression toutes les fissures sont fermées, ou bien la preuve d'un début d'endommagement en compression.

Les vitesses maximales augmentent linéairement avec l'énergie laser et sont du même niveau pour les deux matériaux. Il est difficile de comparer les capacités d'atténuation au choc laser des matériaux 1 et 2 à partir des niveaux de vitesse maximale. Lors de précédentes études sur des mousses polymères [188], il a été mis en évidence que seule une onde *précurseur élastique* se propageait dans le matériau poreux sous choc laser. Son niveau était le même quelle que soit l'intensité du choc laser. La nécessité

d'augmenter l'épaisseur de la couche sacrificielle a aussi été mis en évidence pour éviter une interaction de l'onde de compression avec le matériau poreux pendant la phase de formation et d'expansion du plasma. Tous ces éléments tendent à montrer que le travail d'analyse ne fait que commencer et devra être poursuivi après la fin de cette thèse.

4.3.2 Développement du modèle numérique

L'étude numérique n'est effectuée que sur le matériau 1. Cette section décrit la méthode utilisée pour générer le modèle discret 2D représentant la microstructure. Ensuite, le protocole de simulation des chocs lasers est décrit dans un second temps.

4.3.2.1 Acquisition de la microstructure

Un échantillon sain et poli de Mat1 est utilisé pour caractériser la microstructure dans toute l'épaisseur d'une cible. Des images sont obtenues au **MEB** à un grossissement de 1270 et une résolution de 65 nm par pixel. Sept images de 100 μm par 65 μm sont prises à différentes positions dans l'épaisseur avec un chevauchement de 15 %. Elles sont ensuite assemblées automatiquement (*Stitching* dans ImageJ), afin de reconstruire une image de la totalité de l'épaisseur de la cible (Figure 4.19). Les extrémités sont écartées du domaine d'étude (zone en tiret rouge) pour avoir des faces avant et arrière planes. L'échantillon est sensiblement moins épais (536 μm) que les cibles utilisées dans la campagne expérimentale ($\sim 600 \mu\text{m}$), ce qui est gênant pour effectuer des comparaisons avec les profils de vitesse mesurés. Notre objectif sera plutôt de vérifier que notre modèle numérique reproduit bien les tendances observées expérimentalement.

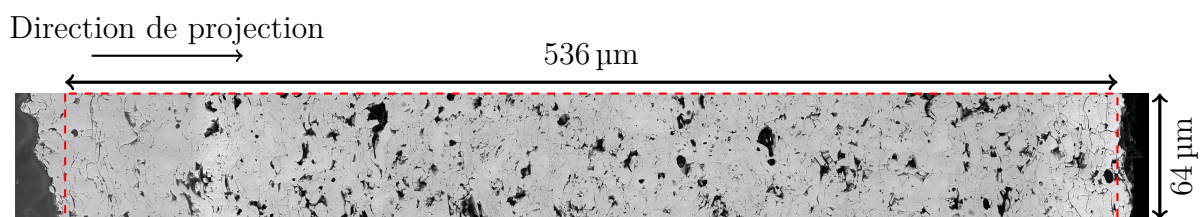


FIGURE 4.19 – Observation **MEB** de toute l'épaisseur d'un revêtement, la zone conservée pour construire le modèle est encadrée en tirets rouges.

4.3.2.2 Modélisation de la microstructure

La zone d'intérêt obtenue au **MEB** (*cf.* Figure 4.19) a une dimension de $8244 \times 987 \text{ px}^2$. Ainsi, même dans ce cas 2D, l'utilisation d'éléments de la taille des pixels est inenvisageable, car cela nécessiterait au moins 8 millions d'éléments. La discrétisation est effectuée selon la méthode décrite au chapitre 3, avec des étapes de traitement

d'images en moins. Le traitement d'images consiste uniquement à utiliser un filtre **NLM** pour supprimer le bruit. Ensuite, la binarisation est réalisée avec l'algorithme automatique *Weka* [268] qui s'est révélé très robuste en présence de variations d'intensités lumineuses importantes dans les images. En effet, elles n'ont pas pu être suffisamment corrigées avec les techniques classiques d'homogénéisation de l'intensité pour permettre une bonne segmentation avec un seuil en niveau de gris. L'image binarisée présente un taux de porosité total de 23,5 %, les pores représentant 10,8 % et les fissures 12,7 %. Un **ES** de rayon 5 px est utilisé pour séparer les pores des fissures. Le résultat est présenté sur la Figure 4.20 avec les pores en noir et les fissures en rouge.

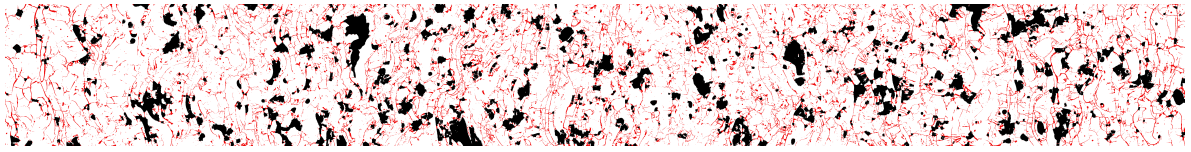


FIGURE 4.20 – Détection des pores (noir) et fissures (rouge) de la micrographie (Figure 4.19).

Un domaine discret 2D aux dimensions de l'image est généré avec une taille d'éléments ayant un rayon moyen de 5 px (soit 0,325 μm). Les paramètres sont regroupés dans le Tableau 4.5.

Génération					Résultats	
L_x [μm]	L_y [μm]	R_{DE} [μm]	C_{fill}	C_{bond}	N_{DE}	N_B
536	65	0,325	4	6	88 016	261 844

TABLEAU 4.5 – Caractéristiques du domaine discret pour reproduire un échantillon de Mat1.

Les paramètres microscopiques (Tableau 4.6) sont calibrés en réalisant un essai numérique de traction uniaxiale sur le domaine dense. Les propriétés élastiques macroscopiques mesurées sont résumées dans le Tableau 4.7. Une raideur de contact entre les éléments non liés par un lien doit être sélectionnée. Elle est fixée par la raideur moyenne des *Beams* en traction K_B (Annexe F). Un critère de fissuration basé sur la contrainte équivalente de Rankine (σ_μ^R) est utilisé pour activer la fissuration. Lorsque la contrainte d'une poutre σ_μ^R dépasse la valeur seuil σ_μ^{\max} , la poutre est supprimée. Les modes de traction, flexion et torsion interviennent dans le calcul de σ_μ^R , mais aucune rupture en compression n'est possible (Annexe F).

Les paramètres macroscopiques obtenus après la calibration (Tableau 4.7) ne correspondent pas exactement à la **YSZ** dense ($E = 223$ GPa, $\nu = 0,29$ et $\rho = 6060$ kg/m³). Ceci n'a pas d'effet néfaste sur les résultats, car le modèle est utilisé uniquement pour obtenir des résultats qualitatifs.

4.3. COMPARAISON À L'EXPÉRIENCE DE CHOC LASER

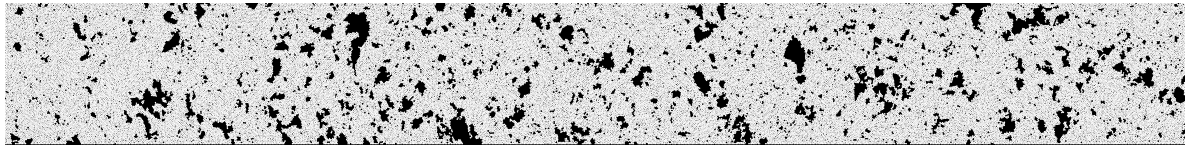
Liens				Éléments	Contact
E_μ [GPa]	ν_μ [-]	\tilde{r} [-]	σ_μ^{\max} [GPa]	ρ_μ [kg/m ³]	K_B [N/m]
22 000	0,3	0,1	100	10 706	$1,125 \times 10^5$

TABLEAU 4.6 – Paramètres microscopique du modèle 2D de choc laser.

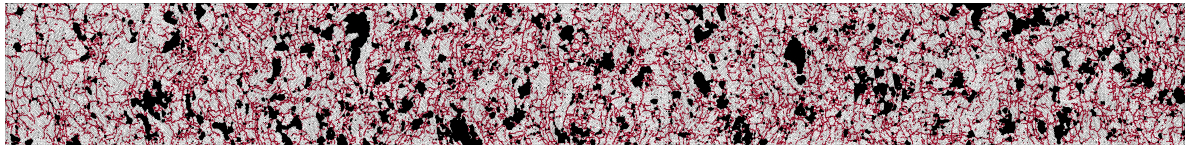
E'_m [GPa]	ν'_m [-]	E_m [GPa]	ν_m [-]	ρ_m [kg/m ³]
193	0,33	181	0,25	6000

TABLEAU 4.7 – Paramètres macroscopiques équivalent.

Les Figure 4.21 et 4.22 montrent respectivement les éléments et les liens du modèle discret. Les liens rouges sont ceux qui intersectent une fissure et qui sont donc modélisés avec des **CB** tandis que les liens blancs sont des *Beams* classiques.

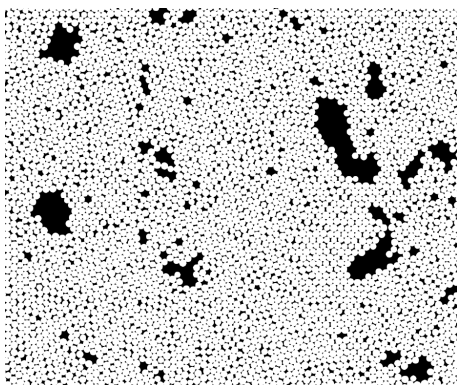


(a) Éléments discrets

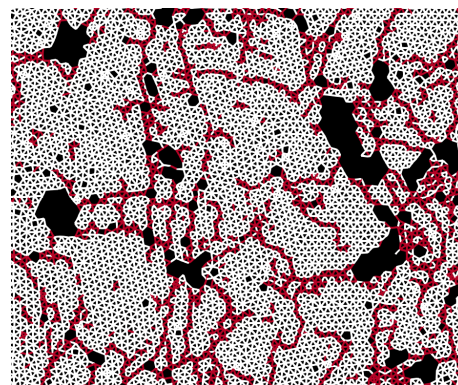


(b) Liens

FIGURE 4.21 – Modèle discret d'une cible de Mat1.



(a) Éléments discrets



(b) Liens

FIGURE 4.22 – Agrandissement de la Figure 4.21.

Pour étudier en détail les effets de la microstructure sur la propagation des ondes générées par choc laser, plusieurs modèles de la microstructure sont considérés :

- (1) Matériau **dense** sans pores ni fissures,
- (2) Matériau avec **seulement les pores** (P) sans fissure,
- (3) Matériau avec les pores et les **fissures fermées** (P & $F_{T=0}$), *ie.* avec une épaisseur nulle ($T = 0$),
- (4) Matériau avec les pores et les **fissures ouvertes** ($P + F_{T \geq 0}$), l'épaisseur est calculée avec la méthode T_2 décrite en section 3.4.3.3.2,
- (5) Matériau (4) pouvant en plus **se fissurer** (σ_μ^{\max}) : une valeur de 100 GPa est utilisée comme seuil d'endommagement microscopique. Cette valeur n'a pas été calibrée pour correspondre à une valeur macroscopique, l'objectif étant uniquement d'observer l'effet de la fissuration sur les tendances en célérité et vitesse maximale.

4.3.2.3 Application d'un chargement par onde de choc laser

4.3.2.3.1 Détermination de la pression d'ablation

Afin de simuler les essais, il faut connaître le chargement appliqué en face avant des cibles. Comme évoqué précédemment, il est déterminé par la simulation avec le code 1D d'interaction laser-matière ESTHER [307] développé par le CEA. Les données d'entrée sont les profils d'intensités lasers mesurés lors de chaque tir et les caractéristiques physiques de l'aluminium. En effet, il n'y a pas d'interaction du laser avec la céramique, car l'interaction laser-matière intervient principalement dans la couche d'aluminium déposée en face avant. La zircone projetée plasma est modélisée comme un matériau homogène, avec la densité apparente indiquée dans le Tableau 4.4 et un comportement élastique linéaire déterminé à partir du taux de porosité. Pour chaque tir, la pression d'ablation au niveau de l'interface plasma-cible est extraite² et est tracée sur la Figure 4.23. Plus l'énergie laser est élevée, plus le plasma se forme rapidement. Une fois que le plasma est généré, la pression augmente rapidement (0,1 à 0,3 ns) jusqu'à atteindre un premier pic. La détente du plasma fait chuter rapidement la pression jusqu'à un plateau dont la durée est celle du pulse laser, à savoir 30 ns. La pression diminue ensuite progressivement jusqu'à la pression atmosphérique au bout d'une centaine de nanosecondes.

2. Le critère d'inversion de la vitesse matérielle est utilisé (*cf.* [308, p. 108]).

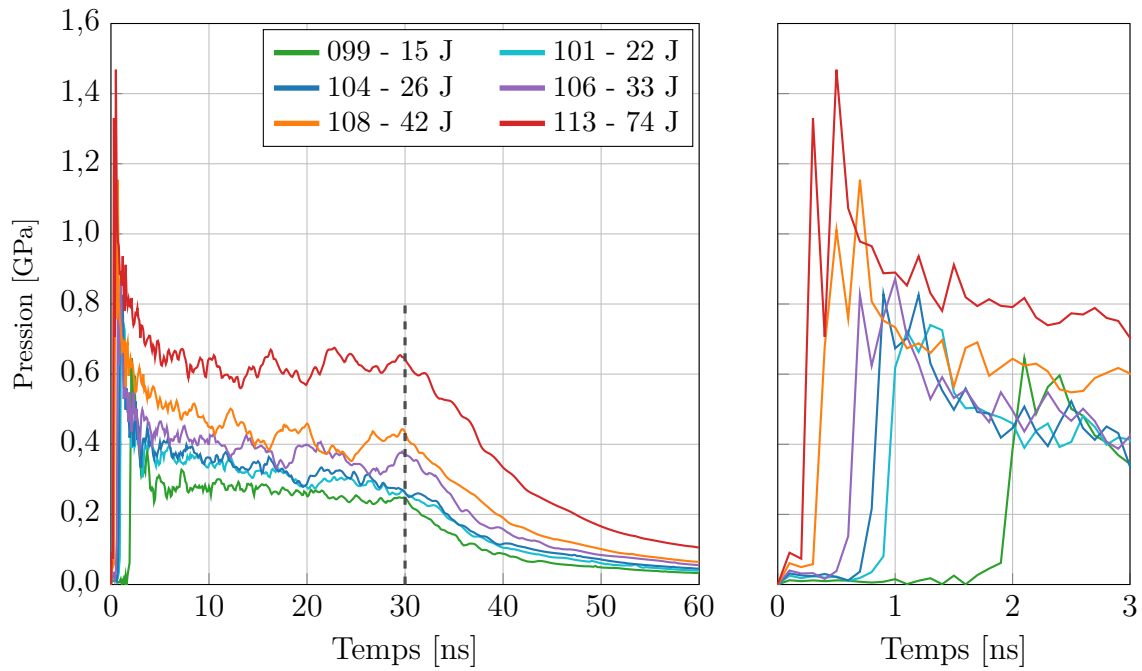


FIGURE 4.23 – Profils de pression d’ablation calculés pour le matériau 1 - Agrandissement sur les profils entre 0 et 3 ns.

Tir	Énergie laser [J]	Pression max. [MPa]	Pression moyenne (0-30 ns) [MPa]
99	15,04	646	260
101	22,22	740	325
104	24,69	829	343
106	32,66	872	395
108	42,01	1154	463
113	73,55	1468	651

TABLEAU 4.8 – Récapitulatif des pressions d’ablations maximale et moyenne sur la durée du pulse, calculées pour les tirs lasers sur le Mat1.

4.3.2.3.2 Conditions aux limites

L’application du chargement et les conditions aux limites sont décrites sur la Figure 4.24. Des conditions de symétrie sont appliquées sur les frontières latérales. Pour appliquer le chargement impulsionnel en pression (P_{abla}), une même force est imposée sur les N_{DE}^{avt} éléments en contact avec la face avant. Cette force est calculée suivant :

$$F_{abla}(t) = \frac{P_{abla}(t) \times L_y \times L_z}{N_{DE}^{avt}}, \quad (4.6)$$

où L_y est la dimension suivant \vec{y} et $L_z = 2R_{DE}$ est la dimension suivant \vec{z} .

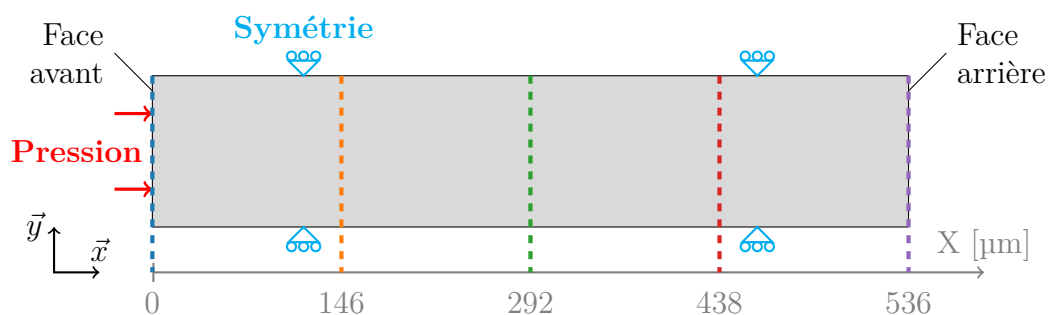


FIGURE 4.24 – Schéma des conditions initiales et aux limites pour les simulations de chocs lasers.

4.3.3 Simulation des expériences de choc laser

4.3.3.1 Analyse des profils de vitesse

Les tirs lasers sont simulés sur les différents modèles décrits dans la section 4.3.2.2. Les Figure 4.25 et 4.26 présentent les profils de vitesse calculés à plusieurs positions dans l'épaisseur pour les tirs 99 et 113. Il s'agit des tirs de plus faible (15 J) et de plus forte énergie (74 J), avec des pressions d'ablation moyenne respectives de 260 MPa et 650 MPa. Ces deux simulations sont effectuées avec le modèle (4) : les pores et les fissures (avec leurs épaisseurs) sont représentés, mais il n'y a **pas de fissuration** au cours de l'essai (*ie.* $\sigma_{\mu}^{\max} = +\infty$).

Dans le cas du tir 99, l'onde met 455 ns pour parcourir les 536 μm , soit une célérité estimée à 1178 m/s (*cf.* section 4.1.3). Pour le tir 113, la célérité est plus importante avec une valeur d'environ 1650 m/s. Il y a bien une augmentation de la célérité avec l'augmentation de l'intensité du chargement.

Pour les deux simulations, la vitesse matérielle diminue sensiblement entre la face avant (courbes bleues) et la face arrière (courbes violettes). Comme cette vitesse matérielle est directement liée à la contrainte appliquée, les simulations prédisent une atténuation de l'onde de compression. La diminution de vitesse est assez rapide puisque la vitesse maximale au centre de la cible est cinq fois plus faible qu'en face avant. Dans la deuxième moitié de la cible, la vitesse maximale reste constante, puis elle augmente en face arrière à cause de la réflexion de l'onde en surface libre.

Le profil de l'onde est aussi modifié durant sa propagation. En effet, l'accélération est très importante au niveau de la face avant, puis elle diminue au cours de la propagation pour former une rampe. Cet étalement n'est pas dû à un phénomène de diffusion numérique, mais bien à la présence de pores et fissures dans le matériau. Ceci est vérifié en réalisant une simulation sur un matériau dense (Figure 4.27) où aucune diffusion numérique n'est observée. Dans ces simulations, le facteur de diffusion numérique α

vaut 9, ce qui est suffisant d'après les résultats obtenus en section 4.1.4.

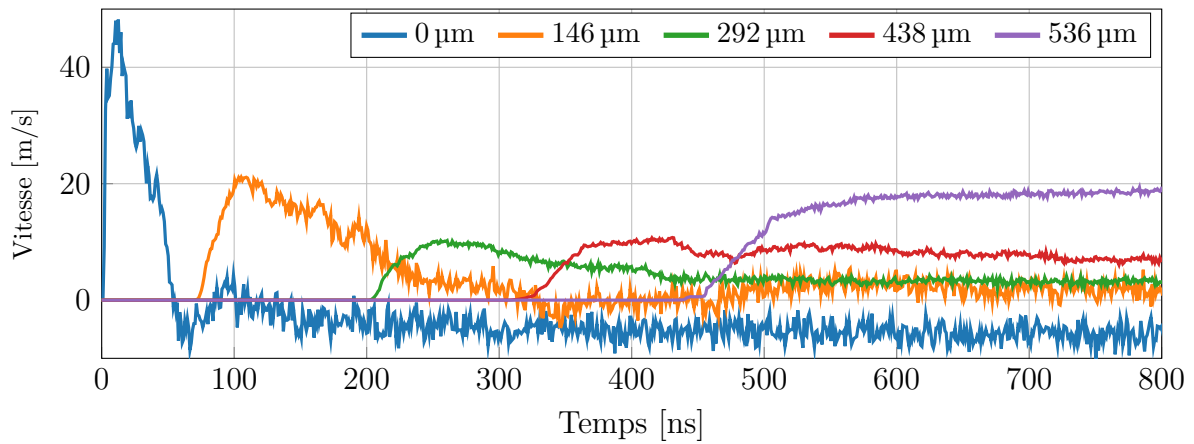


FIGURE 4.25 – Simulation du tir laser 99

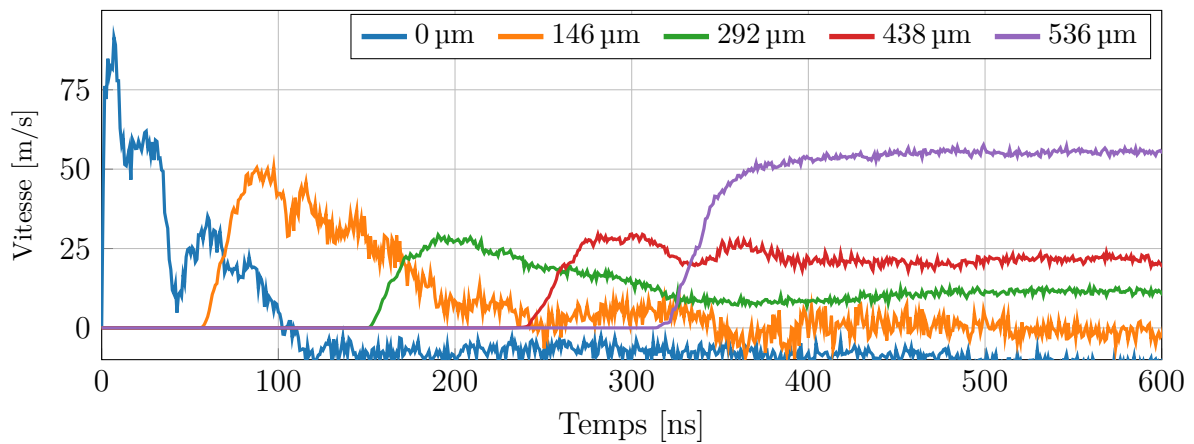


FIGURE 4.26 – Simulation du tir laser 113

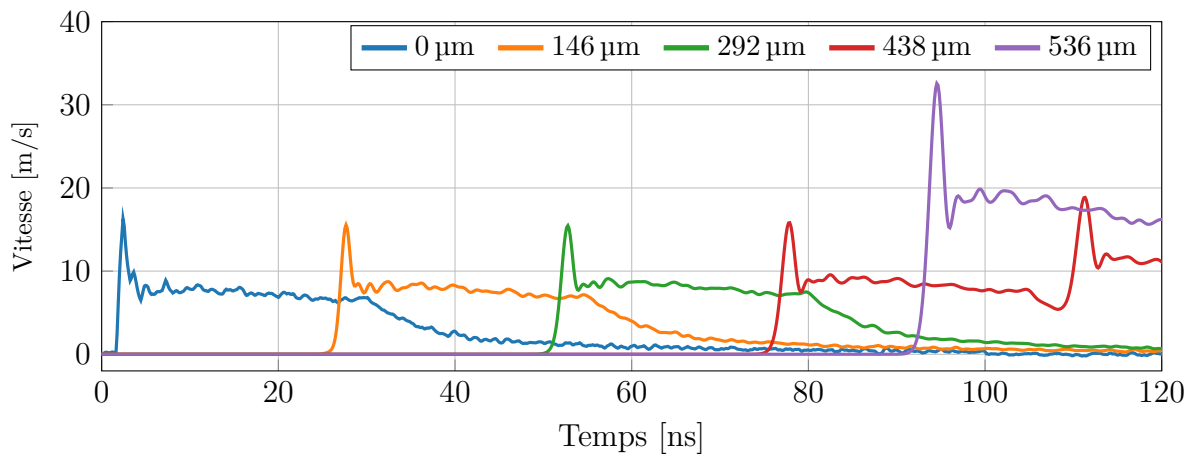


FIGURE 4.27 – Simulation du tir laser 99 dans un matériau dense.

L'étalement de l'onde est également visible sur la Figure 4.28 qui montre le champ de vitesse suivant \vec{x} pour le tir 99. L'onde contourne les pores et les fissures pour se propager dans les parties solides. Une partie des fissures se ferme au passage de l'onde de compression (Figure 4.29), ce qui contribue à accélérer la propagation en créant de nouveaux « chemins » de propagation pour l'onde. Le nombre de fissures refermées augmente avec l'intensité de l'onde de choc.

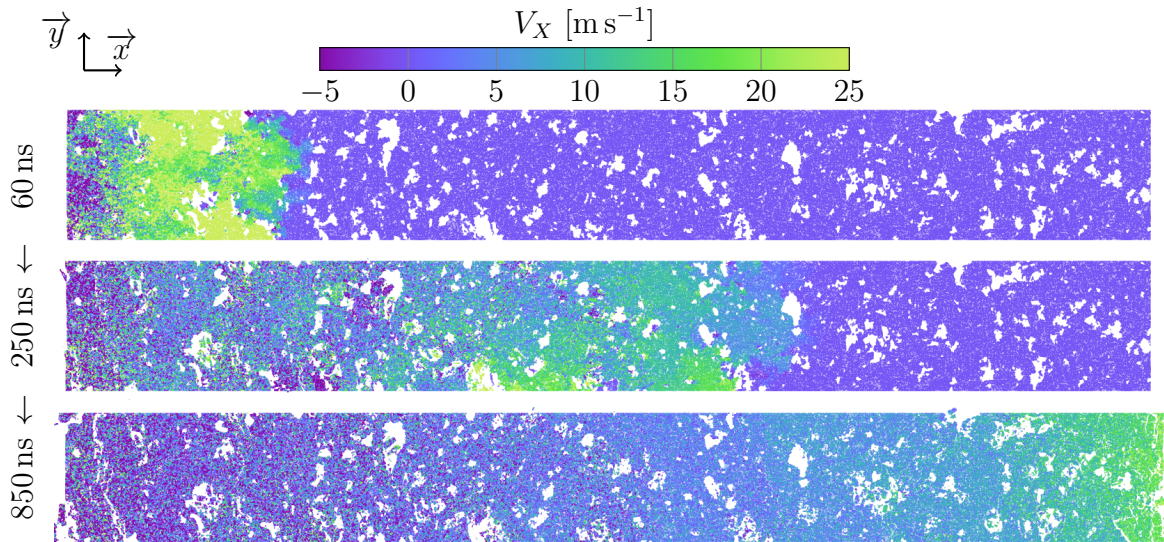


FIGURE 4.28 – Simulation du tir 99 : composante \vec{x} du champ de vitesse.

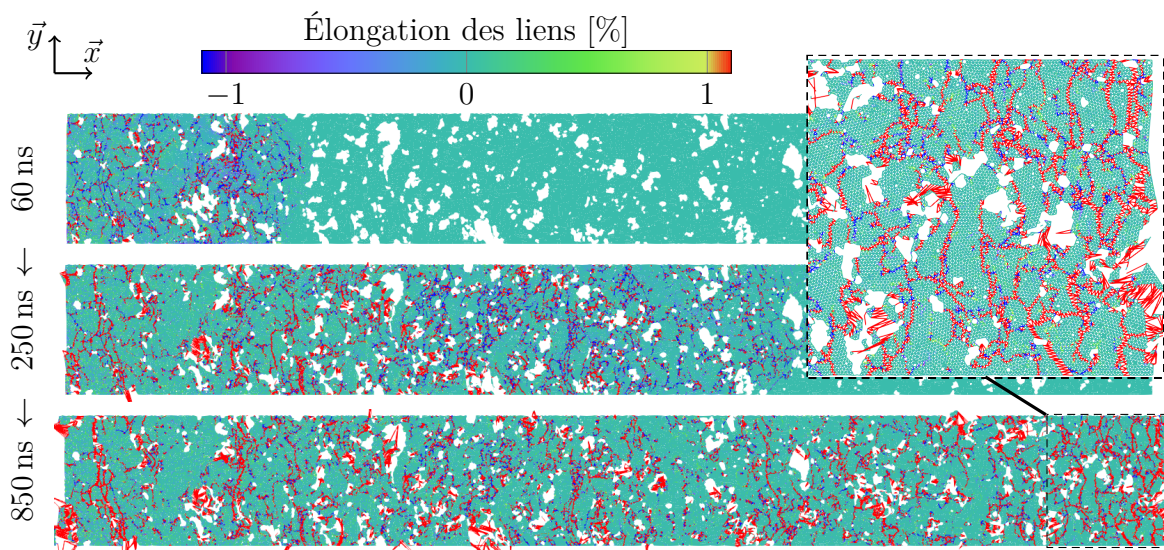


FIGURE 4.29 – Simulation du tir 99 : visualisation de l'élongation des liens et agrandissement de la face arrière à $t = 850$ ns.

L'échelle de couleur permet de distinguer les *Beams*, des *Contact-Beam* et les fermetures et ouvertures des fissures. En effet, pour cette simulation, l'élongation des *Beams* reste bornée entre -1% et $+1\%$ du fait de leur raideur importante. Au contraire, les **CB** qui représentent les fissures initiales peuvent atteindre des niveaux d'élongation importantes, car elles n'ont pas de raideur en traction et ni en compression tant que la fissure n'est pas fermée. Ainsi, une compression importante (en bleu) indique une fissure qui se ferme et une élongation importante (en rouge) indique une fissure qui s'ouvre. Le passage de l'onde de compression, à 60 ns et 250 ns, a tendance à fermer les fissures. Derrière l'onde (sur la partie gauche à 250 ns) et dans tout le revêtement à 850 ns, les fissures ont tendance à s'ouvrir.

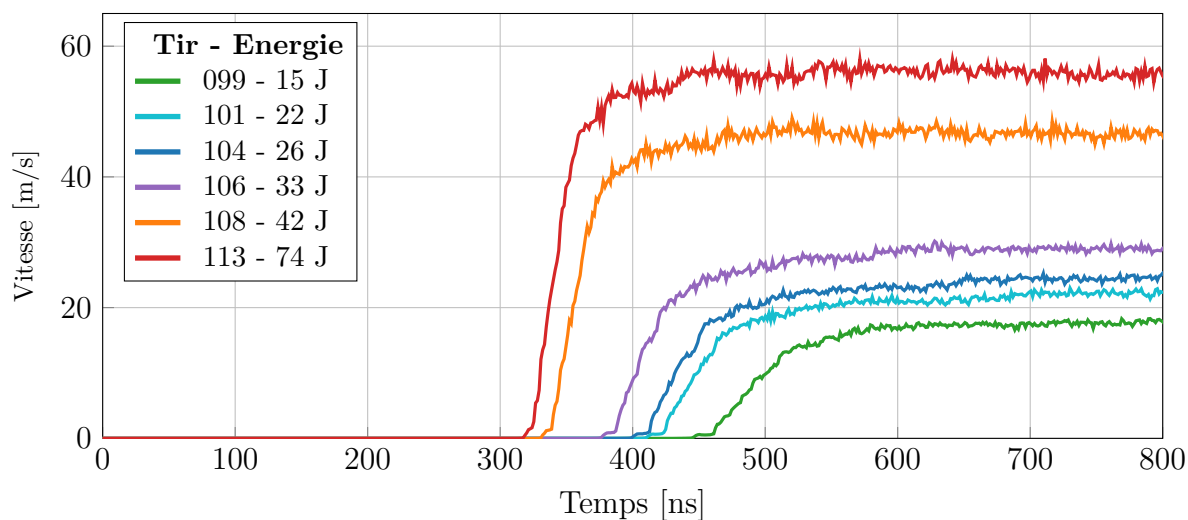
La Figure 4.30 montre les profils de vitesse calculés (a) et mesurés (b) pour tous les tirs lasers réalisés sur Mat1. Comme observé expérimentalement, les simulations prévoient une modification importante de la célérité de l'onde et de la phase de montée en vitesse avec l'intensité du chargement. La pente est aussi plus raide lorsque l'énergie est plus importante.

Les profils de vitesse numériques et expérimentaux ne sont comparés que qualitativement. En effet, il y a plusieurs différences importantes entre les essais expérimentaux et les simulations :

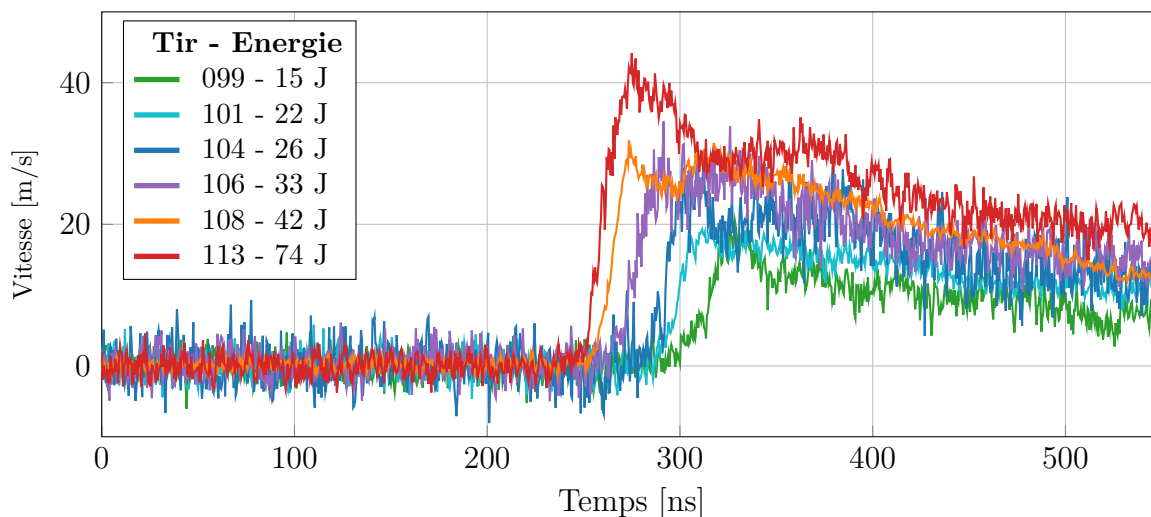
- Le matériau est modélisé en 2D ce qui sous-estime les raideurs, car dans le modèle les fissures ont une dimension infinie suivant \vec{z} ce qui n'est pas le cas en réalité,
- La calibration des propriétés du matériau numérique dense est incomplète, le module est plus faible que celui du matériau réel,
- L'épaisseur de la cible numérique ($536\ \mu\text{m}$) est plus faible que celle de la cible utilisée pour les essais expérimentaux ($610\ \mu\text{m}$).

Les forme des profils de vitesse mesurés et calculés, sont comparées sur la Figure 4.31, pour les tirs 99 et 113. Pour cette comparaison, les profils de vitesse expérimentaux (en tiret) sont décalés de 155 ns pour le tir 99 et de 70 ns pour le tir 113. Pour le tir 99, la pente du profil calculé est légèrement plus faible que celle mesurée, mais les vitesses maximales atteintes sont équivalentes. Pour le tir 113, les pentes des profils de vitesse mesurés et calculés sont identiques, mais la vitesse maximale est un peu plus élevée dans le calcul que dans l'expérience.

Les profils de vitesse numériques présentent un plateau après avoir atteint le maximum de vitesse. En théorie, lorsqu'une onde se réfléchit parfaitement en face arrière, la vitesse revient à 0, si aucun endommagement n'est activé durant le tir. Lors de l'activation d'un écaillage, une décroissance est généralement observée suivie d'une première remontée de la vitesse avant des oscillations dues aux allers-retours dans l'écaillage (*cf.* section 1.5.2.2). Ces types de profils de vitesse ne sont pas vraiment observés expérimentalement.



(a) Simulations numériques



(b) Mesures expérimentales

FIGURE 4.30 – Vitesse en face arrière sur le Mat1 pour différentes énergies lasers.

talement. Une réponse intermédiaire avec l'ouverture de quelques fissures sans écaillage est probable. Le plateau de vitesse obtenu avec les simulations s'explique par la présence de fissures traversant complètement la section de l'échantillon à l'état initial (cf. Figure 4.22). Il s'agit d'un défaut imputable à la représentation 2D d'une microstructure 3D. La Figure 4.29 propose un zoom de la face arrière pour le tir 99. La résistance en traction de la face arrière de l'échantillon est nulle, car les éléments ne sont pas retenus par des liens au reste de l'échantillon. Les fissures s'ouvrent totalement, ce qui conduit à l'éjection de débris, bien que le critère de fissuration (création de nouvelles fissures) ne soit pas activé. Les débris ont ensuite une vitesse constante, d'où les plateaux observés sur les signaux numériques.

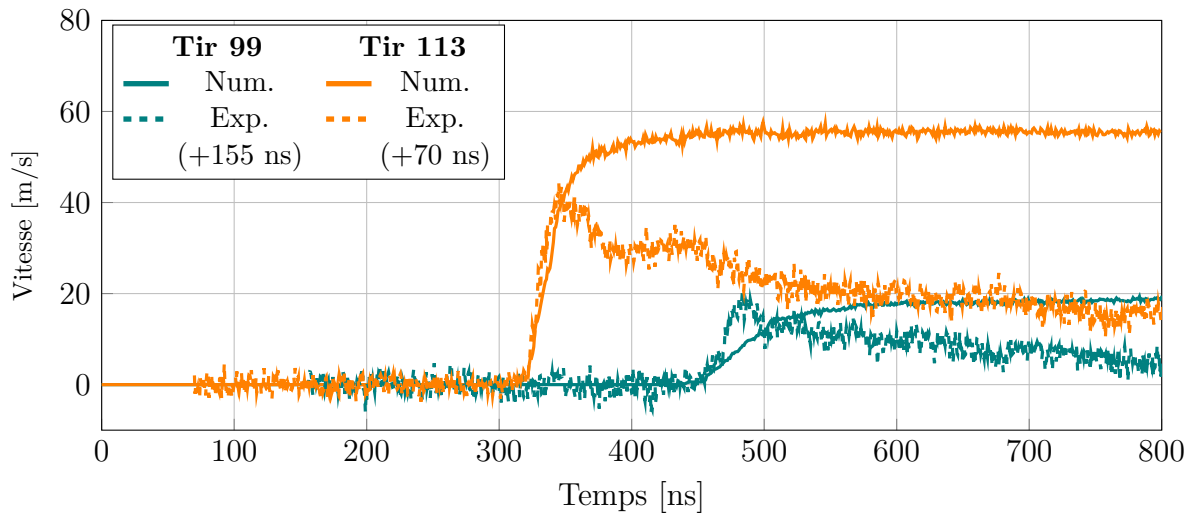


FIGURE 4.31 – Comparaison simulation/expérience des profils de vitesse en face arrière pour les tirs 99 et 113.

4.3.3.2 Influence de la porosité sur la célérité de l'onde

Pour analyser le rôle des pores et des fissures sur les mécanismes de propagation d'onde, nous avons comparé les célérités d'ondes obtenues avec les différents modèles discrets décrits dans la section précédente. Les résultats sont présentés sur la Figure 4.32.

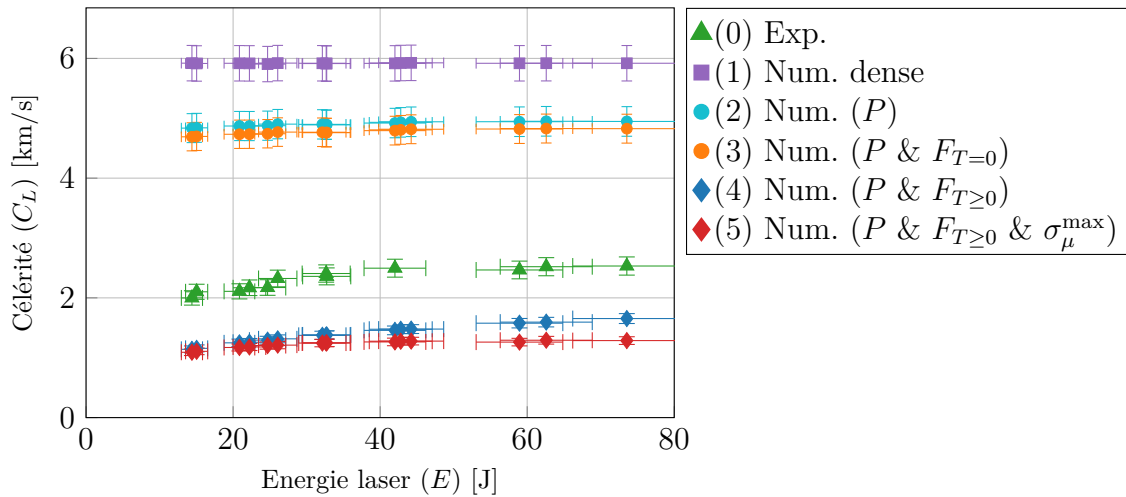


FIGURE 4.32 – Célérité en fonction de l'énergie laser

Dans l'hypothèse d'un matériau dense (1), la célérité est constante et elle vaut 5,92 km/s, ce qui correspond bien à la valeur théorique de 5,96 km/s.

La modélisation des pores (2) entraîne des célérités plus faibles par rapport au matériau dense. La célérité des ondes augmente légèrement avec l'énergie de 4,84 à 4,95 km/s. Le modèle de Zhao (Eq. (1.24)) donne une valeur de 5,27 km/s pour un taux de porosité de 10,8 %. Cette différence peut s'expliquer par la forme des pores qui ne sont pas

parfaitement sphériques, leur dimension suivant la section (\vec{y}) est plus importante que suivant la direction de propagation de l'onde (\vec{x}), ils contribuent au ralentissement de l'onde.

L'ajout de fissures fermées (*ie.* sans épaisseur) en plus des pores (3) donne des valeurs légèrement plus faibles : de 4,70 à 4,83 km/s. Les fissures fermées ont peu d'effet sur la célérité, car elles n'empêchent pas la propagation des ondes de compression.

La modélisation de l'épaisseur des fissures (4) réduit significativement la célérité des ondes. En effet, elles doivent se fermer pour permettre à l'onde de se propager. De plus, la célérité augmente de manière importante (+42 %) avec l'énergie laser de 1,16 à 1,65 km/s.

Enfin, l'activation de la fissuration (5) diminue légèrement la célérité aux hautes énergies avec une valeur maximale de 1,28 km/s.

La célérité de l'onde est sous-estimée avec le modèle complet (5). Les écarts sont de -42 % pour le tir 99 et de -35 % pour le tir 113. Ceci était attendu, car la représentation 2D de la microstructure sous-estime inévitablement la rigidité du matériau.

Pour comparer l'évolution de la célérité en fonction de l'énergie laser entre tous les modèles Figure 4.33, les célérités (C_L) sont normalisées avec la célérité à la plus faible énergie :

$$\overline{C_L^{(i)}}(E) = \frac{C_L^{(i)}(E)}{C_L^{(i)}(E = 14J)}, \quad (4.7)$$

où (i) désigne le numéro du cas.

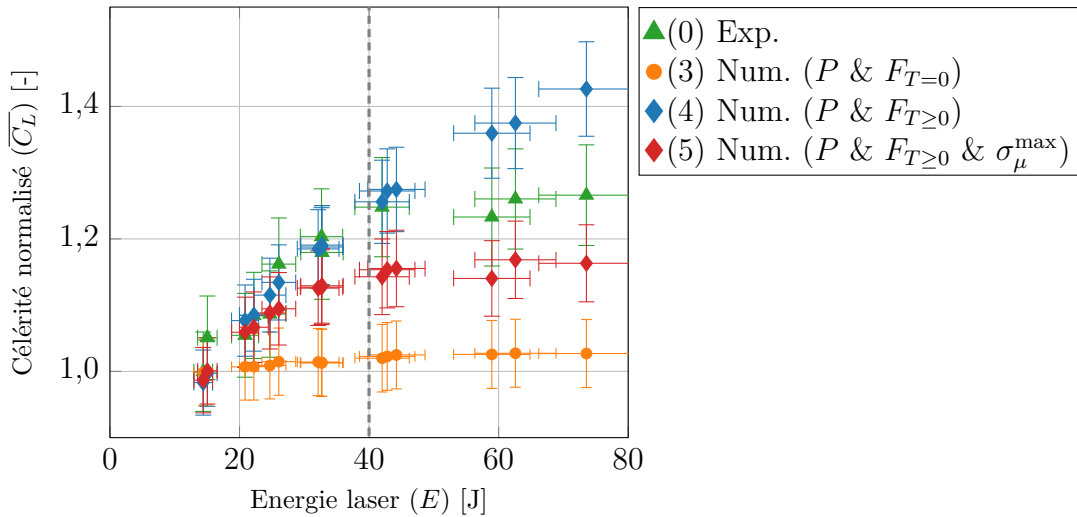


FIGURE 4.33 – Célérité normalisée en fonction de l'énergie laser.

Lorsque les fissures ont des épaisseurs nulles (2), la célérité de l'onde est indépendante de l'énergie laser. La prise en compte de l'épaisseur des fissures (3) permet de reproduire l'augmentation de la célérité observée expérimentalement. Cependant, elle conti-

nue d'augmenter aussi pour les énergies supérieures à 40 J. L'activation de la fissuration (4) conduit à une stabilisation de la célérité pour les tirs lasers de plus forte intensité, comme observé expérimentalement. L'endommagement s'intensifie avec l'intensité de l'onde de choc.

La Figure 4.34 montre l'évolution de cette fissuration dans le cas du tir 113 avec $\sigma_{\mu}^{\max} = 400$ GPa. Les *Beams* sont représentées en bleu, les CB qui représentent les fissures initiales sont en vert et les liens cassés au cours de l'essai sont représentés en rouge. L'endommagement est principalement localisé proche de la face avant, c'est-à-dire dans la zone des contraintes maximales (la vitesse matérielle est liée au niveau de contrainte). Comme l'intensité de l'onde diminue au cours de sa propagation par réflexion sur les pores et les fissures, le chargement n'est plus suffisamment intense pour pouvoir amorcer de nouvelles fissures au bout de quelques centaines de microns. Notons aussi que l'endommagement a lieu sous une sollicitation de compression à l'échelle macroscopique. Ceci s'explique par la présence des pores et des fissures qui induisent des champs de contraintes locaux complexes, qui permettent une activation de la rupture de liens en traction ou flexion.

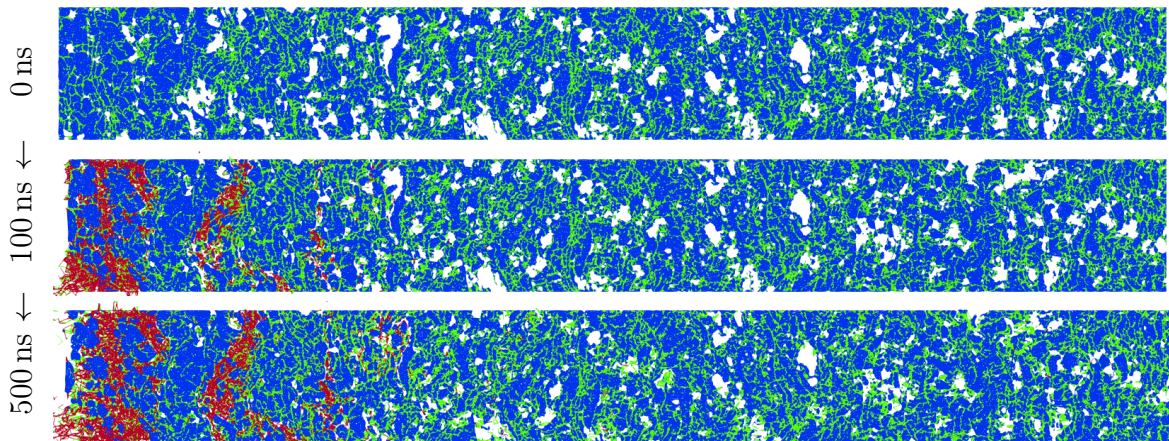


FIGURE 4.34 – Simulation du tir 113 avec $\sigma_{\mu}^{\max} = 400$ GPa, visualisation des *Beams* (bleu), des CB (vert) et des liens cassés (rouge).

4.3.3.3 Sensibilité des résultats à la taille des éléments

Deux autres tailles d'éléments sont utilisées pour effectuer des simulations du tir 99. Les vitesses en face arrière sont tracées en Figure 4.35. Les trois résultats sont très différents, avec une célérité et une vitesse maximale qui augmentent lorsque la taille des éléments diminue.

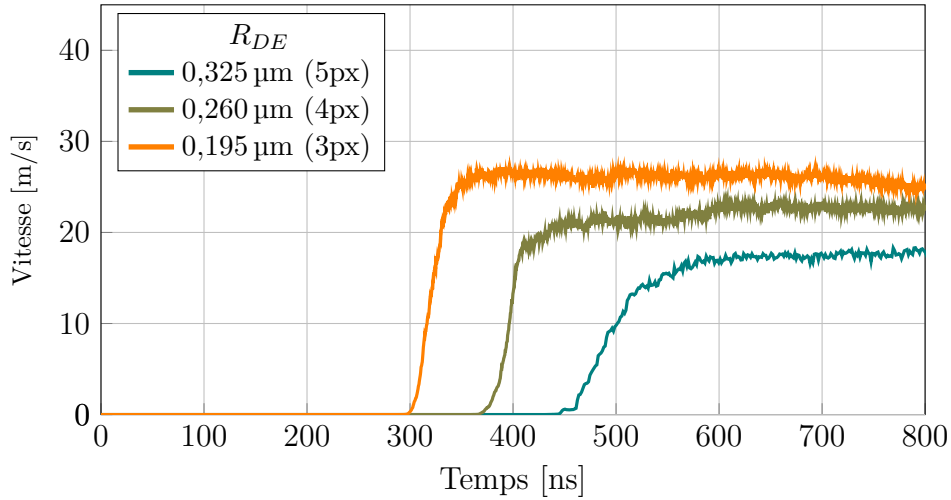
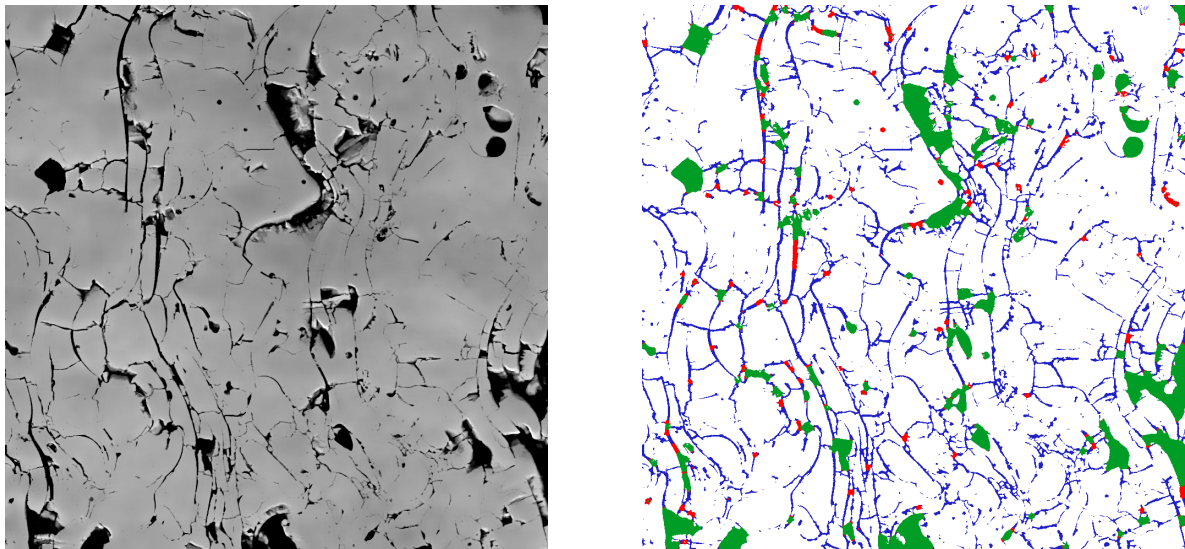


FIGURE 4.35 – Vitesses en face arrière pour différentes tailles d'éléments (tir 99).

Pour faciliter les simulations et analyses, les simulations suivantes sont réalisées sur un sous domaine de $64 \mu\text{m} \times 64 \mu\text{m}$ (Figure 4.36a).

Il est important de garder à l'esprit que la taille des éléments et le traitement d'images sont liés. En effet, le rayon des éléments doit être égal au rayon de l'Élément Structurant utilisé pour la séparation des pores et des fissures *cf.* section 3.3.4.2). L'utilisation d'une taille d'élément plus faible nécessite de modifier la séparation pores/fissure et entraîne une plus grande porosité due aux pores en proportion. En effet, pour une séparation à 5 px les pores constituent 10,8 % de porosité, mais avec 4 px, ils constituent 12 % (*cf.* Tableau 4.9). Comme la masse est représentée dans les éléments et qu'uniquement les pores sont représentés en supprimant des éléments, la porosité (en termes de masse) des fissures n'est pas modélisée. Ainsi, le taux de porosité du modèle discret est plus important lorsque la taille des éléments est faible. Or, d'un point de vue macroscopique, la célérité augmente lorsque la densité diminue ($C \sim \sqrt{E/\rho}$), ceci pourrait expliquer les différences de célérité en fonction de la taille d'éléments.

À titre de vérification, des simulations sont réalisées avec des valeurs d'ES (R_{SE}) de 4 et 5 px pour les tailles de DE (R_{DE}) de 4 et 5 px. Les quatre vitesses en face arrière sont tracées en Figure 4.37. Pour une même taille d'élément, la différence entre un ES de 4 ou 5 px (trait plein vs tirets) est assez faible. La célérité est tout de même plus importante avec $R_{SE} = 4$ px, ce qui va dans le sens d'un effet du taux de porosité qui est



(a) Image MEB

(b) Pores (vert) et fissures (bleues), les parties sont des pores lorsque $R_{SE} = 5$ et des fissures lorsque $R_{SE} = 4$.FIGURE 4.36 – Sous région de $(64 \mu\text{m}^3 \times 64 \mu\text{m}^3)$ utilisée pour l'étude de l'effet de la taille des éléments.

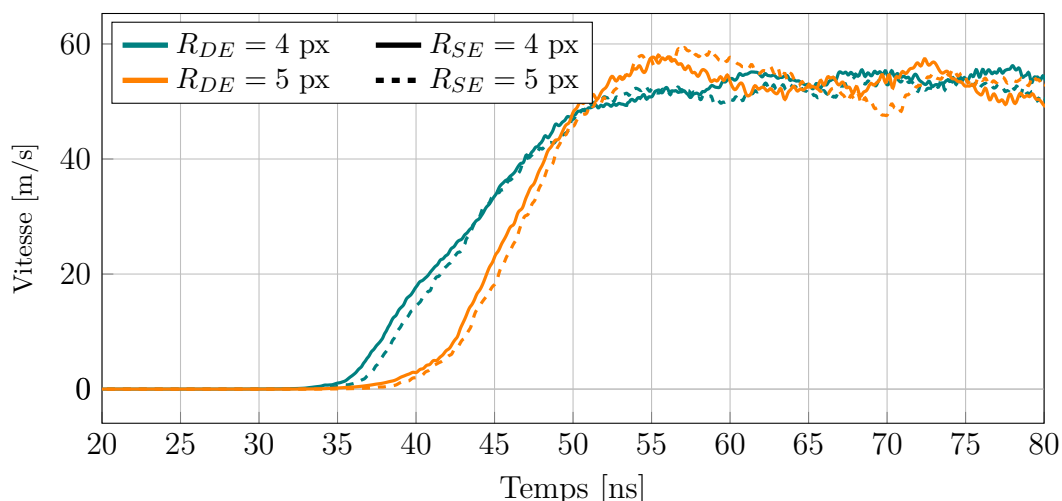
R_{SE}	Porosité pore	Porosité fissure
4 px	12,0 %	11,5 %
5 px	10,8 %	12,7 %

TABLEAU 4.9 – Contribution des pores et fissures au taux de porosité total à l'issue du traitement d'image en fonction de la taille de l'ES.

plus important lorsque la taille de l'ES diminue. Toutefois, pour un même R_{SE} (même séparation pore/fissure et donc même taux de porosité), il subsiste une nette différence entre les tailles d'éléments (orange vs bleu). La différence de traitement d'image n'est pas le facteur qui contribue le plus aux différences observées.

Le Tableau 4.9 montre que plus de 60 % de la porosité est due aux fissures. Le modèle numérique est trop dense par rapport à la réalité, car la porosité liée à ces fissures n'est pas représentée. Dans le cas d'une étude qualitative, une différence en valeur absolue n'empêche pas l'analyse. Cependant, ce point serait à considérer dans le cas de propagation d'ondes en 3D pour obtenir des résultats quantitatifs.

Des simulations sont réalisées avec uniquement des pores en Figure 4.38. Il y a un léger décalage vers la gauche lorsque la taille des éléments augmente et la pente est plus raide. Ceci va dans le sens d'une meilleure représentation des pores : lorsque la taille des éléments diminue, l'onde est plus ralentie et atténuée. Cette différence avec les pores

FIGURE 4.37 – Effet de la taille d'élément R_{DE} pour deux tailles d'ES différents.

est relativement limitée par rapport aux différences observées sur la microstructure complète. Des simulations sont donc réalisées avec seulement les fissures d'épaisseurs (T) fixées manuellement, en Figure 4.39. Pour une épaisseur de 10 nm (trait plein), il n'y a pas de différence entre les trois tailles d'éléments. Lorsque l'épaisseur des fissures augmente, l'écart observé entre les tailles des éléments augmente aussi. Contrairement aux pores, dans ce cas, lorsque la taille des éléments augmente, il y a un décalage vers la droite (diminution de la célérité). Pour les épaisseurs de 50 nm et 200 nm l'onde va plus vite avec $R_{DE} = 4$ px. Cette célérité plus importante peut s'expliquer par une épaisseur effective des fissures plus faible lorsque la taille des éléments est faible. En particulier lorsque l'épaisseur des fissures devient proche de la taille des éléments (4 px = 260 nm). Pour les tailles d'éléments plus grandes (6 et 7 px), la vitesse jusqu'à 60 ns pour $T = 200$ nm est la même, on peut supposer que ces deux tailles sont suffisamment grandes par rapport à l'épaisseur des fissures pour donner le même résultat.

Finalement, lorsque la taille des éléments diminue, les pores ont tendance à être mieux représentés, ce qui induit une propagation d'onde plus lente. Ceci est contrebalancé par les fissures qui ont tendance à être moins bien représentées lorsque la taille des éléments diminue. Leur épaisseur est sous-estimée, ce qui induit des célérités d'ondes plus élevées. L'effet des fissures sur la propagation d'onde étant prépondérant, c'est plutôt une accélération de l'onde qui est observée lorsque la taille des éléments diminue.

Ces résultats sous des sollicitations dynamiques sont tout à fait en accord avec les résultats statiques de la section 3.5.

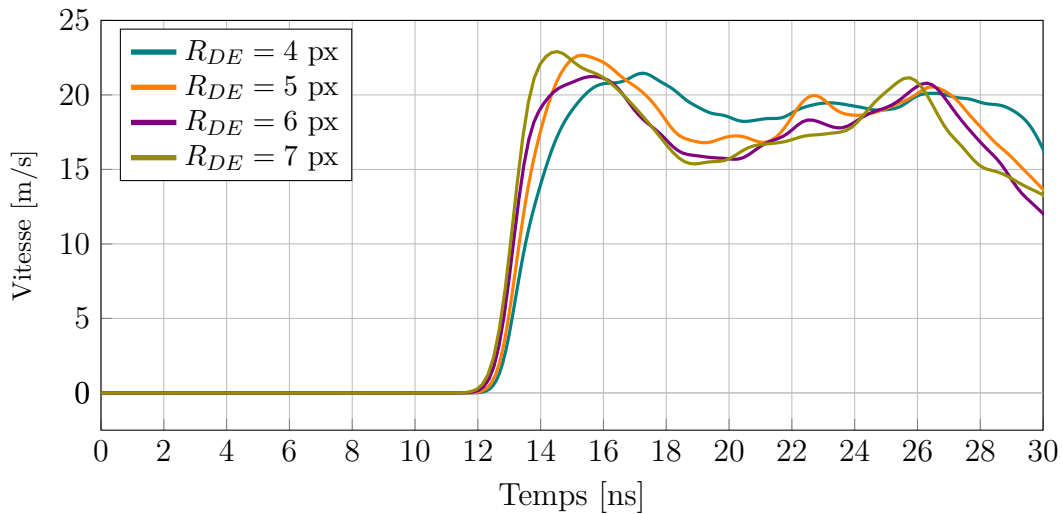


FIGURE 4.38 – Vitesse en face arrière avec uniquement des pores pour différentes tailles d'éléments (R_{DE}).

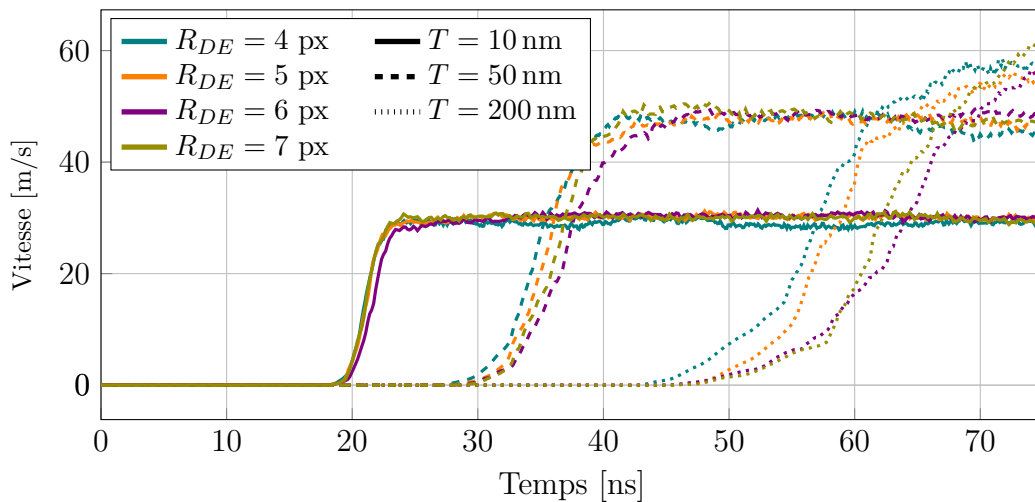


FIGURE 4.39 – Vitesse en face arrière avec uniquement des fissures pour différentes tailles des éléments (R_{DE}) et épaisseurs de fissures (T).

4.4 Conclusions

Dans ce chapitre, il a été vérifié que le modèle des poutres d'Euler-Bernoulli introduit dans la **MED**, est adapté pour simuler la propagation d'une onde élastique en 2D. Les conditions de symétrie semblent tout à fait suffisantes pour pouvoir restreindre les dimensions d'un milieu, sans trop perturber les résultats numériques. Dans le cas d'un matériau poreux idéal, les résultats obtenus sont en accord avec les prévisions issues de lois analytiques, ce qui confirme l'intérêt de ce type d'approche pour étudier la propagation d'ondes dans des milieux poreux.

La représentation de la microstructure d'une céramique projetée plasma est ensuite

effectuée à partir de la stratégie de modélisation proposée au chapitre précédent. Elle est adaptée en 2D pour pouvoir représenter toute l'épaisseur d'un revêtement. Cette modélisation a été utilisée pour simuler des expériences de choc laser réalisées dans le cadre du projet **CAPRIC-DYN**.

Les simulations numériques reproduisent de manière qualitative les tendances observées expérimentalement. Elles mettent en évidence les rôles particuliers des différents composants de la microstructure :

- Les pores et les fissures participent à l'atténuation de l'onde de compression,
- La présence de fissures ouvertes a un effet important sur le phénomène d'atténuation de l'onde,
- L'épaisseur des fissures est un paramètre essentiel, qui explique l'augmentation de la célérité de l'onde avec l'intensité du choc,
- L'activation d'une fissuration est probable aux plus hautes énergies lasers.

Ainsi, des fissures d'épaisseurs nanométriques peuvent avoir un rôle non négligeable sur l'atténuation de l'onde, d'où la nécessité de les prendre en compte dans la modélisation. L'approche à l'échelle de la microstructure proposée est intéressante pour répondre à ce besoin. Cependant, il faut bien choisir le paramètre qui définit la séparation entre les pores et les fissures. En effet, les résultats numériques sont extrêmement sensibles à ce paramètre et à la taille des éléments.

Les travaux réalisés valident en partie la démarche de modélisation à l'échelle de la microstructure. Le passage à l'échelle macroscopique donne des résultats cohérents, mais le modèle 2D ne permet qu'une analyse qualitative des résultats expérimentaux. En effet :

- La représentation 2D entraîne une sous-estimation de la raideur et une résistance nulle en traction,
- La perte de masse due aux fissures est négligée,
- Les frottements entre les surfaces de fissure ne sont pas pris en compte.

Pour identifier plus précisément le comportement du matériau, il est donc nécessaire de passer à une modélisation 3D.

Chapitre 5

Étude du comportement sous haute pression en 3D

Contenu

5.1	Choix des paramètres	150
5.1.1	Critère de rupture	151
5.1.2	Calibrations des paramètres microscopiques	153
5.2	Compression triaxiale	155
5.2.1	Descriptif de l'essai numérique	155
5.2.2	Comportement élastique non-linéaire en compression	157
5.2.3	Influence des pores et des fissures	160
5.2.4	Effet de l'ouverture initiale des fissures	161
5.2.5	Représentativité des volumes obtenus par MEB-FIB	164
5.3	Conclusions	166

Le modèle 2D développé dans le chapitre précédent a permis d'identifier des effets de la microstructure sur la propagation d'ondes de choc. Il conforte aussi les choix de modélisation qui ont été réalisés au chapitre 3. Cependant, la simplification de la microstructure en 2D ne permet pas d'obtenir des informations quantitatives sur les matériaux d'études, une modélisation en 3D est nécessaire pour y parvenir. Nous rappelons que les objectifs sont d'aider à la compréhension fine des mécanismes qui interviennent lors de la compression des **PSCC** et de fournir, à termes, une aide à l'estimation de lois de comportements macroscopiques à partir de la microstructure, c'est-à-dire procéder à un changement d'échelle.

Pour étudier ce comportement en compression, un essai numérique de compression triaxiale est utilisé. Le protocole de simulation des essais numériques est décrit dans une première partie. Ensuite, l'effet de la microstructure sur le comportement en compression est étudié en détails sur un volume (Mat1-2). Enfin, le comportement obtenu à partir des cinq volumes générés au chapitre 3 est analysé et comparé.

5.1 Choix des paramètres

Les faibles dimensions de l'échantillon et le schéma d'intégration explicite rendent l'application d'une sollicitation quasi-statique¹ impossible. En effet, une longueur d'échantillon de 20 μm implique d'imposer une vitesse de chargement à 2×10^{-6} m/s pour obtenir une vitesse de déformation de $0,1 \text{ s}^{-1}$. À cette vitesse, une déformation axiale de 0,1 % ($U_{load} = 0,02 \mu\text{m}$) est atteinte en 0,01 s. Comme un pas de temps de 5×10^{-12} s est nécessaire pour garantir la stabilité du schéma d'intégration explicite, il faut 2×10^9 itérations pour atteindre la fin du chargement. Or, le calcul de 10^5 itérations prend environ 10 h, donc un chargement imposant une vitesse de déformation de $0,1 \text{ s}^{-1}$ ne peut pas être simulé avec les moyens de calculs actuels. C'est pourquoi, une vitesse de déformation beaucoup plus grande est imposée ($\sim 10^5 \text{ s}^{-1}$) avec les constantes d'amortissement du schéma d'intégration fixées à 1,3 (ce qui correspond à un amortissement cinétique maximal, cf. Annexe F), pour éviter les oscillations et la propagation d'ondes parasites. Lors de chaque simulation, l'équilibre des efforts est vérifié en comparant les forces résultantes sur chaque face opposée. Il faut souligner que différentes vitesses de chargement ont été appliquées lors de cette étude et aucun effet de la vitesse sur la réponse mécanique dans le domaine élastique n'a été observé.

1. Dans le sens d'une vitesse de déformation inférieure à 1 s^{-1}

5.1.1 Critère de rupture

Comme le matériau est modélisé à l'échelle de sa microstructure, l'utilisation de modèles d'endommagement n'a pas été jugée pertinente. En effet, ceux-ci sont généralement développés pour prendre en compte de façon intrinsèque la microstructure à l'échelle macroscopique. De plus, comme dans beaucoup de travaux de la littérature [195, 212, 213, 309, 310], un critère de rupture sur les liens s'est révélé être suffisant pour modéliser les mécanismes de fissuration typiques des matériaux fragiles. Une étude [311] menée sur le modèle discret de l'échantillon Mat1-2 (*cf.* chapitre 3) a montré que le critère en contrainte maximale des liens (contrainte équivalente de Rankine) permet d'obtenir un comportement à rupture dissymétrique. Avec ce critère, les liens ne peuvent pas casser en compression, pourtant une rupture en compression est observée (Figure 5.1). Cela vient de la microstructure qui, bien que sollicitée en compression, génère des concentrations de contraintes de traction et donc l'amorçage de fissures. De plus, la contraintes à rupture macroscopique est plus importante en compression qu'en traction d'un facteur trois ; cette dissymétrie est aussi observée expérimentalement. La fissuration correspond aussi à ce qui est observé expérimentalement, avec en traction, une fragmentation simple où une unique macro-fissure se crée, tandis qu'en compression, la fragmentation est multiple avec la création de plusieurs fragments visibles sur la Figure 5.2. Il s'avère aussi que grâce à la modélisation de la microstructure, l'utilisation d'un critère simple sur les liens est suffisante pour observer un endommagement macroscopique avec des sollicitations cyclées (*cf.* Figure 5.3).

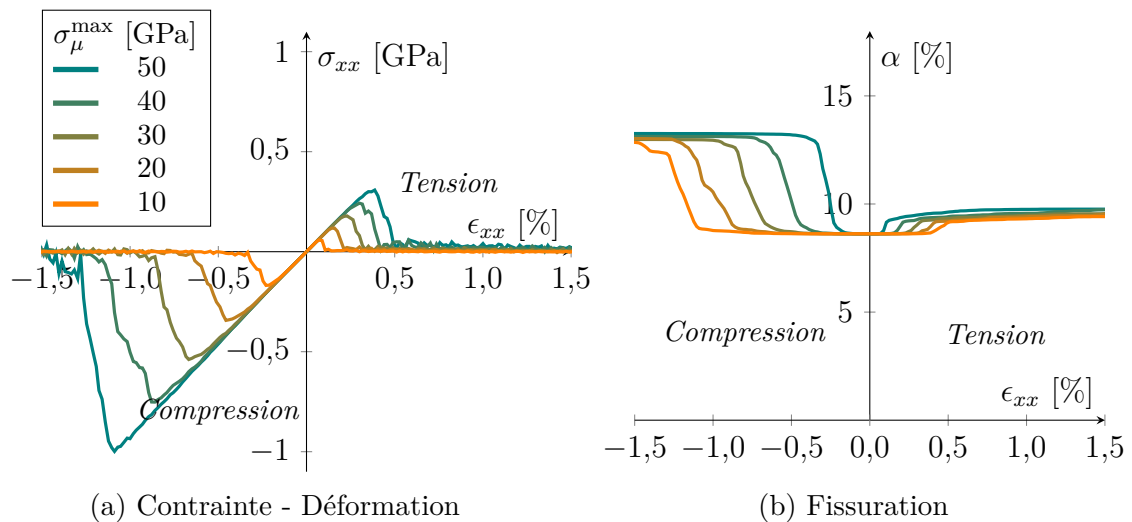


FIGURE 5.1 – Simulations numériques d'essais de traction et de compression uniaxiale sur le Mat1-2 (se référer à [311] pour plus de détails).

Pour rester cohérent avec la représentation numérique des fissures initiales à l'aide des **CB**, la fissuration au cours des essais est modélisée en transformant les *Beams* en **CB**. La conversion d'une *Beam* en **CB** est réalisée lorsque la contrainte seuil (σ_μ^{\max}) est atteinte. Le niveau de contrainte d'une *Beam* est estimé avec la contrainte équivalente de Rankine (σ_μ^R) qui prend en compte la traction, la flexion et la torsion :

$$\sigma_\mu^R = \frac{1}{2} \left(\sigma_{Nmax} + \sqrt{\sigma_{Nmax}^2 + 4\tau_{max}^2} \right), \quad (5.1)$$

où σ_{Nmax} est la contrainte normale maximale (somme des contributions de l'élongation et de la flexion) et τ_{max} est la contrainte de cisaillement maximale. Il y a fissuration si $\sigma_\mu^R \geq \sigma_\mu^{\max}$. Notons que dans le cas d'une compression pure des *Beam* ($\sigma_{Nmax} < 0$ et $\tau_{max} = 0$), la contrainte équivalente est nulle ($\sigma_\mu^R = 0$, détails en Annexe F), donc il ne peut pas y avoir de fissuration.

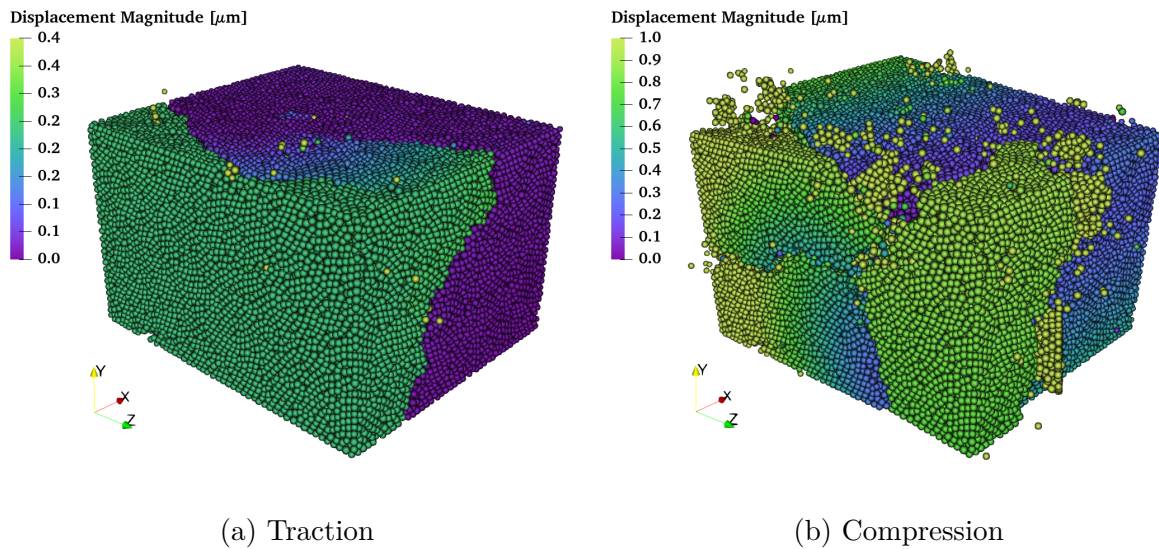


FIGURE 5.2 – Champs de déplacement pour un chargement en compression uniaxiale suivant \vec{x} sur le Mat1-2 (se référer à [311] pour plus de détails).

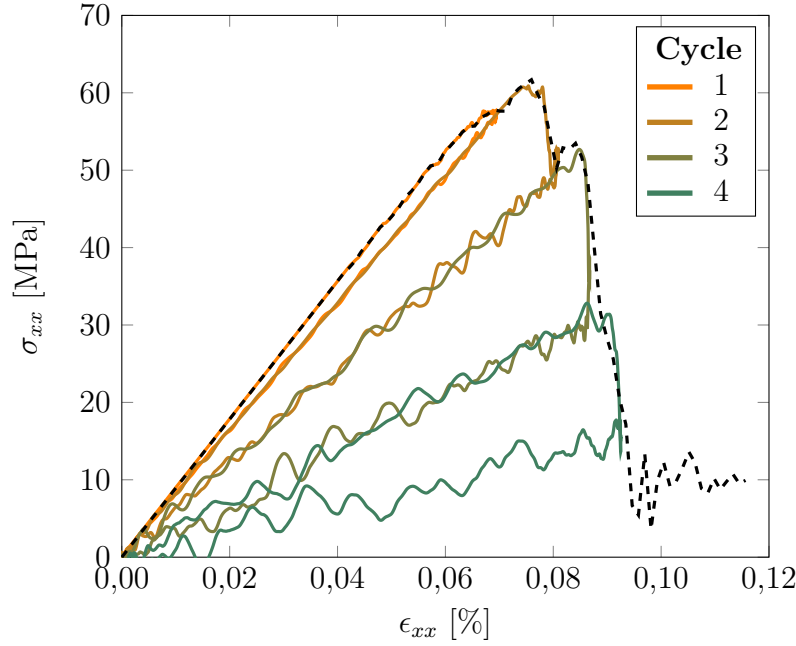


FIGURE 5.3 – Essai cyclé en traction uniaxiale suivant \vec{x} sur le Mat1-2 (se référer à [311] pour plus de détails).

5.1.2 Calibrations des paramètres microscopiques

Les paramètres microscopiques des *Beams* sont calibrés pour obtenir un comportement macroscopique (sans microstructure) équivalent à celui de la **YSZ** dense ($E_m = 223$ GPa et $\nu_m = 0,29$, cf. Annexe A). L'identification des paramètres élastiques macroscopiques (E_m, ν_m) a été réalisée en simulant des essais de traction uniaxiale dans les trois directions de l'espace pour une déformation de 0,005 %. Les valeurs obtenus dans le cas du Mat1-2 sont résumés dans le Tableau 5.1. Au niveau macroscopique, l'écart entre les trois directions de l'espace est toujours inférieur à 1 %).

	Micro			Macro	
	E_μ [GPa]	ν_μ [-]	\tilde{r} [-]	E_m [GPa]	ν_m [-]
Mat1-2	5840	0,3	0,340	223	0,290

TABEAU 5.1 – Calibration des paramètres microscopiques du modèle dense correspondant au Mat1-2.

Une contrainte seuil σ_μ^{\max} est sélectionnée et des essais de traction et compression uniaxiale sont réalisés sur le volume dense pour déterminer les contraintes maximales en traction (**UTS**) et en compression (**UCS**). Les valeurs obtenues sont indiquées dans le Tableau 5.2.

Dans la suite, σ_μ^{\max} est prise égal à 50 GPa. Les valeurs de contraintes à rupture mesurées sont supérieures aux données de la littérature sur la **YSZ** dense (Annexe A),

	Micro	Macro	
	σ_{μ}^{\max} [GPa]	UTS [GPa]	UCS [GPa]
Mat1-2	50	1,75	4,35

TABLEAU 5.2 – Calibration de la contrainte à rupture pour le Mat1-2

mais l'utilisation de valeurs inférieures conduit à la ruine prématurée des échantillons dans les simulations.

5.2 Compression triaxiale

5.2.1 Descriptif de l'essai numérique

Une sollicitation de compression triaxiale est appliquée sur les modèles discrets, les conditions de chargement sont décrites sur la Figure 5.4. Pour chaque direction de

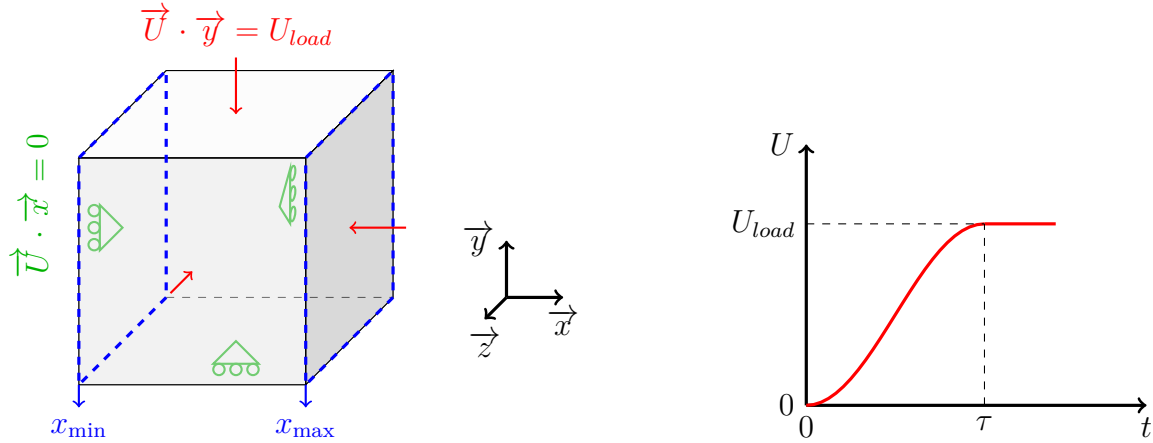


FIGURE 5.4 – Conditions aux limites pour l'application d'un chargement triaxial.

l'espace $\vec{i} \in \{\vec{x}, \vec{y}, \vec{z}\}$, les deux faces de normale \vec{i} sont désignées par i_{\min} et i_{\max} en fonction de leur position suivant la direction \vec{i} . Les déplacements normaux de chaque face « min » sont bloqués et un déplacement normal U_{load} est imposé sur toutes les faces « max ». Le déplacement est appliqué progressivement suivant une sinusoïde de période τ :

$$U_{load}(t) = \begin{cases} U_{\max} \times \frac{1}{2} \left[1 + \sin \left(\frac{2\pi t}{\tau} - \frac{\pi}{2} \right) \right] & \text{si } 0 \leq t \leq \tau \\ U_{\max} & \text{si } \tau \leq t \end{cases} \quad (5.2)$$

Au cours du chargement, plusieurs grandeurs sont évaluées pour pouvoir analyser les résultats :

- **La pression hydrostatique** (P_h) moyenne est déterminée à partir des contraintes principales obtenues à l'échelle du volume :

$$P_h = -\frac{1}{3} \times (\sigma_{xx} + \sigma_{yy} + \sigma_{zz}). \quad (5.3)$$

Les contraintes sont calculées à partir des forces appliquées sur chaque face. Par

exemple, dans la direction \vec{i} , la contrainte σ_{ii} est définie par l'expression suivante :

$$\sigma_{ii} = \frac{-\overrightarrow{F}_{(i_{\min})} \cdot \vec{i} + \overrightarrow{F}_{(i_{\max})} \cdot \vec{i}}{2 \times S_{0I}}, \quad (5.4)$$

où S_{0I} est la section initiale de normale \vec{i} .

- **La déformation volumique** (η) est calculée *via* les variations de volume V par rapport au volume initial V_0 :

$$\eta = \frac{V_0}{V} - 1, \quad (5.5)$$

$$V = L_x \times L_y \times L_z.$$

La déformation volumique est aussi reliée à la masse volumique ($\rho = M/V$) avec :

$$\eta = \frac{\rho}{\rho_0} - 1. \quad (5.6)$$

- **Le module de compressibilité isostatique** tangent (K) caractérise la pente de la courbe $P_h - \eta$:

$$K = \eta \frac{dP}{d\eta}. \quad (5.7)$$

- **La quantité de fissures fermées** est estimée à l'aide du paramètre γ :

$$\gamma = \frac{N_{CB}^{comp}}{N_{CB}}, \quad (5.8)$$

où N_{CB} est le nombre total de *Contact-Beam* et N_{CB}^{comp} est le nombre de **CB** en compression (*ie.* avec $L < L_C$). À l'état initial, toutes les fissures sont ouvertes et γ vaut 0. Lors de la fermeture progressive des fissures, N_{CB}^{comp} augmente et γ atteint la valeur de 1 lorsque toutes les fissures sont fermées.

- **La fissuration** au cours de l'essai est modélisée en transformant des *Beams* en **CB**. Pour suivre l'évolution de la fissuration, nous utilisons le paramètre α :

$$\alpha = \frac{N_{CB}}{N_{tot}}, \quad (5.9)$$

où N_{tot} est le nombre de liens, c'est-à-dire la somme des *Beams* et des **CB**. À l'état initial, α n'est pas nul, car il y a déjà des fissures dans le matériau. Si de nouvelles fissures s'amorcent et se propagent, α augmente. Les conditions d'amorçage et de propagation de nouvelles fissures sont décrites dans la section suivante.

5.2.2 Comportement élastique non-linéaire en compression

Deux essais numériques de compression triaxiale sont réalisés sur le Mat1-2 sur des modèles intégrant la microstructure complète, c'est-à-dire avec des pores et des fissures ouvertes. Le premier essai est réalisé sans activer la fissuration ($\sigma_\mu^{\max} = +\infty$), et le second est réalisé avec la fissuration activée ($\sigma_\mu^{\max} = 50$ GPa).

Les résultats sont présentés sur la Figure 5.5. La courbe $P-\eta$ est tracée sur la partie 5.5a. Elle traduit le comportement mécanique du volume à l'échelle macroscopique. Le comportement est élastique et non linéaire. La pente des courbes augmente sensiblement par rapport à l'état initial (la tangente à l'origine tracée en pointillés).

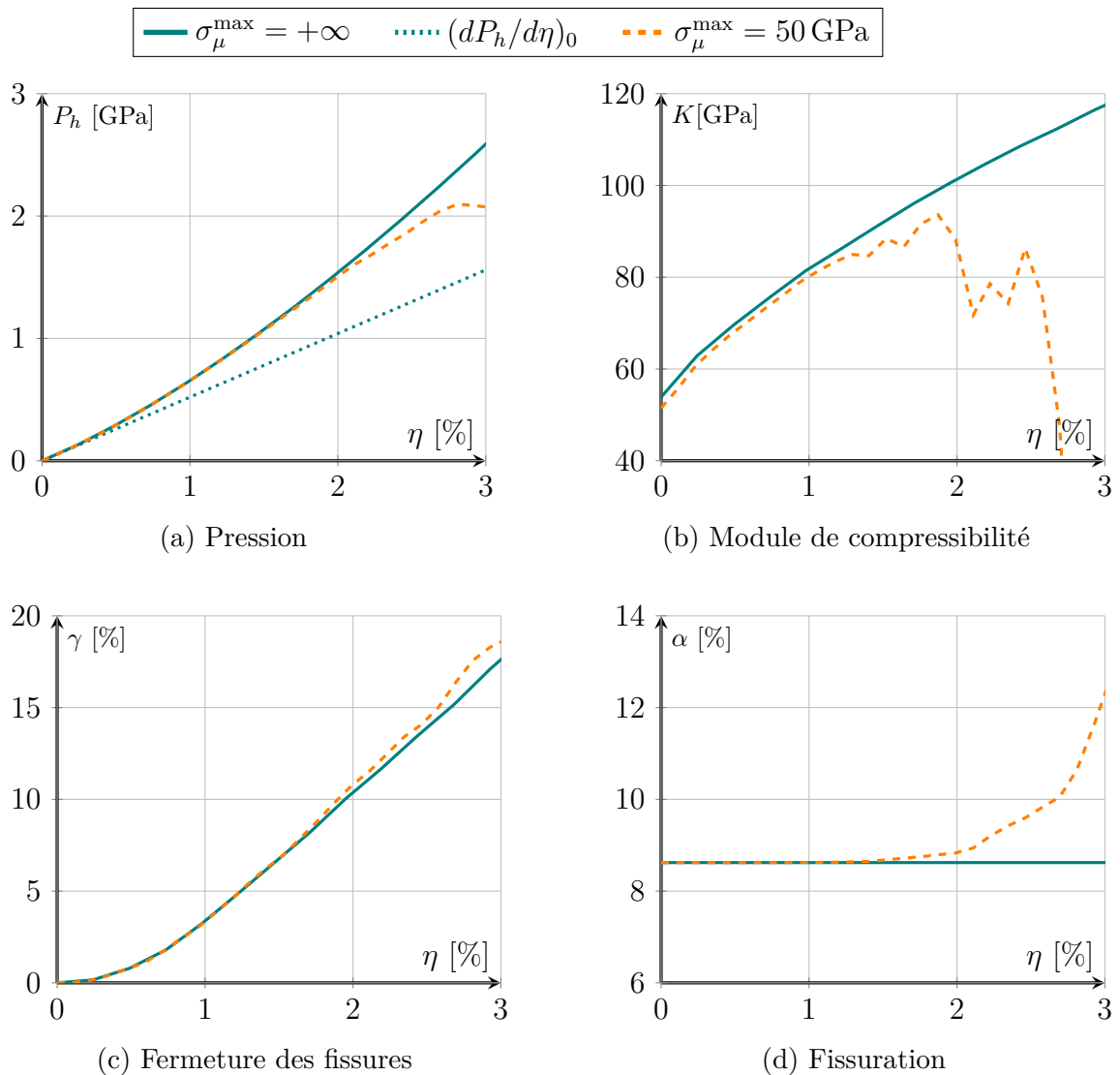


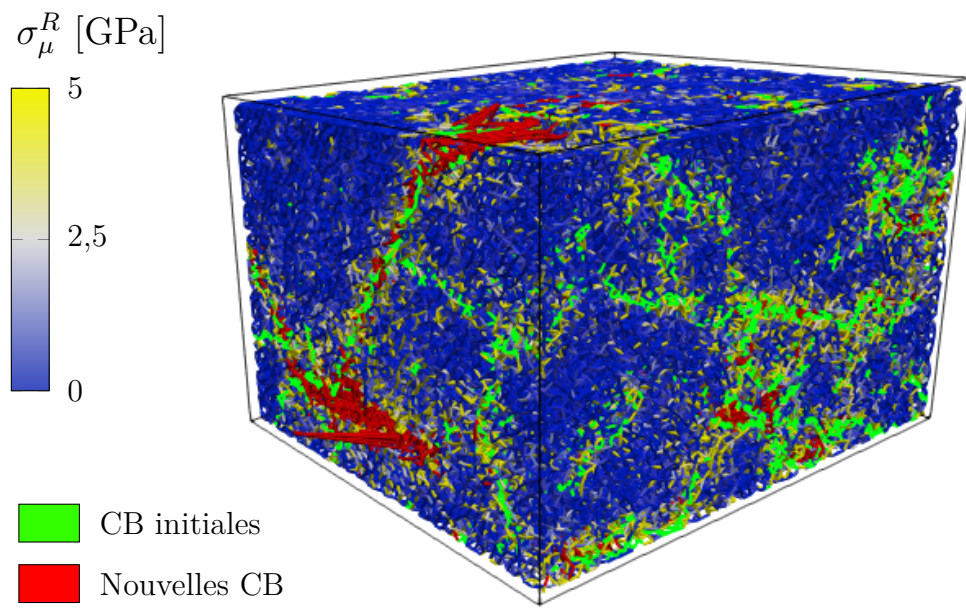
FIGURE 5.5 – Compression triaxiale sur l'échantillon Mat1-2.

Le module de compressibilité (5.5b) varie pendant la compression. Il passe d'une valeur initiale de 54 GPa pour $\eta = 0\%$, à 103 GPa pour $\eta = 2\%$ pour le cas sans

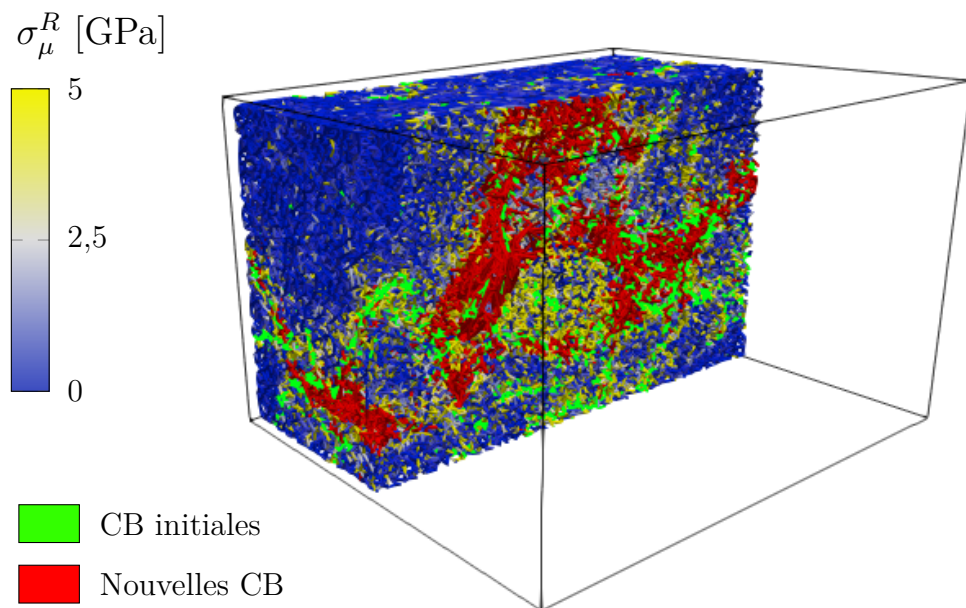
fissuration. Cette augmentation est liée à la fermeture des fissures (5.5c). À l'état initial, toutes les fissures sont ouvertes ($\gamma = 0\%$), puis elles se ferment progressivement au cours de la compression. Le rôle de la microstructure sur le comportement non linéaire est étudié plus en détail dans la sous-section suivante.

Dans la simulation où la fissuration est possible, une diminution de la raideur est observée à partir de 1,5 GPa. De nouvelles fissures (5.5d) sont créées avec une augmentation progressive de α . La contrainte équivalente de Rankine (σ_μ^R) des liens est présentée sur la Figure 5.6. Elle ne prend que des valeurs positives ou nulles (les *Beams* en compression ont une contrainte nulle). Les CB qui représentent les fissures initiales sont représentées en vert et les CB rouges sont celles créées au cours du calcul pour représenter la fissuration lorsque $\sigma_\mu^R \geq \sigma_\mu^{\max}$.

Bien que la sollicitation macroscopique soit en compression triaxiale, certains liens sont sollicités en traction (en jaune), ce qui rend possible l'amorçage et la propagation de nouvelles fissures. Un « simple » critère en contrainte maximale permet donc de représenter l'endommagement en compression grâce à la modélisation de la microstructure. En effet, dans les mêmes conditions sur un volume dense (sans pore ni fissure), il n'est pas possible d'obtenir de la fissuration avec ce critère. C'est la microstructure qui induit des sollicitations de traction localement, en particulier autour des pores et fissures.



(a) Volume complet



(b) Coupe dans le plan yz

FIGURE 5.6 – Visualisation des liens dans le Mat1-2 à $\eta = 2,8 \%$, avec les fissures initiales en vert et les nouvelles fissures en rouge. Les liens bleu sont dans un état de compression.

5.2.3 Influence des pores et des fissures

De manière analogue à l'étude menée au chapitre 4, les essais de compression triaxiale ont été simulés en faisant différentes hypothèses concernant la microstructure :

- (1) Matériau dense (sans pore ni fissure),
- (2) Matériau avec des pores et des fissures ouvertes,
- (3) Matériau avec des pores et des fissures fermées,
- (4) Matériau avec des fissures ouvertes uniquement,
- (5) Matériau avec des fissures fermées uniquement,
- (6) Matériau avec des pores uniquement.

Les fissures fermées sont modélisées avec une épaisseur nulle, les fissures ouvertes ont une épaisseur non nulle (calculée par analyse d'images en section 3.4.3.3.2). Dans ces simulations, la fissuration n'est pas activée ($\sigma_{\mu}^{\max} = +\infty$).

Les résultats sont présentés sur la Figure 5.7. La non-linéarité des courbes $P_h - \eta$ (a) et l'augmentation du module de compressibilité (b) ne sont présentes que pour les microstructures contenant des fissures initialement ouvertes (cas 2 et 4). Dans les autres cas, le comportement est linéaire avec un module de compressibilité constant. Le comportement non-linéaire est donc dû aux fissures initialement ouvertes. Ceci est en accord avec les résultats du chapitre précédent, où l'augmentation de la célérité des ondes n'était observée qu'en présence de fissures ouvertes. Par ailleurs, la présence de fissures initialement fermées (cas 3 et 5) a un effet relativement faible sur la réponse mécanique en compression : la diminution du module n'est que de 1 % par rapport au cas dense (1) et de 5 % par rapport au cas ne présentant que des pores (6).

La présence de pores et de fissures (ouvertes) induit une diminution de la raideur du matériau. L'effet des pores et des fissures est quantifié en comparant les modules de compressibilité normalisée par le module du matériau dense (noté K_D) :

- Avec des pores uniquement (6) : $K_P/K_D = 75$ %,
- Avec des fissures ouvertes uniquement (4) : $K_F/K_D = 46$ %,
- Avec des pores et des fissures ouvertes (2) : $K_{P+F}/K_D = 29$ %.

Le module normalisé obtenu en considérant avec des pores et des fissures (29 %) est plus faible que la somme des contributions des pores et des fissures prises indépendamment ($K_P/K_D \times K_F/K_D = 35$ %). C'est le signe d'un couplage entre l'effet des pores et l'effet des fissures sur le comportement mécanique.

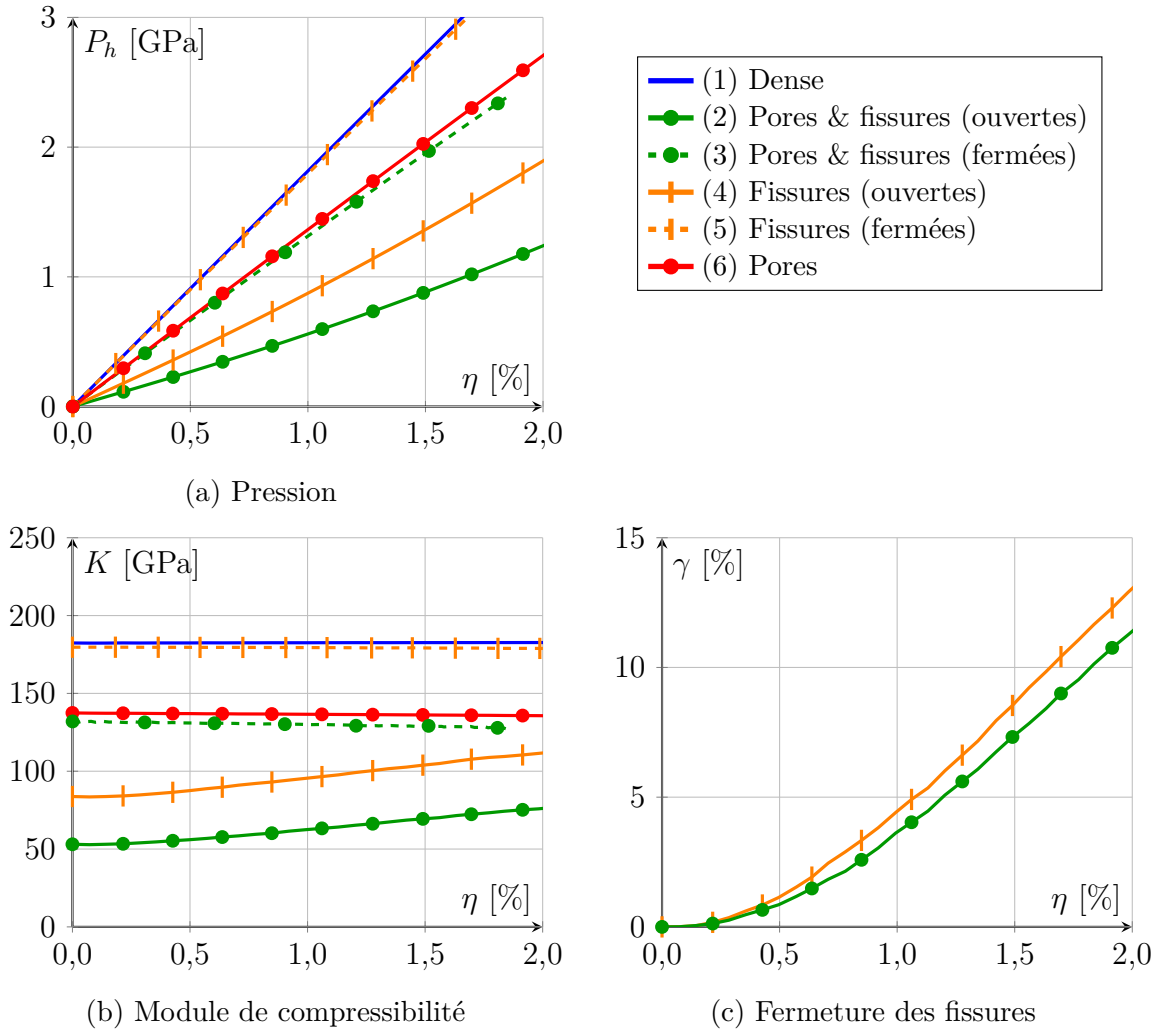


FIGURE 5.7 – Effet de la microstructure sur le comportement en compression.

5.2.4 Effet de l'ouverture initiale des fissures

La prise en compte d'une ouverture initiale des fissures permet d'expliquer le comportement non linéaire à l'échelle macroscopique. Pour étudier plus en détail l'effet de l'épaisseur des fissures, des microstructures virtuelles sont générées en considérant différentes épaisseurs de fissures à l'état initial. Pour simplifier l'analyse, les pores ne sont pas modélisés, et la fissuration n'est pas activée ($\sigma_\mu^{\max} = +\infty$). L'épaisseur des fissures varie de 0 nm à 100 nm. La même épaisseur T est assignée pour toutes les CB².

Les résultats sont présentés sur la Figure 5.8. À titre de comparaison, les résultats obtenus sans fissure et avec des fissures d'épaisseur T_2 (cf. section 3.4.3.3.2) sont aussi représentés. Comme évoqué précédemment, la présence de fissures fermées ($T = 0$ nm) a peu d'effet sur le comportement par rapport au matériau dense sans fissure. La légère

2. Ceci ne correspond pas exactement à une épaisseur de fissure effective constante, car l'orientation du lien a un effet sur l'épaisseur représentée (cf. 3.4.3.3)

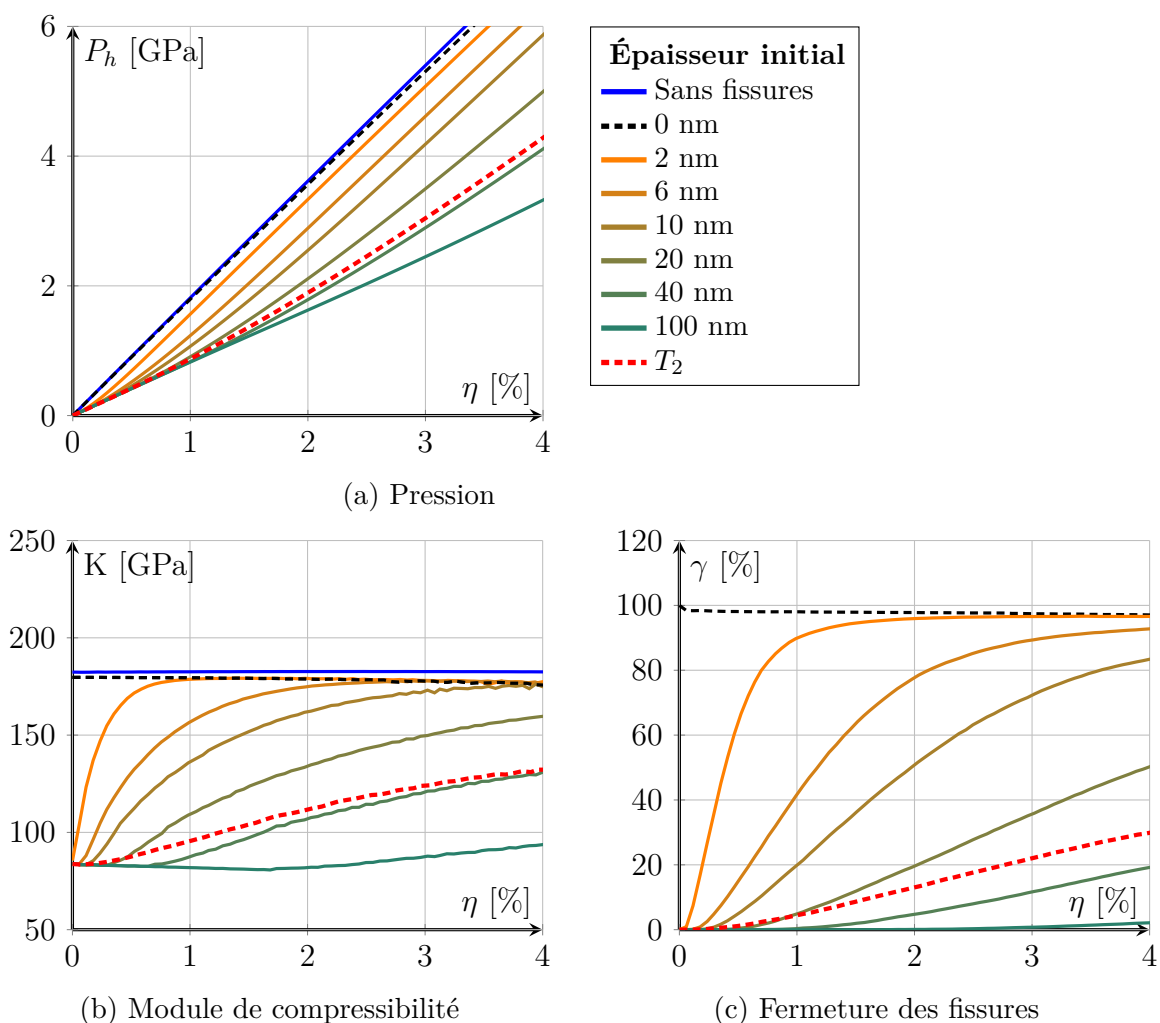


FIGURE 5.8 – Comportement sous compression triaxiale en considérant uniquement des fissures de différentes épaisseurs.

perte de raideur peut être due à la perte de rigidité en rotation et glissement au niveau des **CB**, ce qui permet de relâcher une partie des contraintes.

Lorsque les fissures sont ouvertes ($T > 0$), l'effet sur le comportement est notable. Lorsque l'épaisseur des fissures tend vers 0, le comportement (courbe $P_h - \eta$) se rapproche de celui du matériau dense. En effet, les fissures se ferment rapidement (5.8c) lors de l'augmentation de la pression. Quand toutes les fissures sont fermées (γ tend vers 100 %), le module de compressibilité atteint un maximum et le comportement devient alors linéaire. Cela correspond bien au comportement décrit par KROUPA et PLESEK [145], qui considèrent que la fermeture des fissures dépend de leur rapport d'aspect (rapport de la surface sur l'épaisseur). La fermeture progressive des fissures est illustrée en Figure 5.9, avec la représentation en bleu des **CB** en extension et en rouge des **CB** en contraction. Le nombre de **CB** en contraction augmente (*ie.* les fissures se ferment) avec le niveau de chargement.

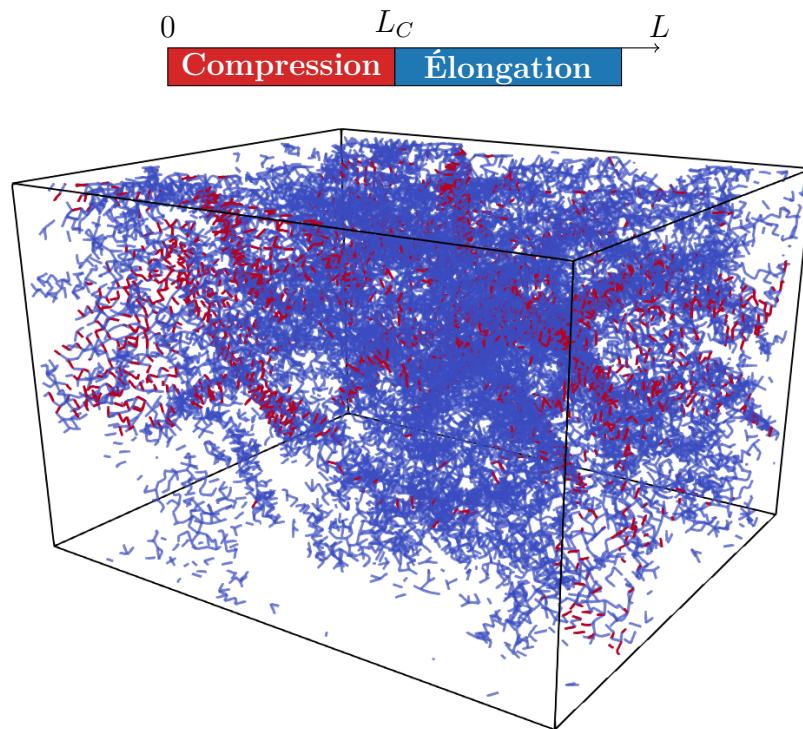
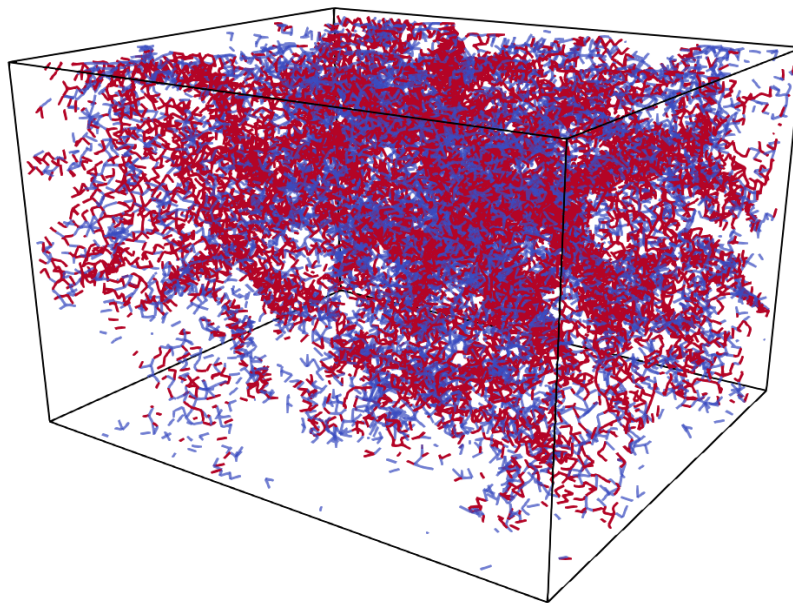
(a) $\eta = 1,4 \%$ (b) $\eta = 4,25 \%$

FIGURE 5.9 – Visualisation des CB dans le cas où $T = 20$ nm. Les CB en élongation ($L > L_C$) sont représentées en bleu et celles en compression sont en rouge.

Le comportement obtenu avec une épaisseur de 40 nm est proche de celui obtenu avec le calcul de l'épaisseur par analyse d'image T_2 . Ceci est en accord avec la valeur

médiane de l'épaisseur T_2 qui est de 37 nm. Dans le cas de l'épaisseur T_2 les fissures commencent à se fermer dès le début du chargement. En fait, la distribution en épaisseur des fissures est continue de 0 nm à 400 nm (*cf.* Figure 3.33). Les fissures fines sont responsables de la non-linéarité à faible pression, car elles se ferment en premier. Au début de la phase de compression, le comportement est linéaire parce que les surfaces des fissures se rapprochent sans se toucher. Le comportement devient non-linéaire lorsque la déformation est suffisante pour commencer à fermer quelques fissures. Le module atteint un maximum avant que toutes les CB ne soient en compression. Pour une ouverture de 2 nm, le maximum est atteint pour $\eta = 1 \%$ alors que $\gamma(\eta = 1\%) = 90 \%$. Parmi les explications, il y a probablement un effet numérique dû à l'orientation de certaines CB qui sont quasiment parallèles aux fissures. Un deuxième effet vient de la difficulté à fermer les fissures lorsque la raideur devient trop importante. Enfin, pour ces niveaux de pression, il est très probable que l'endommagement intervienne et joue un rôle dans la fermeture irréversible des fissures. Ce phénomène n'est pas représenté dans le modèle actuel, car $\sigma_\mu^{\max} = +\infty$.

Nous pouvons conclure que les fissures les plus fines ont une grande influence sur le comportement non-linéaire. Ceci justifie d'autant plus les efforts de modélisation qui doivent être réalisés pour représenter au mieux ces fissures.

5.2.5 Représentativité des volumes obtenus par MEB-FIB

Cinq modèles MED ont été construits à partir des observations MEB-FIB réalisées sur quatre échantillons de Mat1 et un échantillon de Mat2. Les résultats des essais numériques de compression triaxiale réalisés sur ces cinq volumes sont tracés sur la Figure 5.10. Le comportement est bien élastique non linéaire en compression. Les modules de compressibilité isostatique K initiaux et à $\eta = 1,5\%$ sont indiqués dans le Tableau 5.3, avec un rappel des taux de porosité. Il y a une grande variabilité entre les résultats à matériau identique. Le module initial varie de 56 à 127 GPa pour les échantillons de matériau 1. La valeur de 127 GPa pour le Mat1-1 est anormalement élevée, probablement à cause du volume considéré qui est trop faible pour être représentatif. Il est donc plus susceptible de présenter des différences importantes par rapport au comportement homogène équivalent.

Comme attendu, le matériau 2 a un module de compressibilité plus faible que le matériau 1. Toutefois, le module n'est pas directement corrélé au taux de porosité. En effet, le module de compressibilité de l'échantillon Mat1-4 est plus faible que celui du Mat1-3 bien que son taux de porosité soit plus faible. Ceci s'explique par la présence d'un plus grand nombre de fissures dans le Mat1-4 qui dégrade les propriétés élastiques sans effet majeur sur le taux de porosité. L'augmentation du module dans le matériau 2

	Volume [μm^3]	Porosité img. P_{img} [%]	Porosité discrète [%]		Module [GPa]	
			DE	Liens	$K(\eta = 0\%)$	$K(\eta = 1,5\%)$
Mat1-1	111	3,2	0,5	6,1	127	164
Mat1-2	495	8,8	5,8	9,0	56	94
Mat1-3	341	7,2	3,7	7,7	79	121
Mat1-4	200	5,4	0,8	14,8	59	123
Mat2-1	164	17,5	6,7	21,8	39	51

TABLEAU 5.3 – Taux de porosité et module de compressibilité.

est plus faible. En effet, le taux de porosité est plus important, la déformation nécessaire pour refermer les pores et fissures doit être plus importante.

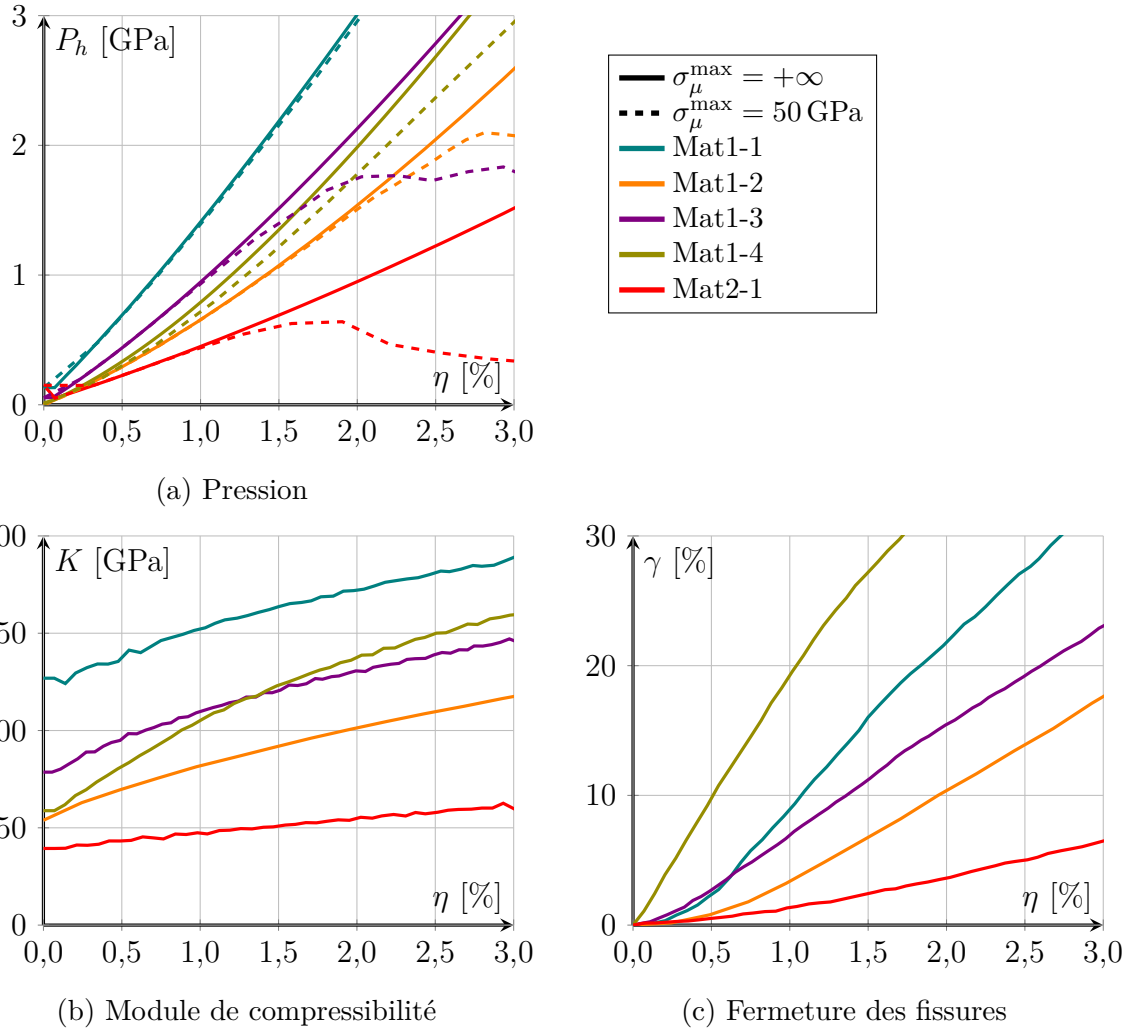


FIGURE 5.10 – Réponse en compression triaxiale de cinq modèles discrets construits à partir d'observations MEB-FIB.

5.3 Conclusions

Des essais de compression triaxiale ont été réalisés sur des modèles 3D de la microstructure de PSCC. Le comportement non-linéaire reporté dans la littérature est correctement reproduit avec le modèle. Il confirme aussi que ce sont bien les fissures qui sont responsables de cet effet. Leur fermeture est le facteur principal qui intervient dans l'augmentation du module de compressibilité avec la pression. Cette augmentation du module avec la pression est aussi responsable de l'augmentation de la célérité des ondes observée au chapitre précédent. En effet, la raideur et la célérité des ondes sont deux grandeurs liées. Un couplage entre les pores et les fissures est aussi identifié. Il n'est pas possible de les considérer séparément pour obtenir le comportement macroscopique. Ceci renforce l'intérêt du modèle développé dans le cadre de ces travaux de thèse : il permet de modéliser des défauts (les pores et les fissures) de tailles caractéristiques très différentes (1 nm à 10 μm) au sein d'un unique modèle.

L'utilisation d'un critère de rupture en traction sur les liens permet de modéliser la fissuration dans le volume simulé et d'observer un endommagement à l'échelle macroscopique en compression. Une étude plus approfondie des mécanismes d'endommagement pourra être menée dans le futur.

Les résultats entre les différents échantillons sont très variables, mais les tendances et comportements observés restent les mêmes. Cette variabilité vient de la taille des volumes, qui a déjà été identifiée comme trop faible pour être suffisamment représentative du comportement macroscopique des revêtements. Des voies d'améliorations possibles et l'approche à suivre pour réaliser un changement d'échelle, c'est-à-dire obtenir le comportement macroscopique à partir des simulations à l'échelle de la microstructure, seront abordées en perspective à la fin de ce manuscrit.

La connaissance du comportement en compression permet d'étudier l'atténuation des ondes de compression. Pour caractériser l'endommagement en traction, d'autres essais numériques doivent être mis en place, en particulier pour étudier l'effet de la vitesse de déformation sur la contrainte à rupture apparente. Cet aspect est étudié dans le chapitre suivant.

Chapitre 6

Effet de la vitesse de déformation sur la rupture en traction

Contenu

6.1	Vitesse et rupture : état des connaissances	168
6.1.1	Mécanismes observés	168
6.1.2	Modèles analytiques	170
6.1.3	Simulation à l'échelle de la microstructure	172
6.1.4	Bilan	174
6.2	Protocoles de simulations	175
6.2.1	Échantillon numérique poreux idéal	175
6.2.2	Conditions aux limites	176
6.2.3	Conditions initiales	177
6.2.4	Résultats numériques	179
6.2.5	Discussion : la MED a-t-elle une influence naturelle sur la contrainte à rupture?	183
6.3	Application à une microstructure réelle 3D	186
6.4	Conclusions	188

Lors d'un impact ou d'un choc laser, les céramiques sont soumises à des chargements en compression (*cf.* chapitres 4 et 5). Des sollicitations en traction interviennent également à la suite de réflexions d'ondes aux frontières. Cela peut conduire à la formation d'une écaille (*cf.* chapitre 1). Une particularité de ce type de sollicitation réside dans le niveau des vitesses de déformation associé (typiquement supérieur à 10^6 s^{-1}). Ce chapitre a pour objectif d'étudier l'effet des hautes vitesses de déformation sur le comportement à rupture des PSCC. Les principaux résultats traitant de ce sujet dans la littérature sont discutés dans un premier temps. Ensuite, des protocoles de simulation sont proposés pour mettre en évidence le rôle de la microstructure sur la dépendance à la vitesse de déformation sur les mécanismes de rupture des matériaux fragiles et poreux. Ces protocoles sont d'abord appliqués dans le cas d'un matériau poreux idéalisé en 2D afin de sélectionner le mieux adapté. La méthodologie retenue est ensuite appliquée à une microstructure réelle 3D.

6.1 Vitesse de déformation et rupture des matériaux fragiles : état des connaissances

6.1.1 Mécanismes observés

Une influence de la vitesse de déformation sur la rupture des matériaux quasi-fragiles est clairement mise en évidence dans la littérature. Deux phénomènes ont été observés expérimentalement :

- la contrainte à rupture augmente avec la vitesse de déformation à partir d'une certaine vitesse de déformation (Figure 6.1) [312],
- cette augmentation est associée à la transition d'une rupture simple vers une fragmentation multiple [313].

Bien que les mécanismes exacts mis en jeu restent encore à éclaircir, il est largement admis que la microstructure joue un rôle prépondérant sur le comportement à rupture [314, 315]. Différentes explications physiques ont été formulées pour expliquer l'effet de la microstructure sur le comportement à rupture. KIMBERLEY, RAMESH et al. [312] évoquent une compétition entre la propagation de l'information (*ie.* ondes de contrainte) et la propagation des fissures. Ils expliquent aussi que la quantité et le type de défauts ont une influence sur les effets de la vitesse de déformation.

La transition entre la fragmentation simple et la fragmentation multiple peut s'expliquer à l'aide du phénomène d'*occultation*, dont le principe est illustré sur la Figure 6.2. Considérons un matériau contenant des défauts qui ont chacun une *contrainte d'activation*. Sous un chargement quasi-statique, la rupture est décrite à l'aide d'une approche

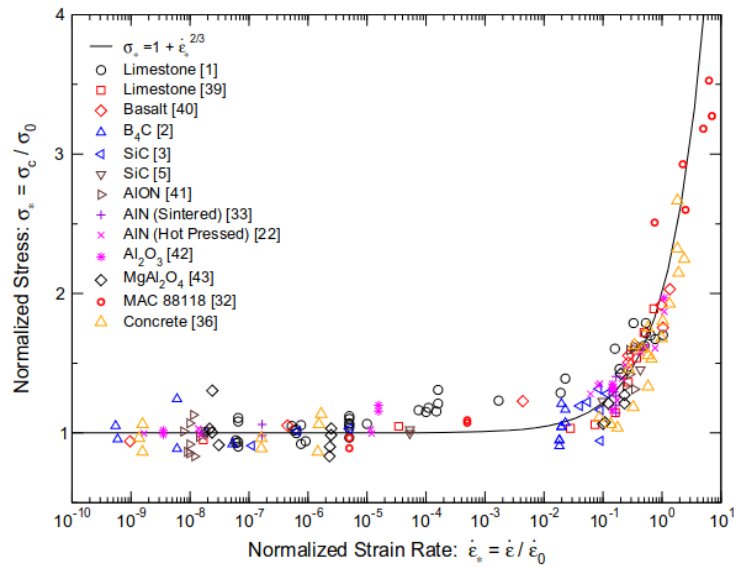


FIGURE 6.1 – Effet de la vitesse de déformation sur la contrainte à rupture de plusieurs matériaux quasi-fragiles (extrait de [312]).

par « maillon faible » : le défaut le plus critique, c'est-à-dire celui qui a la contrainte d'activation la plus faible, est activé en premier. Il génère une fissure qui se propage et entraîne la rupture macroscopique du matériau.

Sous un chargement dynamique, cette approche n'est plus valide à cause d'effets d'inertie et de la compétition entre la propagation de l'information et la propagation des fissures. Comme la vitesse de propagation des fissures n'est pas infinie, les conséquences d'un chargement brutal sur un matériau ne sont pas instantanées. La propagation d'une fissure entraîne une relaxation des contraintes (zone jaune sur la Figure 6.2) qui empêche les défauts moins critiques de s'activer : ils sont « occultés ». Lorsque la vitesse de déformation devient élevée, d'autres défauts atteignent leur contrainte d'activation avant d'être occultés. Plusieurs fissures s'amorcent et conduisent à une rupture multi-fragmenté.

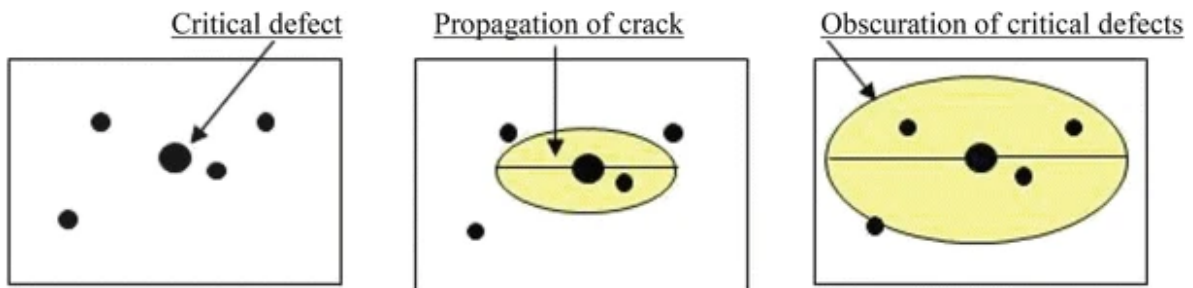


FIGURE 6.2 – Principe du phénomène d'occultation (extrait de [316]).

L'effet de la vitesse de déformation sur la contrainte à rupture est représenté dans certaines lois de comportement phénoménologiques, comme le modèle de JOHNSON et

HOLMQUIST [317]. Ce type de modèles reproduit les comportements observés expérimentalement, mais ils ne prennent pas en considération les phénomènes physiques que nous venons de décrire.

Deux types d'approches ont été mis en place pour répondre à ce manque, d'une part la construction de *modèles analytiques* qui prennent en compte les phénomènes physiques à l'échelle de la microstructure, et d'autre par la *simulation explicite à l'échelle de la microstructure*.

6.1.2 Modèles analytiques

Ces modèles consistent à considérer une population de défauts initiaux qui vont s'accroître sous l'effet d'un chargement. Sous certaines hypothèses, il est alors possible de prédire la résistance maximale des matériaux en fonction de la vitesse de déformation [318, 319].

PALIWAL et RAMESH [320] montrent que le comportement dynamique résulte principalement de la population de défauts initiaux, de leur cinétique de croissance et de l'interaction des défauts entre eux. KIMBERLEY, RAMESH et al. [312] proposent une relation générale entre la contrainte à rupture σ_r et la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$:

$$\frac{\sigma_r}{\sigma_0} = 1 + \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \right)^{2/3}, \quad (6.1)$$

où σ_0 et $\dot{\epsilon}_0$ sont des paramètres qui dépendent du matériau et de sa microstructure (taille des défauts et densité surfacique).

La majorité des résultats expérimentaux de la littérature suivent cette tendance (*cf.* Figure 6.1). σ_0 et $\dot{\epsilon}_0$ ont des expressions analytiques dépendant de paramètres microstructuraux [312], mais ils sont généralement déterminés expérimentalement. σ_0 correspond à la résistance quasi-statique et $\dot{\epsilon}_0$ est obtenu en ajustant l'équation (6.1) pour correspondre aux données expérimentales [321].

Ces modèles nécessitent une description de la population initiale de défauts, soit de manière indirecte, en renseignant une distribution de contrainte critique, soit *via* des paramètres géométriques décrivant les défauts (densité de fissure, taille des fissures, *etc.*). L'identification des paramètres pour un matériau donné à partir de sa microstructure est relativement complexe, d'où leur calibration directement à partir de données expérimentales [321]. Ils sont donc principalement utilisés à des fins d'analyse et de compréhension des résultats expérimentaux, mais ils ne permettent pas d'obtenir des informations quantitatives directement à partir de la microstructure.

Deux tentatives de calibration à partir d'observation de la microstructure sont présentées dans la sous-partie suivante.

6.1.2.1 Modèles s'appuyant sur des observations de la microstructure

FORQUIN, BLASONE et al. [322] proposent d'identifier une distribution de contraintes critiques à partir d'observations 3D par tomographie rayons-X (*cf.* Figure 6.3). Les tomographies (Figure 6.3a) permettent d'obtenir la distribution des diamètres équivalents des pores par traitement d'images (Figure 6.3b). La distribution des diamètres équivalents des pores est obtenue par traitement d'images des tomographies (Figure 6.3b).

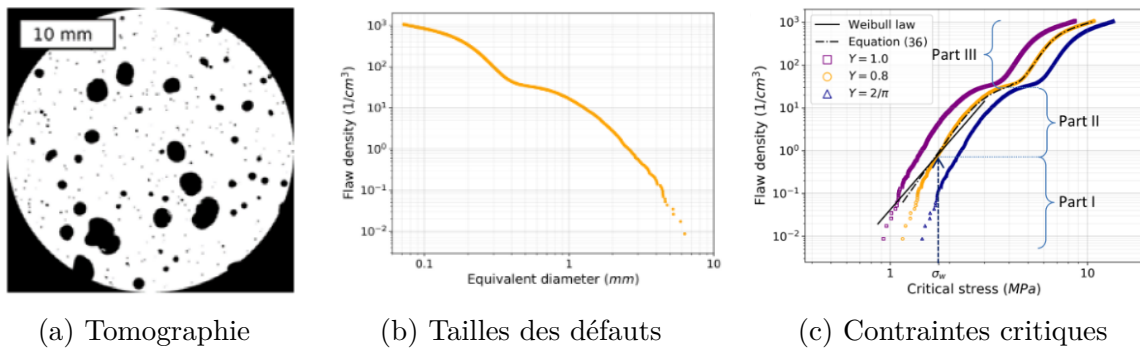


FIGURE 6.3 – Identification d'une distribution des contraintes critiques à partir d'une observation de la microstructure par tomographie (extrait de [322]).

La théorie de la mécanique de la rupture est utilisée pour relier la taille des défauts à un facteur d'intensité de contrainte et à une contrainte critique (Figure 6.3c). La distribution de contraintes critiques est ensuite utilisée dans un modèle analytique (DFH) pour prédire l'évolution de la contrainte maximale et de la densité de fissuration avec la vitesse de déformation. Ce modèle suppose une distribution spatiale homogène des défauts.

Pour prendre en compte la position des défauts dans l'espace, une procédure faisant intervenir des « pseudo-simulations » est mise en place. La mécanique du milieu n'est pas directement simulée : uniquement l'augmentation de la contrainte, l'activation des défauts et la propagation des zones d'occultation sont considérées. Ce modèle représente la distribution spatiale exacte des défauts et permet d'identifier quels défauts interviennent dans la rupture.

HOGAN, FARBANIEC et al. [321] proposent d'identifier les paramètres du modèle de KIMBERLEY, RAMESH et al. [312] à partir d'une analyse d'images MEB pour déterminer la taille moyenne des défauts, leur densité surfacique et leur orientation. Ils parviennent à prédire correctement le paramètre σ_0 , mais ils obtiennent une valeur de $\dot{\epsilon}_0$ deux ordres de grandeurs au-dessus de la valeur déterminée expérimentalement.

6.1.2.2 Discussion

Dans les modèles précédents, les défauts et les phénomènes de fissuration et de propagation d'ondes ne sont pas explicitement représentés. Ils présentent toutefois l'avantage de permettre la définition de lois d'endommagement qui sont ensuite utilisées dans les simulations à l'échelle macroscopique pour prendre en compte l'effet de la microstructure [323].

La démarche proposée par FORQUIN, BLASONE et al. [322] est prometteuse, mais elle n'est pas adaptée à la microstructure des PSCC. En effet, dans le cas des PSCC, l'identification d'une population de défauts et leur caractérisation *via* un paramètre géométrique simple comme le diamètre équivalent n'est pas possible. Une alternative consiste alors à réaliser directement des simulations à l'échelle de la microstructure.

6.1.3 Simulation à l'échelle de la microstructure

Plusieurs travaux portent sur l'étude de l'influence de la vitesse de déformation sur la rupture *via* des modèles développés à l'échelle de microstructures réelles [324-328]. Les résultats numériques de ces études dépendent du protocole de simulation (conditions initiales, conditions aux limites et géométries). Certains effets dus à la microstructure, à l'inertie et à l'équilibre des forces se combinent, ce qui rend l'analyse très délicate [315].

Une condition importante est de vérifier que l'état de contrainte soit homogène dans l'échantillon, ce qui se traduit par une condition d'*équilibre des efforts*.

6.1.3.1 Condition d'équilibre des efforts

Un état de contrainte homogène, dans le cas d'une sollicitation uniaxiale, correspond à un équilibre des efforts appliqués aux extrémités de l'échantillon. Cet équilibre dépend du temps de propagation de l'information (*ie.* ondes de contrainte) entre les deux extrémités de l'échantillon. Ainsi, un temps caractéristique d'équilibre $t_{equilibre}$ est défini à partir de la célérité des ondes $C_0 = \sqrt{E/\rho}$ et de la longueur L de l'échantillon :

$$t_{equilibre} = n \frac{L}{C_0}, \quad (6.2)$$

où n correspond au nombre de trajets de l'onde ($n = 2$ pour un aller-retour). Ce paramètre doit être au moins égal à 3 – 4 pour atteindre l'équilibre [326].

La rupture de l'échantillon est atteinte au bout du temps $t_{rupture}$, qui s'exprime à partir de la déformation à rupture ϵ_r et de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$:

$$t_{rupture} = \frac{\epsilon_r}{\dot{\epsilon}} \quad (6.3)$$

Pour que l'équilibre soit atteint au moment de la rupture, il faut que :

$$t_{rupture} > t_{equilibre} \Leftrightarrow \dot{\epsilon} < \frac{\epsilon_r \times C_0}{n \times L}. \quad (6.4)$$

Soit en considérant un comportement élastique linéaire jusqu'à la rupture (loi de Hooke avec $\sigma_r = E\epsilon_r$) :

$$\dot{\epsilon} < \frac{\sigma_r}{n \times L \sqrt{\rho E}}. \quad (6.5)$$

L'équation (6.5) donne une estimation de la vitesse de déformation maximale qu'il est possible d'atteindre en ayant un équilibre des forces, et donc des états de contrainte et de déformation homogènes dans l'échantillon [326].

SONG et LU [326] remarquent que plusieurs résultats expérimentaux de la littérature [329, 330] sont bien au-delà de cette borne supérieure. De même, certaines études numériques fournissent des résultats sans que l'équilibre soit bien respecté [327, 328].

6.1.3.2 Application à la YSZ APS

L'expression (6.5) est appliquée au cas d'une **YSZ APS**. Pour cela, nous utilisons les propriétés mécaniques provenant de [20] qui sont résumées dans le Tableau 6.1, la masse volumique correspond à un matériau dense (6060 kg/m^3) ayant une porosité de 15 %. Ces paramètres sont utilisés pour calculer la vitesse de déformation maximale (Eq. (6.5)) en fonction de la taille de l'échantillon (voir la Figure 6.4). La taille minimale d'échantillon, pour être représentatif de la microstructure, est prise égale à $100 \mu\text{m}$.

E [GPa]	ρ [kg/m ³]	σ_r [MPa]	n
20	5151	10	4

TABLEAU 6.1 – Paramètres utilisés pour tracer l'équation (6.5) sur la Figure 6.4

En considérant une sollicitation ΔP comprise entre 0,1 et 1 GPa, et un temps de montée Δt compris entre 0,3 et 1 ns, les taux de déformation varient entre $5 \times 10^6 \text{ s}^{-1}$ et $1,7 \times 10^8 \text{ s}^{-1}$ ($\dot{\epsilon} = \Delta P / (E \times \Delta t)$). Ce régime de sollicitation (typiquement obtenu par choc laser) est représentée en vert sur la Figure 6.4. Il se situe en dehors du domaine d'équilibre des forces.

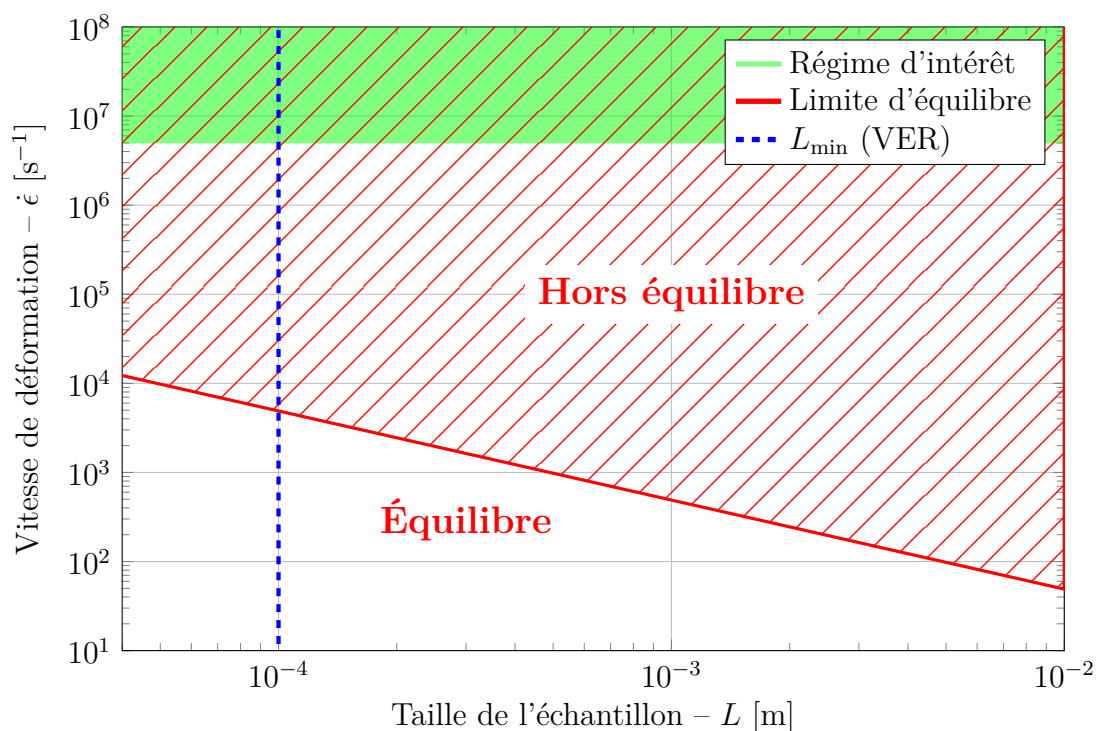


FIGURE 6.4 – Domaine vitesse de déformation - longueur de l'échantillon.

6.1.4 Bilan

La simulation directe à l'échelle de la microstructure est un outil puissant qui permet d'étudier précisément l'effet de la microstructure sur le comportement à rupture dynamique. Une attention particulière doit cependant être portée au protocole de simulation, car à haute vitesse de déformation, l'équilibre des efforts n'est pas toujours respecté, ce qui rend l'analyse des résultats impossible. La taille des échantillons et l'application des conditions aux limites jouent également un rôle important dans les résultats numériques. Par ailleurs, afin d'identifier d'éventuels effets de l'inertie et de la microstructure, il ne faut pas qu'une dépendance à la vitesse de déformation soit explicitement formulé dans le comportement du matériau de ces simulations.

Une limite de la vitesse de déformation maximale qu'il est possible d'obtenir en respectant l'équilibre des efforts a été identifiée. C'est un verrou à lever pour réaliser nos simulations. Une piste consiste à considérer des états initiaux non statiques [325, 331]. Ce type d'approches est approfondi dans la section suivante.

6.2 Protocoles de simulations

L'étude de l'influence de la vitesse de déformation sur la rupture de matériaux poreux fragiles tels que les PSCC est réalisé par simulation. Plusieurs protocoles de simulation sont proposés et appliqués à une microstructure idéalisée comprenant uniquement des pores sphériques.

6.2.1 Échantillon numérique poreux idéal

Un échantillon carré de côté L est représenté en 2D. Des pores sphériques sont générés aléatoirement en supprimant des éléments (*cf.* Figure 6.5). Deux tailles de pores (rayons R_p) sont utilisées pour avoir des *défauts* plus ou moins critique. Le taux de porosité est de 11 %. La taille moyenne des éléments (R_{DE}) est fixée pour respecter deux conditions :

- être au moins dix fois inférieure au plus petit pore,
- induire un nombre d'éléments N_{DE} supérieur à 10 000, afin d'assurer la convergence du comportement à l'échelle macroscopique [215].

Les différents paramètres géométriques sont résumés dans le Tableau 6.2.

L [μm]	R_p [μm]	R_{DE} [μm]	N_{DE}	Porosité [%]
1	0,05–0,15	0,0033	23 348	11

TABLEAU 6.2 – Paramètres géométriques de l'échantillon numérique poreux.

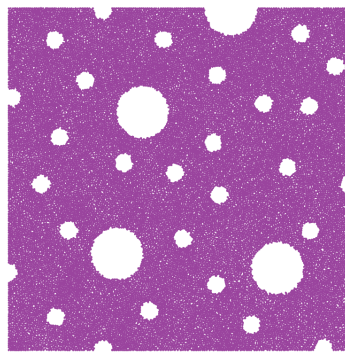


FIGURE 6.5 – Domaine discret 2D poreux idéalisé.

Les propriétés mécaniques de la matrice dense sont résumées dans le Tableau 6.3 où E_m est le module d'Young, ρ_m la masse volumique, σ_r la contrainte à rupture en traction et C_0 la vitesse des ondes élastiques.

Les paramètres mécaniques des *Beams* (Tableau 6.4) sont calibrées afin d'obtenir un comportement élastique macroscopique équivalent à celui du matériau dense. La

fissuration est modélisée en supprimant les *Beams* dont la contrainte équivalente de Rankine dépasse la contrainte seuil σ_μ^{\max} (cf. Annexe F). Les propriétés mécaniques de l'échantillon poreux sont calculées en effectuant un essai de traction ; elles sont reportées dans le Tableau 6.3.

	E_m [GPa]	ν_m [-]	ρ_m [kg/ m ³]	σ_r [MPa]	C_0 [m/ s]
Dense	220	0,30	6060	200	6025
Poreux	150	0,32	5365	70	5287

TABLEAU 6.3 – Propriétés mécaniques macroscopiques des matériaux denses et poreux.

E_μ [GPa]	ν_μ [-]	σ_μ^{\max} [GPa]	\tilde{r} [-]
2865	0,30	4	0,30

TABLEAU 6.4 – Propriétés mécaniques et géométriques des *Beams*.

Il est important de noter qu'aucune dépendance à la vitesse de déformation n'est incluse dans la loi de comportement des *Beams*. De plus, l'intégration numérique ne comprend pas de terme d'amortissement autre que celui induit par le schéma numérique, qui est nul dans cette configuration.

6.2.2 Conditions aux limites

Les conditions aux limites sont décrites sur la Figure 6.6a. L'éprouvette est soumise à une sollicitation uni-axiale suivant \vec{x} en imposant un déplacement normal nul ($U_x = 0$) sur le côté gauche (X_{min}) et une vitesse normale V_x sur le côté opposé (X_{max}). Les bords latéraux du domaine restent libres. La vitesse V_x augmente de manière progressive de 0 à V_{max} en un temps Δt avant de rester constante (cf. Figure 6.6b) :

$$V_x(t) = \begin{cases} V_{\max} \times \frac{1}{2} \left[1 + \sin \left(\frac{2\pi t}{\Delta t} - \frac{\pi}{2} \right) \right] & \text{si } 0 \leq t \leq \Delta t \\ V_{\max} & \text{si } \Delta t \leq t \end{cases} \quad (6.6)$$

La déformation et le taux de déformation axiale sont calculés en utilisant les expressions suivantes :

$$\epsilon_{xx} = \frac{L - L_0}{L_0} \quad \text{et} \quad \dot{\epsilon}_{xx} = \frac{d\epsilon_{xx}}{dt} = \frac{V_x}{L_0}. \quad (6.7)$$

Les forces normales $F_{X_{min}}$ et $F_{X_{max}}$ résultantes sur les bords X_{min} et X_{max} sont mesurées

pour en déduire les contraintes associées et la contrainte moyenne $\bar{\sigma}$:

$$\begin{aligned}\bar{\sigma} &= 0,5 \times (\sigma_{X_{min}} + \sigma_{X_{max}}), \\ \sigma_{X_{min}} &= \frac{F_{X_{min}}}{S} \quad \text{et} \quad \sigma_{X_{max}} = \frac{F_{X_{max}}}{S}.\end{aligned}\tag{6.8}$$

où S est la section initiale qui est calculée en considérant que l'épaisseur (dimension suivant \vec{z}) est égale au diamètre des éléments :

$$S = 2 \times R_{DE} \times L.\tag{6.9}$$

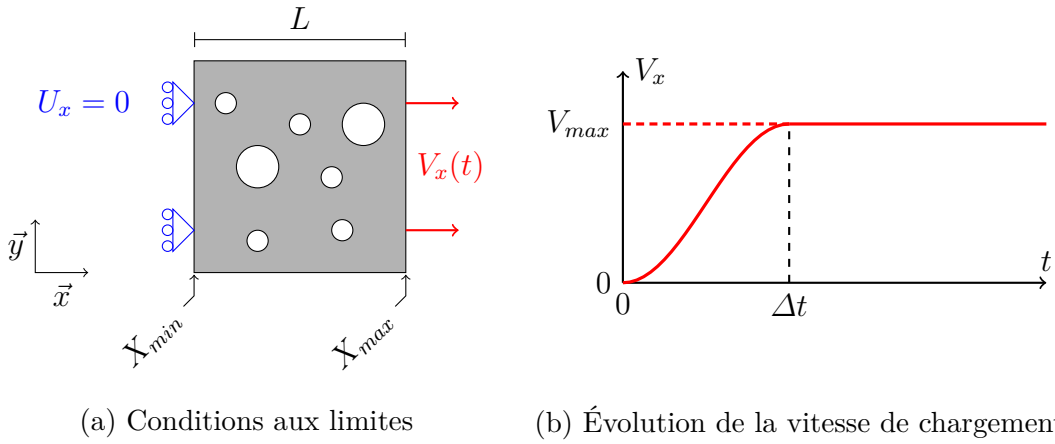


FIGURE 6.6 – Description des conditions aux limites de l'essai numérique de traction uni-axiale.

6.2.3 Conditions initiales

Trois approches sont utilisées pour imposer le chargement tout en respectant l'équilibre des efforts. La première, qui est celle généralement utilisée, consiste à partir d'un état statique. La seconde, décrite dans [325, 331] consiste à imposer un champ de vitesse initial linéaire dans l'échantillon. Enfin, dans la troisième, un champ de vitesse initial non-linéaire est utilisé.

6.2.3.1 Champ de vitesse nul ($\mathbf{V0}$)

De manière équivalente à un essai expérimental où l'échantillon se trouve dans un état initial statique, les simulations sont réalisées à partir d'un état statique, c'est-à-dire que la vitesse de chaque élément i est nulle :

$$\vec{V}_i(t=0) = \vec{0},\tag{6.10}$$

Pour garantir un équilibre des forces ($F_{X_{min}} = F_{X_{max}}$) dans l'échantillon, l'application du chargement doit se faire progressivement, ce qui se traduit par une majoration du temps de montée (Figure 6.6b) :

$$\Delta t > t_{equilibre}. \quad (6.11)$$

Les paramètres géométriques et mécaniques de l'échantillon poreux (Tableau 6.2 et 6.3) donne $\Delta t_{min} = 1 \text{ ns}$ et $\dot{\epsilon}_{max} = 1 \times 10^6 \text{ s}^{-1}$. Il n'est pas possible d'obtenir des valeurs supérieures, car la rupture serait atteinte avant, et il n'est pas possible de diminuer Δt_{min} pour atteindre plus rapidement la vitesse de déformation cible parce qu'il n'y aurait pas d'équilibre des efforts [324].

6.2.3.2 Champ de vitesse linéaire (VL)

En simulation numérique, il est possible d'envisager des conditions initiales non statiques, notamment avec un champ de vitesse initial linéaire dans l'échantillon [325, 331], tel que :

$$\vec{V}_i(t=0) = \frac{X_i - X_{min}}{X_{max} - X_{min}} \times V_{max} \times \vec{x}, \quad (6.12)$$

où X_i est la position de l'élément i suivant l'axe \vec{x} (direction de chargement).

Cela permet d'avoir une vitesse de déformation uniforme dans tout l'échantillon et constante dans le temps (tirets rouges sur la Figure 6.6b) quelle que soit la vitesse maximale. Ce gradient de vitesse est uniquement appliqué suivant \vec{x} (Figure 6.7), le champ de vitesse suivant \vec{y} est nul. Cette variation linéaire fait l'hypothèse d'une déformation homogène, ce qui n'est pas le cas dans un milieu hétérogène. De plus, l'effet Poisson (déformation suivant \vec{y}) est négligé.

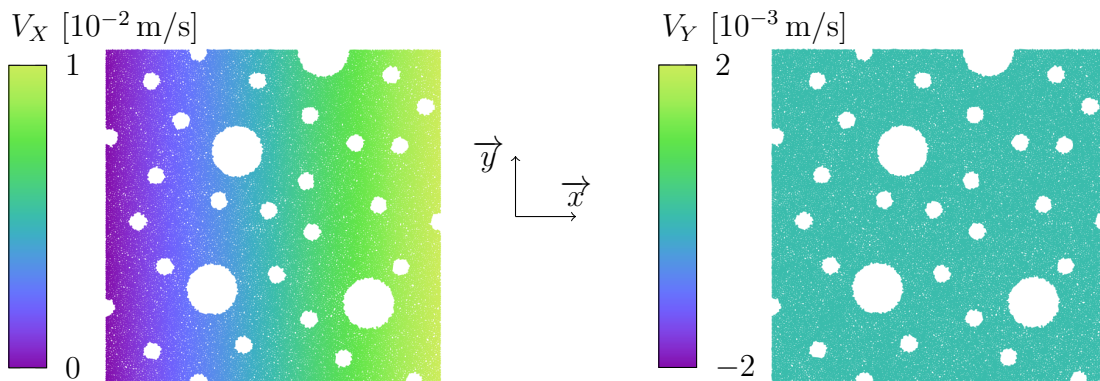


FIGURE 6.7 – Champs de vitesse à l'état initial – linéaire suivant x et nul suivant y.

6.2.3.3 Champ de vitesse hétérogène (VH)

Afin de prendre en compte les hétérogénéités et l'effet Poisson, une troisième approche est proposée. Un calcul préliminaire est réalisé à faible vitesse de déformation, à partir d'un champ de vitesse initial nul.

Le champ de vitesse est enregistré lorsque la réponse est quasi-stationnaire, tout en s'assurant d'être dans le domaine élastique (faible déformation et avant l'amorçage de fissuration). Ce champ de vitesse \vec{V}_i^0 est normalisé puis multiplié par la vitesse cible V_{max} afin d'être utilisé en entrée d'une seconde simulation :

$$\vec{V}_i(t=0) = \vec{V}_i^0 \times \frac{V_{max}}{V_{max}^0}, \quad (6.13)$$

où l'exposant 0 désigne les valeurs obtenues lors du calcul préliminaire.

Dans les faits, le calcul préliminaire est effectué avec $V_{max}^0 = 0,01 \text{ m/s}$ jusqu'à une déformation de $\epsilon_{xx} = 10^{-6}$. Les champs de vitesses initiaux dans les directions \vec{x} et \vec{y} sont présentés sur la Figure 6.8 pour $V_{max} = 1 \text{ m/s}$.

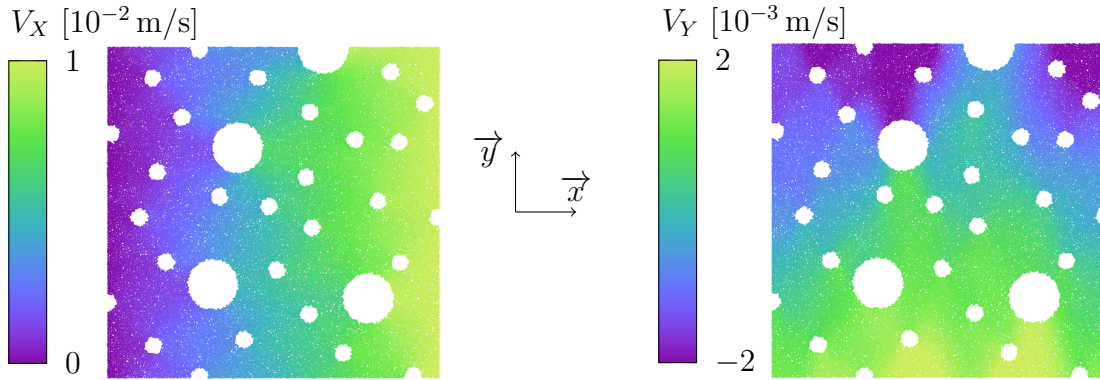


FIGURE 6.8 – Champs de vitesse initiale hétérogène.

6.2.4 Résultats numériques

Des essais numériques de traction uni-axiale sont réalisés à différentes vitesses de déformation avec les trois conditions initiales décrites précédemment. Pour chaque simulation, la Figure 6.9 représente les contraintes calculées à partir des forces en X_{min} (tirets) et X_{max} (pointillés), et la valeur moyenne $\bar{\sigma}$ (plein) en fonction de la déformation. L'évolution de la fissuration est quantifiée par le nombre de liens rompus, normalisé par le nombre de liens initiaux.

Les trois conditions initiales donnent des résultats identiques pour les vitesses de déformations faibles ($< 10^6 \text{ s}^{-1}$). De plus, la différence entre 10^4 s^{-1} et 10^5 s^{-1} est très

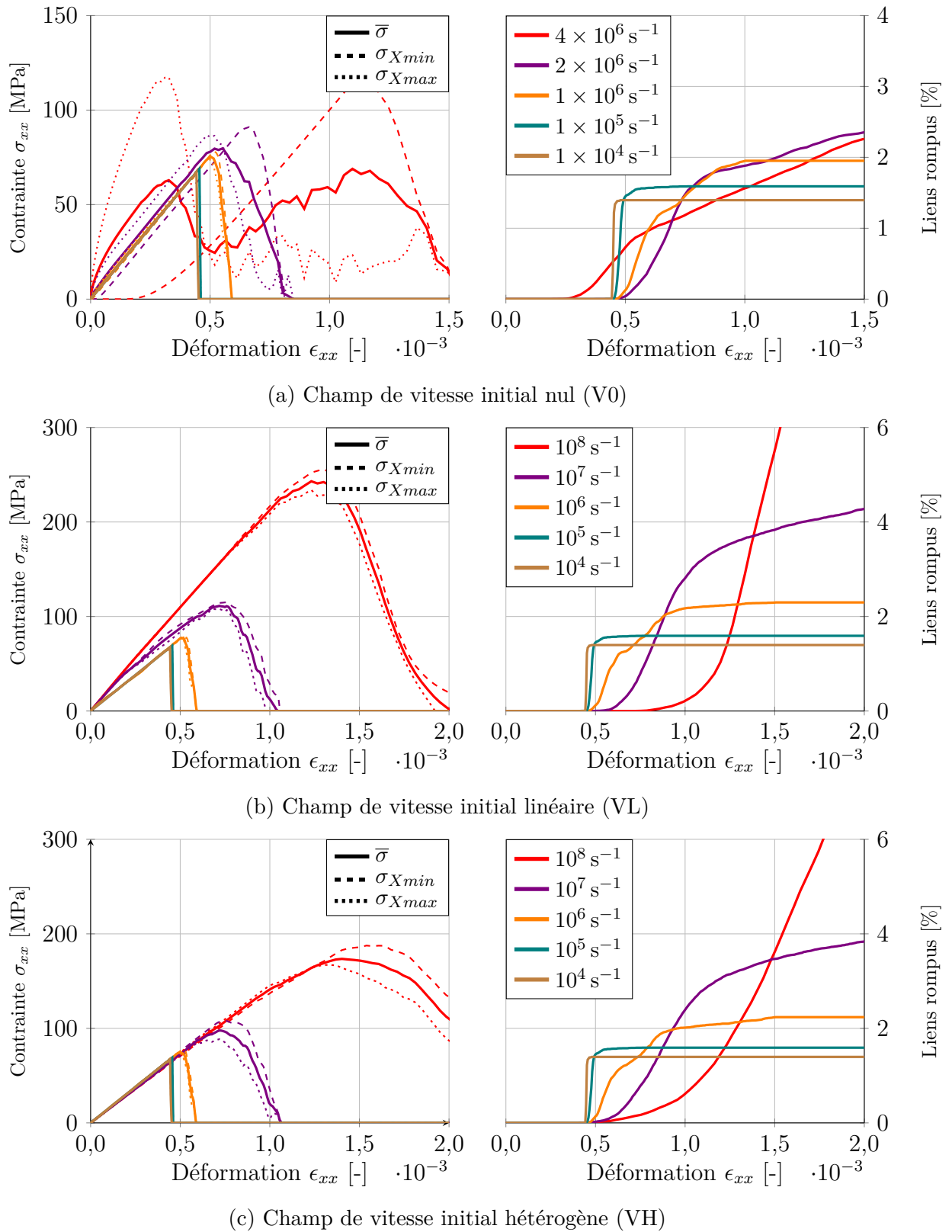


FIGURE 6.9 – Matériau poreux idéal : évolution de la contrainte (gauche) et du nombre de liens cassés (droite) en fonction de la déformation.

faible, ce qui nous permet d'affirmer qu'à ces niveaux, la vitesse de déformation n'a pas d'effet sur le comportement. Comme attendu, l'utilisation de la condition **V0** (Figure 6.9a), implique qu'il n'y a pas d'équilibre des efforts lorsque la vitesse de déformation est supérieure à 10^6 s^{-1} (limite $\dot{\epsilon}_{max}$ calculée en 6.2.3). En effet, pour une vitesse de déformation de $4 \times 10^6 \text{ s}^{-1}$, la contrainte atteint son maximum en X_{max} alors qu'elle commence seulement à augmenter en X_{min} . De ce fait, la moyenne des deux valeurs est inexploitable. Certains auteurs [327, 328] ont rapporté une augmentation de la contrainte maximale et du module élastique en observant uniquement X_{max} . Avec les conditions **VL** (Figure 6.9b) et **VH** (Figure 6.9c), l'équilibre est assuré quelle que soit la vitesse de déformation, même pendant la rupture. En effet, $\sigma_{X_{min}}$ et $\sigma_{X_{max}}$ évoluent de manière similaire.

Les simulations mettent clairement en évidence une augmentation de la contrainte maximale (σ_f) avec la vitesse de déformation (Figure 6.10). L'augmentation est plus importante avec la méthode **VL**. Cette méthode entraîne également une augmentation de la pente des courbes contrainte-déformation lorsque la vitesse de déformation augmente (Figure 6.9b). Le module apparent est plus élevé, car le champ de déformation linéaire ne tient pas compte des pores.

Enfin, l'équation (6.1) est tracée sur la Figure 6.10 avec $\dot{\epsilon}_0 = 5,3 \times 10^7 \text{ s}^{-1}$ et $\sigma_0 = 68 \text{ MPa}$. Les résultats numériques du matériau poreux suivent bien l'évolution en loi puissance 2/3 comme prévu par le modèle de KIMBERLEY, RAMESH et al. [312].

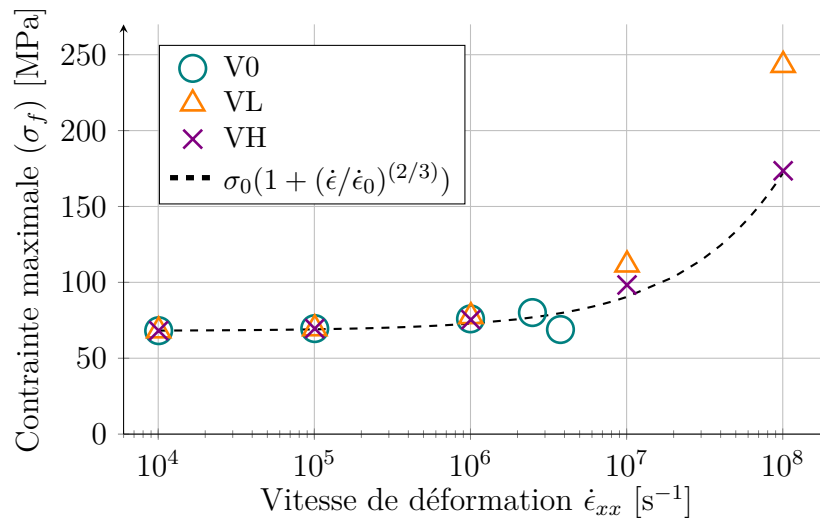


FIGURE 6.10 – Matériau poreux idéal : évolution de la contrainte maximale en fonction de la vitesse de déformation.

L'analyse suivante ne porte que sur les simulations réalisées avec la condition **VH**. La fissuration s'amorce au même niveau de déformation (0,045%) quelle que soit la vitesse de déformation. Ce résultat est attendu, car aucune dépendance à la vitesse

de déformation n'est prise en compte dans le comportement des liens. Plus la vitesse de déformation est importante, plus la pente des courbes montrant l'évolution de la fissuration diminue, mais cela ne signifie pas que la fissuration est plus lente. En effet, comme la déformation augmente plus rapidement, l'augmentation de la fissuration par rapport à la déformation est plus faible. Par ailleurs, la quantité finale de liens rompus (c'est-à-dire de fissures générées) augmente avec la vitesse de déformation. Ce résultat est en accord avec les observations expérimentales [313], et s'explique avec le phénomène d'occultation [322]. Comme expliqué précédemment, la fissuration induit une relaxation des contraintes qui empêche l'amorçage de nouvelles fissures sur les défauts avoisinants. Lorsque la contrainte augmente suffisamment rapidement, plusieurs défauts peuvent initier des fissures avant d'être occultés, d'où une fissuration multiple.

Afin de confirmer cette hypothèse, l'évolution des champs de contrainte viriel (local au niveau des éléments [332]) et de fissuration (via les liens), sont représentés pour $\dot{\epsilon}_{xx} = 10^5 \text{ s}^{-1}$ (Figure 6.11a) et $\dot{\epsilon}_{xx} = 10^7 \text{ s}^{-1}$ (Figure 6.11b). À 10^5 s^{-1} (Figure 6.11a), la fissuration s'amorce au niveau des plus gros pores. Les détente se propagent et font grandir la zone occultée (en bleu) qui empêche l'amorçage de fissures à partir des plus petits pores. À 10^7 s^{-1} (Figure 6.11b), la contrainte dans le reste de l'échantillon augmente plus rapidement, ce qui permet un amorçage des fissures à partir des petits pores, avant qu'ils ne soient occultés par les ondes de relaxation des contraintes initiées par l'ouverture des premières fissures.

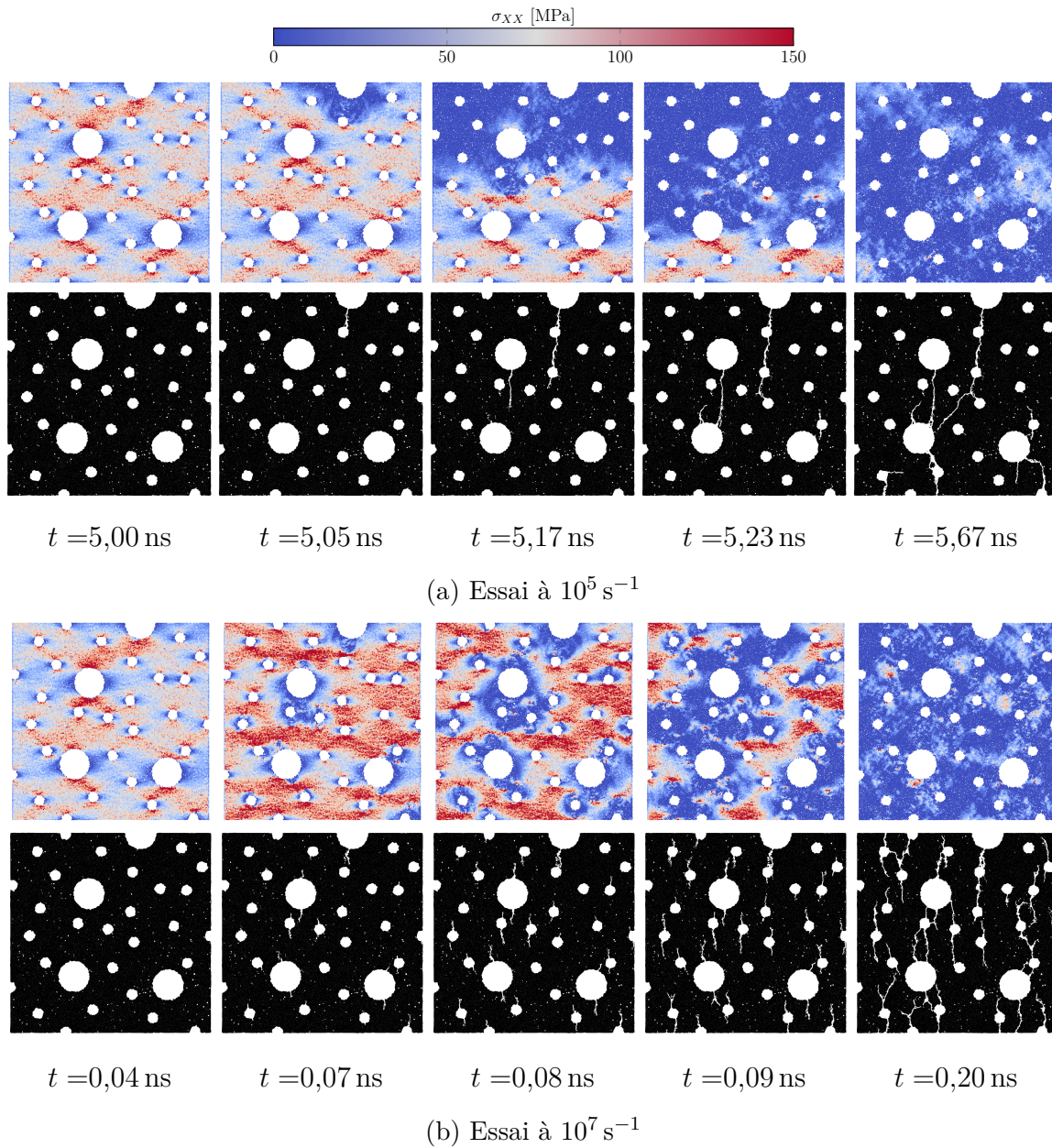


FIGURE 6.11 – Représentation des champs de contrainte viriel axiale σ_{xx} (les zones bleues ont une contrainte négative ou nulle), et des liens (en noir, les pores et fissures sont visible en blanc).

6.2.5 Discussion : la MED a-t-elle une influence naturelle sur la contrainte à rupture ?

Pour affiner l'analyse, nous avons aussi effectué des simulations avec le protocole **VH** en considérant un matériau dense (sans pores). Les résultats sont présentés sur la Figure 6.12. Une augmentation de la contrainte maximale est également observée avec la vitesse de déformation. La comparaison avec les résultats obtenus sur le matériau

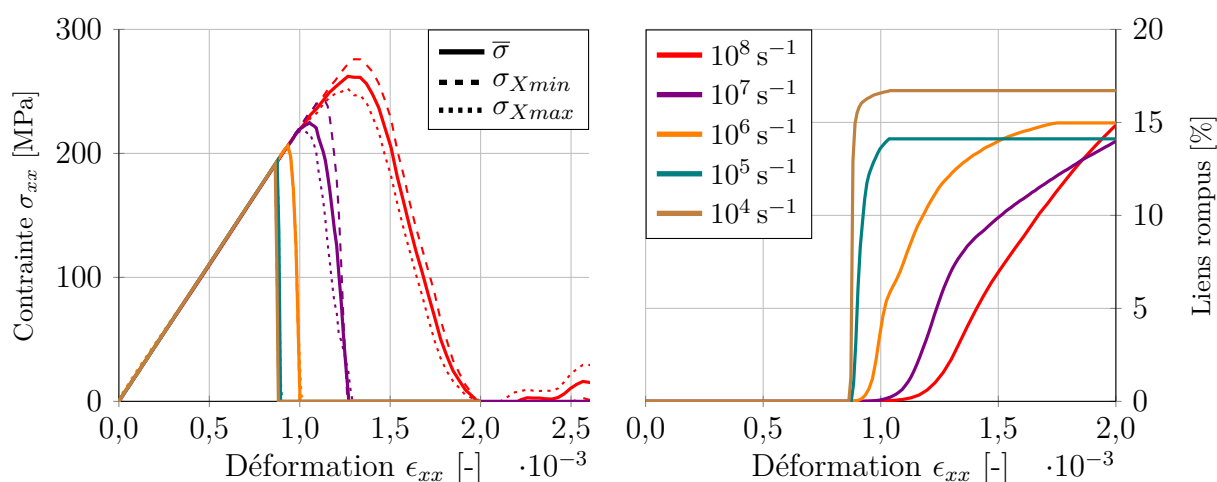


FIGURE 6.12 – Matériau dense : évolution de la contrainte et de la fissuration avec le protocole VH

poreux est présentée sur la Figure 6.13. Pour faciliter la comparaison, les contraintes maximales (σ_f) sont normalisées avec la contrainte à rupture obtenue à la plus faible vitesse de déformation respective, à savoir :

$$\sigma_0 = \sigma_f(\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}). \quad (6.14)$$

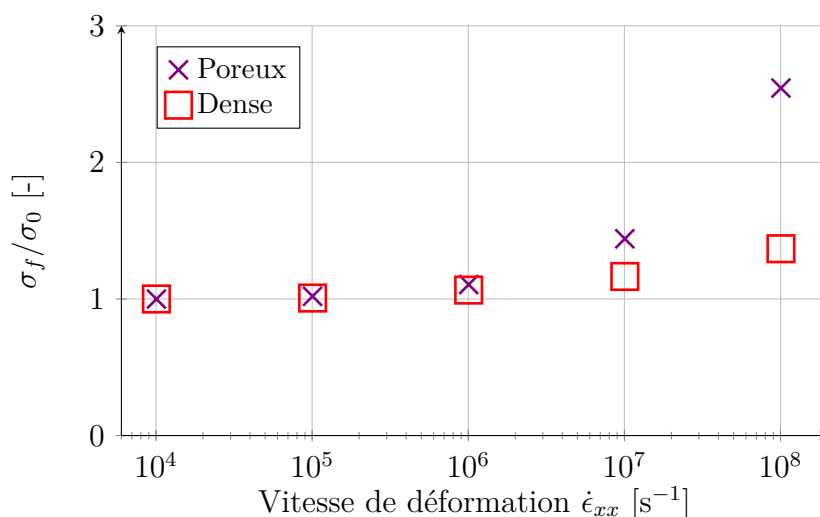


FIGURE 6.13 – Augmentation de la contrainte maximale en fonction de la vitesse de déformation : comparaison entre le matériau poreux et dense avec le protocole VH.

L'augmentation de la contrainte pour le matériau dense est beaucoup plus faible que pour le matériau poreux. En théorie, dans un matériau parfaitement dense sans défaut, la rupture devrait apparaître partout au même moment, quelle que soit la vitesse de déformation. Dans la simulation, la rupture est définie par une contrainte maximale

qui est la même pour chaque lien. Cependant, même si la contrainte macroscopique est homogène, les liens ne sont pas tous sollicités de la même manière en fonction de leur orientation. Ceci est confirmé par l'histogramme des contraintes équivalentes de Rankine des *Beams* tracé sur la Figure 6.14. Le pic à 0 MPa est dû aux liens orientés perpendiculairement à la direction de chargement qui sont en état de compression par effet Poisson. Cette distribution des contraintes est équivalente à une distribution de défauts dans le matériau, qui n'est donc pas strictement homogène dans la simulation. Ceci peut expliquer l'augmentation observée dans les résultats numériques.

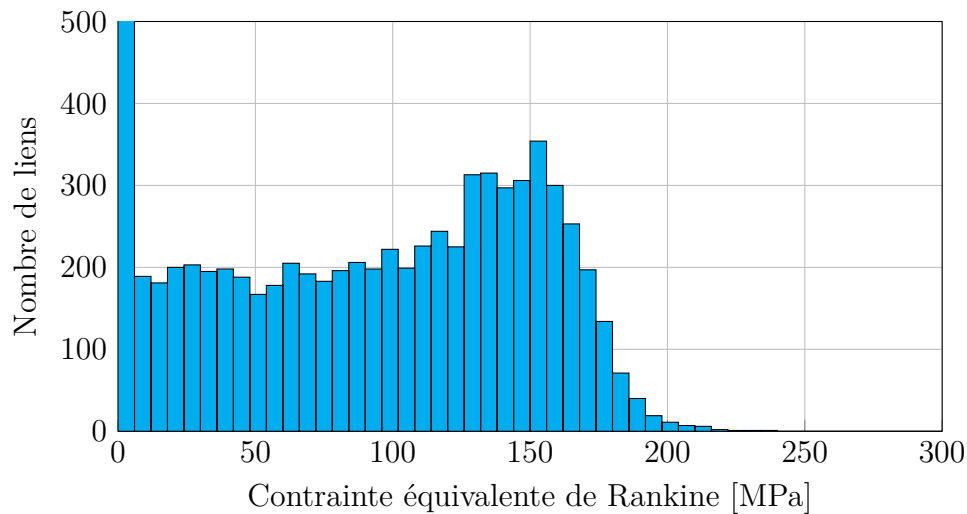


FIGURE 6.14 – Histogramme des contraintes équivalentes de Rankine dans les *Beams* pour une contrainte macroscopique de 12 MPa.

6.3 Application à une microstructure réelle 3D

Après avoir testé et validé notre protocole de simulation sur des matériaux poreux idéalisés, nous avons décidé de l'appliquer sur une structure réelle 3D. Des essais de traction sont simulés en utilisant le protocole VH et l'échantillon Mat1-1 (*cf.* chapitre 3). La sollicitation est appliquée suivant l'axe \vec{z} , qui correspond à la direction de la projection plasma. Les courbes contrainte-déformation obtenues sont tracées sur la Figure 6.15 et l'évolution de la contrainte maximale avec la vitesse de déformation est tracée sur la Figure 6.16.

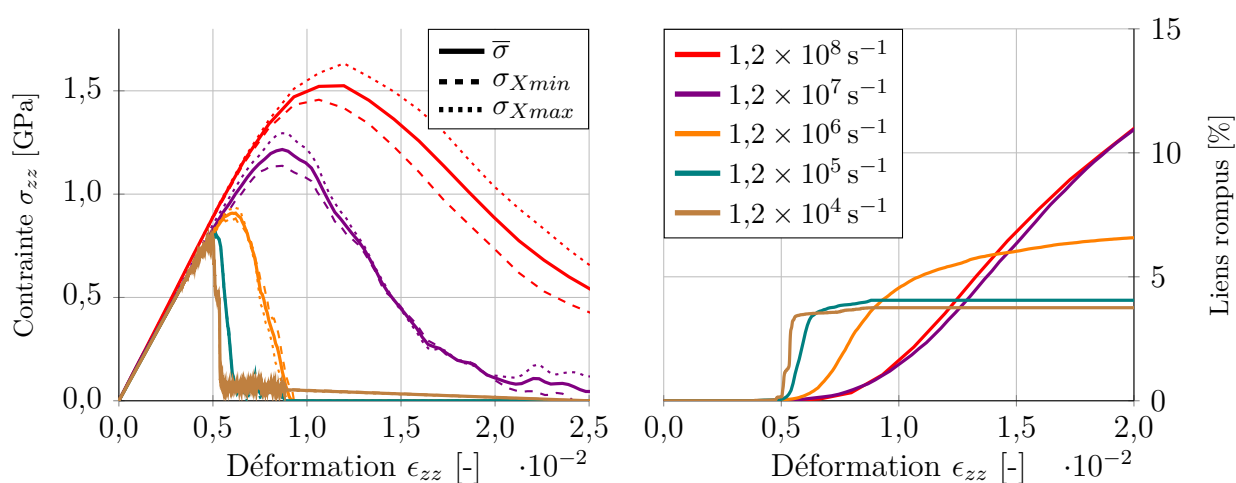


FIGURE 6.15 – Évolution de la contrainte et de la fissuration avec le protocole VH.

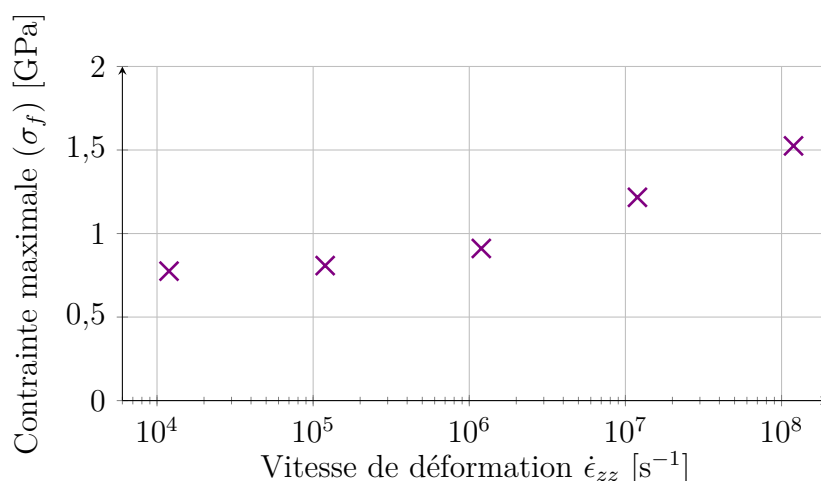


FIGURE 6.16 – Contrainte maximale en fonction de la vitesse de déformation pour le Mat1-1.

Les tendances sont similaires à celles observées avec les calculs 2D réalisés précédemment. Ces résultats valident le protocole VH en 3D avec une microstructure composée

de fissures représentées avec les *Contact-Beam*.

L'analyse des champs de contrainte et de fissuration est plus complexe en 3D. La Figure 6.17 montre les champs de contraintes σ_{zz} dans un plan xz au centre de l'échantillon $y = 0,5(Y_{\max} + Y_{\min})$. Pour visualiser les mécanismes de fissuration, nous avons choisi de représenter uniquement CB, avec les fissures initiales en vert et les nouvelles fissures en rouge. Pour la vitesse de $1,2 \times 10^5 \text{ s}^{-1}$ (Figure 6.17a), il y a une macro-fissure qui apparaît au centre de l'échantillon perpendiculairement à la direction de traction. Pour une vitesse plus élevée de $1,2 \times 10^7 \text{ s}^{-1}$ (Figure 6.17b), plusieurs fissures s'amorcent et conduisent à la multi-fissuration de l'échantillon.

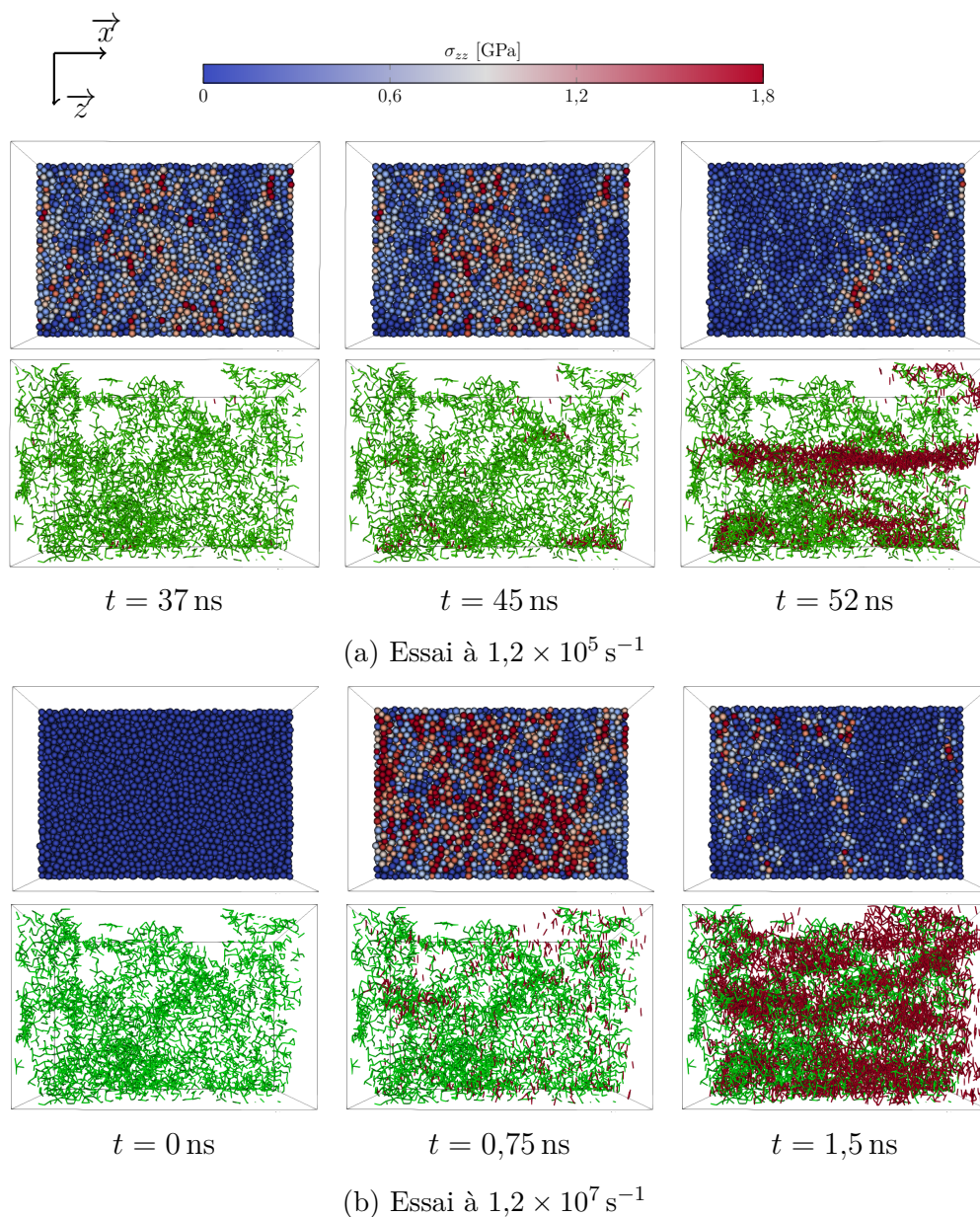


FIGURE 6.17 – Champs de contrainte σ_{zz} dans une coupe (xz) et fissuration au cours du temps – Les fissures initiales sont en vert et les nouvelles fissures sont en rouge.

6.4 Conclusions

Le comportement des matériaux fragiles et hétérogènes est sensible à la vitesse de déformation. Afin d'étudier l'effet de la microstructure sur la rupture en traction à hautes vitesses de déformation des simulations sont réalisées à l'échelle de la microstructure. Un protocole spécifique est utilisé pour garantir l'équilibre des efforts au cours des simulations. Ceci est réalisé en appliquant un champ de vitesse initiale non nul qui prend en compte l'hétérogénéité de la microstructure et permet d'avoir une vitesse de déformation constante au cours des essais.

Un effet de la vitesse de déformation est effectivement observé, que ce soit sur les modèles idéalisés en 2D ou la microstructure réelle en 3D. La contrainte maximale et la densité de fissuration augmentent avec la vitesse de déformation. L'observation des champs de contraintes et de la fissuration au cours de l'essai permet de confirmer qu'un phénomène *d'occultation* est bien à l'origine de ces tendances.

Ces simulations permettent d'améliorer notre compréhension des mécanismes qui interviennent dans la fragmentation dynamique mais aussi de pouvoir, *via* une démarche qui se révèle multi-échelle, nourrir un modèle d'endommagement à l'échelle supérieure. Dans le futur, il pourrait être intéressant de faire varier la porosité, les paramètres matériau et la taille des échantillons de matériau idéaux pour identifier leurs effets sur l'évolution de la contrainte maximale.

Conclusion générale et perspectives

Rappel de la problématique

Les revêtements en céramique obtenus par projection plasma (PSCC) ont une microstructure poreuse et multi-fissurée qui a de nombreux effets sur leur comportement mécanique. Ces travaux s'intéressent plus particulièrement au comportement mécanique sous des sollicitations dynamiques intenses telles que des impacts hyper-véloces ou des chocs lasers. Dans ce cas, la porosité participe l'atténuation des ondes de contraintes, ce qui permet d'envisager ce type de matériau pour réaliser des protections. Néanmoins, elle a aussi un effet délétère en favorisant l'endommagement et la rupture des revêtements.

L'étude expérimentale des mécanismes qui interviennent dans le comportement des PSCC sous des sollicitations dynamiques et l'étude des liens avec la microstructure sont assez complexes. Deux caractéristiques principales ont été identifiées comme responsables de la réponse des PSCC face à des ondes de contraintes, à savoir : le comportement sous compression intense et la rupture en régime dynamique. Un outil de modélisation est nécessaire afin d'étudier le lien entre la microstructure et le comportement, ainsi que d'aider au dimensionnement de protections.

Démarche mise en place

Une approche par modélisation numérique est proposée dans cette thèse. La microstructure d'YSZ, obtenue par APS, est observée en 3D grâce à un MEB-FIB. Ces observations sont exploitées par traitement d'images afin d'extraire les pores et les fissures présentes dans le matériau. La microstructure est ensuite reproduite dans un modèle discret. Dans un souci de performance de calcul, les pores et les fissures sont incorporés dans le domaine discret de deux manières différentes. Les pores sont représentés en supprimant des éléments, tandis que les fissures sont modélisées dans les liens. Une attention particulière a été portée sur la modélisation de l'ouverture initiale des micro-fissures et une méthode de calcul de leur épaisseur par traitement d'image a été proposée. Des volumes numériques ($\sim 20 \times 20 \times 20 \mu\text{m}^3$) correspondant à deux maté-

riaux ayant différents types de porosité ont été générés. La méthode de modélisation est aussi utilisable en 2D à partir d'images **MEB**.

Des simulations sont réalisées sur ces modèles pour comprendre comment la microstructure influence le comportement et pour tenter de prédire ce comportement.

Principaux résultats obtenus

Un cadre de simulation utilisant la **MED**, a été mis en œuvre pour explorer la démarche citée précédemment. Ce cadre a été soigneusement validé par la comparaison qualitative et quantitative de données et de connaissances issues de la littérature et d'expériences réalisées dans le cadre de la thèse.

Pour la première fois, des simulations d'essais mécaniques ont été réalisées sur des modèles 3D de microstructures réelles de **PSCC** avec des micro-fissures, et des simulations numériques de la propagation d'ondes de compression ont été effectuées sur un modèle 2D d'une microstructure réelle de **PSCC**. Ces simulations ont, entre autres, révélé le rôle important de la refermeture des fissures sur le comportement, à la fois en dynamique et en statique dans différentes configurations de sollicitations (traction, compression, uniaxiale et triaxiale).

Le potentiel d'une approche de simulation numérique, à l'échelle microscopique, pour évaluer plusieurs paramètres de modélisation dédiés à l'échelle supérieure a été démontré, dans le cas d'une loi d'état et d'une loi cinétique de contrainte à rupture.

Perspectives

Il est évident que pour obtenir des résultats quantitatifs, il sera nécessaire de générer des modèles numériques représentant un plus grand volume de matière. Ceci pourra être possible en utilisant un **FIB** au plasma ou des tomographies rayons-X de haute précision disponibles par exemple à l'**ESRF**.

Après avoir obtenu des lois de comportements (pression - masse volumique) par compression triaxiale, celles-ci pourront être utilisées dans des simulations à l'échelle macroscopique pour compléter la démarche multi-échelle mise en place dans ce travail. Outre le comportement en compression triaxiale, le comportement lors du déchargement a un rôle majeur dans les phénomènes d'atténuation de l'intensité des ondes lors de leur propagation. Ce comportement pourrait être obtenu en réalisant des essais cyclés, sous réserve de prendre en compte les frottements des surfaces de fissures dans les modèles numériques à l'échelle microscopique. Les résultats obtenus pourront aussi orienter la définition de nouvelles lois de comportement homogène équivalent. La même démarche pourra être mise en place pour définir des lois d'endommagement comme les modèles

de types DFH qui prennent en compte l'anisotropie.

L'outil numérique développé pourra aussi être utilisé à des fins d'étude plus fondamentales pour comprendre, comment la taille des volumes, la distribution de défauts, le type de sollicitation, *etc.*, influencent l'effet de la vitesse de déformation sur la rupture.

Il est aussi possible d'envisager de comparer les performances de différents matériaux pour, à terme, optimiser la microstructure. Un second matériau, contenant des zones nano-poreuses agglomérées, a d'ailleurs été brièvement étudié avec la même approche de modélisation que le premier matériau qui contient principalement des micro-fissures. Des approfondissements seront nécessaires pour modéliser ce type de matériau plus complexe, en particulier pour représenter numériquement les zones nano-poreuses.

Références bibliographiques

- [1] D. R. CLARKE, M. OECHSNER et al. “Thermal-barrier coatings for more efficient gas-turbine engines”. en. In : *MRS Bulletin* 37.10 (2012), p. 891-898. DOI : [10.1557/mrs.2012.232](https://doi.org/10.1557/mrs.2012.232).
- [2] J. L. BOURGADE, R. MARMORET et al. “Diagnostics hardening for harsh environment in Laser Mégajoule (invited)”. en. In : *Review of Scientific Instruments* 79.10 (2008), 10F301. DOI : [10.1063/1.2991161](https://doi.org/10.1063/1.2991161).
- [3] M TOBIN, D. EDER et al. *Debris Shield Survivability and Lifetimes for NIF*. First International Conference on Inertial Fusion Sciences and Applications. 1999.
- [4] B. L. ADAMS, S. R. KALIDINDI et al. “Introduction”. en. In : *Microstructure Sensitive Design for Performance Optimization*. Elsevier, 2013, p. 1-22. DOI : [10.1016/B978-0-12-396989-7.00001-0](https://doi.org/10.1016/B978-0-12-396989-7.00001-0).
- [5] G. BRUNO et M. KACHANOV. “Microstructure-Property Connections for Porous Ceramics : The Possibilities Offered by Micromechanics”. en. In : *Journal of the American Ceramic Society* 99.12 (2016). Sous la dir. de D. J. GREEN, p. 3829-3852. DOI : [10.1111/jace.14624](https://doi.org/10.1111/jace.14624).
- [6] R. HEIMANN. “Applications of Plasma-Sprayed Ceramic Coatings”. en. In : *Key Engineering Materials* 122-124 (1996), p. 399-442. DOI : [10.4028/www.scientific.net/KEM.122-124.399](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.122-124.399).
- [7] L. PAWŁOWSKI. “Strategic oxides for thermal spraying : problems of availability and evolution of prices”. en. In : *Surface and Coatings Technology* 220 (2013), p. 14-19. DOI : [10.1016/j.surfcoat.2012.04.096](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2012.04.096).
- [8] R. L. WOODWARD. “A simple one-dimensional approach to modelling ceramic composite armour defeat”. en. In : *International Journal of Impact Engineering* 9.4 (1990), p. 455-474. DOI : [10.1016/0734-743X\(90\)90035-T](https://doi.org/10.1016/0734-743X(90)90035-T).
- [9] E. MEDVEDOVSKI. “Wear-resistant engineering ceramics”. en. In : *Wear* 249.9 (2001). Number : 9, p. 821-828. DOI : [10.1016/S0043-1648\(01\)00820-1](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(01)00820-1).
- [10] H. HU, L. MAO et al. “Wear-resistant ceramic coatings deposited by liquid thermal spraying”. en. In : *Ceramics International* 48.22 (2022), p. 33245-33255. DOI : [10.1016/j.ceramint.2022.07.267](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.07.267).
- [11] C. PICONI et G. MACCAURO. “Zirconia as a ceramic biomaterial”. en. In : *Bio-materials* 20.1 (1999), p. 1-25. DOI : [10.1016/S0142-9612\(98\)00010-6](https://doi.org/10.1016/S0142-9612(98)00010-6).
- [12] U. SCHULZ, C. LEYENS et al. “Some recent trends in research and technology of advanced thermal barrier coatings”. en. In : *Aerospace Science and Technology* 7.1 (2003). Number : 1, p. 73-80. DOI : [10.1016/S1270-9638\(02\)00003-2](https://doi.org/10.1016/S1270-9638(02)00003-2).

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [13] M. P. BOYCE. “An Overview of Gas Turbines”. en. In : *Gas Turbine Engineering Handbook*. Elsevier, 2012, p. 3-88. DOI : [10.1016/B978-0-12-383842-1.00001-9](https://doi.org/10.1016/B978-0-12-383842-1.00001-9).
- [14] X. CAO, R. VASSEN et al. “Ceramic materials for thermal barrier coatings”. en. In : *Journal of the European Ceramic Society* 24.1 (2004). Number : 1, p. 1-10. DOI : [10.1016/S0955-2219\(03\)00129-8](https://doi.org/10.1016/S0955-2219(03)00129-8).
- [15] T. VOGT, B. A. HUNTER et al. “Structural Evolution of Thermal-Sprayed Yttria-Stabilized ZrO₂ Thermal Barrier Coatings with Annealing-A Neutron Diffraction Study”. en. In : *Journal of the American Ceramic Society* 84.3 (2001). Number : 3, p. 678-680. DOI : [10.1111/j.1151-2916.2001.tb00726.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2001.tb00726.x).
- [16] R. H. J. HANNINK, P. M. KELLY et al. “Transformation Toughening in Zirconia-Containing Ceramics”. en. In : *Journal of the American Ceramic Society* 83.3 (2004), p. 461-487. DOI : [10.1111/j.1151-2916.2000.tb01221.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2000.tb01221.x).
- [17] G. MOULIN, J. FAVERGEON et al. “Zircon - Céramique fonctionnelle”. fr. In : *Techniques de l'ingénieur* (2008).
- [18] D. P. H. HASSELMAN, L. F. JOHNSON et al. “Thermal Diffusivity and Conductivity of Dense Polycrystalline ZrO₂ Ceramics : A Survey”. en. In : *American Ceramic Society Bulletin* 66.5 (1987), p. 799-806.
- [19] G. WITZ, V. SHKLOVER et al. “Phase Evolution in Yttria-Stabilized Zirconia Thermal Barrier Coatings Studied by Rietveld Refinement of X-Ray Powder Diffraction Patterns”. en. In : *Journal of the American Ceramic Society* 90.9 (2007). Number : 9, p. 2935-2940. DOI : [10.1111/j.1551-2916.2007.01785.x](https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2007.01785.x).
- [20] G. LECLERCQ. “Etude du comportement thermomécanique de la YSZ projetée plasma sous vieillissement hydrique”. Fr. Thèse de doct. INSA Lyon, 2014.
- [21] T. SHIMONOSONO, T. UENO et al. “Mechanical and thermal properties of porous yttria-stabilized zirconia”. en. In : *Journal of Asian Ceramic Societies* 7.1 (2019), p. 20-30. DOI : [10.1080/21870764.2018.1547248](https://doi.org/10.1080/21870764.2018.1547248).
- [22] A. PRONER. “Revêtements par projection thermique”. fr. In : *Techniques de l'ingénieur* (1999).
- [23] A. A. ABUBAKAR, A. F. M. ARIF et al. “Modeling Residual Stress Development in Thermal Spray Coatings : Current Status and Way Forward”. en. In : *Journal of Thermal Spray Technology* 26.6 (2017), p. 1115-1145. DOI : [10.1007/s11666-017-0590-1](https://doi.org/10.1007/s11666-017-0590-1).
- [24] J. G. ODHIAMBO, W. LI et al. “Porosity and Its Significance in Plasma-Sprayed Coatings”. en. In : *Coatings* 9.7 (2019). Number : 7, p. 460. DOI : [10.3390/coatings9070460](https://doi.org/10.3390/coatings9070460).
- [25] O. AMSELLEM. “Simulations 2D et 3D de microstructure d'alumine projetée plasma pour l'étude de ses propriétés mécaniques et électriques”. fr. Thèse de doct. 2008.
- [26] P. FAUCHAIS. “Understanding plasma spraying”. en. In : *Journal of Physics D : Applied Physics* 37.9 (2004), R86-R108. DOI : [10.1088/0022-3727/37/9/R02](https://doi.org/10.1088/0022-3727/37/9/R02).

- [27] R. SOBHANVERDI. “Porosity and microstructural features of plasma sprayed Yttria stabilized Zirconia thermal barrier coatings”. en. In : *Ceramics International* 41 (2015), p. 14517-14528. DOI : [10.1016/j.ceramint.2015.07.102](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.07.102).
- [28] S.-J. KIM, J.-K. LEE et al. “Effect of Processing Parameters and Powder Size on Microstructures and Mechanical Properties of Y₂O₃ Coatings Fabricated by Suspension Plasma Spray”. en. In : *Journal of the Korean Ceramic Society* 52.6 (2015), p. 395-402. DOI : [10.4191/kcers.2015.52.6.395](https://doi.org/10.4191/kcers.2015.52.6.395).
- [29] R. MCPHERSON. “A Review Of Microstructure And Properties Of Plasma Sprayed Ceramic Coatings”. en. In : *Surface and Coatings Technology* 39/40 (1989), p. 173-181.
- [30] P. FAUCHAIS, G. MONTAVON et al. “Engineering a new class of thermal spray nano-based microstructures from agglomerated nanostructured particles, suspensions and solutions : an invited review”. en. In : *Journal of Physics D : Applied Physics* 44.9 (2011), p. 093001. DOI : [10.1088/0022-3727/44/9/093001](https://doi.org/10.1088/0022-3727/44/9/093001).
- [31] A. S. M. ANG et C. C. BERNDT. “A review of testing methods for thermal spray coatings”. en. In : *International Materials Reviews* 59.4 (2014), p. 179-223. DOI : [10.1179/1743280414Y.0000000029](https://doi.org/10.1179/1743280414Y.0000000029).
- [32] A. KULKARNI, Z. WANG et al. “Comprehensive microstructural characterization and predictive property modeling of plasma-sprayed zirconia coatings”. en. In : *Acta Materialia* 51.9 (2003), p. 2457-2475. DOI : [10.1016/S1359-6454\(03\)00030-2](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00030-2).
- [33] Y. ZOU et J. MALZBENDER. “Development and optimization of porosity measurement techniques”. en. In : *Ceramics International* 42.2 (2016), p. 2861-2870. DOI : [10.1016/j.ceramint.2015.11.015](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.11.015).
- [34] F. ANDREOLA, C. LEONELLI et al. “Techniques Used to Determine Porosity”. In : *American Ceramic Society Bulletin* 79.7 (2000), p. 49-52.
- [35] Y. WANG, R. GAUVIN et al. “Panoramic statistics on porosity and microstructural features of plasma sprayed Y₂O₃-ZrO₂ thermal barrier coatings”. en. In : *Coatings Technology* 316 (2017), p. 7. DOI : [dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2017.03.030](https://doi.org/dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2017.03.030).
- [36] S. DESHPANDE, A. KULKARNI et al. “Application of image analysis for characterization of porosity in thermal spray coatings and correlation with small angle neutron scattering”. en. In : *Surface and Coatings Technology* 187.1 (2004), p. 6-16. DOI : [doi:10.1016/j.surfcoat.2004.01.032](https://doi.org/doi:10.1016/j.surfcoat.2004.01.032).
- [37] P. LU, J. J. LANNUTTI et al. “X-ray Computed Tomography and Mercury Porosimetry for Evaluation of Density Evolution and Porosity Distribution”. en. In : *Journal of the American Ceramic Society* 83.3 (2004), p. 518-522. DOI : [10.1111/j.1151-2916.2000.tb01227.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2000.tb01227.x).
- [38] J. A. TAILLON, C. PELLEGRINELLI et al. “Improving microstructural quantification in FIB/SEM nanotomography”. en. In : *Ultramicroscopy* 184 (2018), p. 24-38. DOI : [10.1016/j.ultramicro.2017.07.017](https://doi.org/10.1016/j.ultramicro.2017.07.017).

- [39] H. DU, J. H. SHIN et al. “Study on Porosity of Plasma-Sprayed Coatings by Digital Image Analysis Method”. en. In : *Journal of Thermal Spray Technology* 14.4 (2005), p. 453-461. DOI : [10.1361/105996305X76450](https://doi.org/10.1361/105996305X76450).
- [40] M. CANTONI et L. HOLZER. “Advances in 3D focused ion beam tomography”. en. In : *MRS Bulletin* 39.4 (2014). Number : 4, p. 354-360. DOI : [10.1557/mrs.2014.54](https://doi.org/10.1557/mrs.2014.54).
- [41] F. TARIQ, R. HASWELL et al. “Characterization of hierarchical pore structures in ceramics using multiscale tomography”. en. In : *Acta Materialia* 59.5 (2011), p. 2109-2120. DOI : [10.1016/j.actamat.2010.12.012](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.12.012).
- [42] J. H. DUNSMUIR, S. BENNETT et al. “X-ray microtomographic imaging and analysis for basic research”. en. In : *Powder Diffraction* 21.2 (2006), p. 125-131. DOI : [10.1154/1.2204956](https://doi.org/10.1154/1.2204956).
- [43] E. N. LANDIS et D. T. KEANE. “X-ray microtomography”. en. In : *Materials Characterization* 61.12 (2010). Number : 12, p. 1305-1316. DOI : [10.1016/j.matchar.2010.09.012](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2010.09.012).
- [44] A. ABAZA, J. LAURENCIN et al. “Fracture properties of porous yttria-stabilized zirconia under micro-compression testing”. en. In : *Journal of the European Ceramic Society* 42.4 (2022), p. 1656-1669. DOI : [10.1016/j.jeurceramsoc.2021.11.051](https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2021.11.051).
- [45] O. AMSELLEM, K. MADI et al. “Two-dimensional (2D) and three-dimensional (3D) analyses of plasma-sprayed alumina microstructures for finite-element simulation of Young’s modulus”. en. In : *Journal of Materials Science* 43.12 (2008), p. 4091-4098. DOI : [10.1007/s10853-007-2239-9](https://doi.org/10.1007/s10853-007-2239-9).
- [46] U. KLEMENT, J. EKBERG et al. “3D Analysis of Porosity in a Ceramic Coating Using X-ray Microscopy”. en. In : *Journal of Thermal Spray Technology* 26.3 (2017), p. 456-463. DOI : [10.1007/s11666-017-0532-y](https://doi.org/10.1007/s11666-017-0532-y).
- [47] P. MUNROE. “The application of focused ion beam microscopy in the material sciences”. en. In : *Materials Characterization* 60.1 (2009), p. 2-13. DOI : [10.1016/j.matchar.2008.11.014](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2008.11.014).
- [48] L. HOLZER et M. CANTONI. “Review of FIB-tomography”. In : *Nanofabrication using focused ion and electron beams : principles and applications*. Oxford University Press, 2012, p. 410-435.
- [49] I. A. REIMERS, I. V. SAFONOV et al. “Segmentation of 3D FIB-SEM data with pore-back effect”. en. In : *Journal of Physics : Conference Series* 1368 (2019), p. 032015. DOI : [10.1088/1742-6596/1368/3/032015](https://doi.org/10.1088/1742-6596/1368/3/032015).
- [50] A. KULKARNI, A. VAIDYA et al. “Processing effects on porosity-property correlations in plasma sprayed yttria-stabilized zirconia coatings”. en. In : *Materials Science and Engineering : A* 359.1-2 (2003), p. 100-111. DOI : [10.1016/S0921-5093\(03\)00342-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00342-3).
- [51] K. SHINODA et H. MURAKAMI. “Splat Morphology of Yttria-Stabilized Zirconia Droplet Deposited Via Hybrid Plasma Spraying”. en. In : *Journal of Thermal Spray Technology* 19.3 (2010). Number : 3, p. 602-610. DOI : [10.1007/s11666-009-9460-9](https://doi.org/10.1007/s11666-009-9460-9).

- [52] F. CERNUSCHI, I. GOLOSNOY et al. “Microstructural characterization of porous thermal barrier coatings by IR gas porosimetry and sintering forecasts”. en. In : *Acta Materialia* 61.1 (2013), p. 248-262. DOI : [10.1016/j.actamat.2012.09.055](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.09.055).
- [53] I.-H. JUNG, K.-K. BAE et al. “A study of the microstructure of yttria-stabilized zirconia deposited by inductively coupled plasma spraying”. en. In : *Journal of Thermal Spray Technology* 9.4 (2000), p. 463-477. DOI : [10.1007/BF02608548](https://doi.org/10.1007/BF02608548).
- [54] P. WEI, Z. WEI et al. “Splat formation during plasma spraying for 8mol% yttria-stabilized zirconia droplets impacting on stainless steel substrate”. en. In : *Applied Surface Science* 321 (2014), p. 538-547. DOI : [10.1016/j.apsusc.2014.09.159](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.09.159).
- [55] S.-W. YAO. “Conditions and mechanisms for the bonding of a molten ceramic droplet to a substrate after high-speed impact”. en. In : *Acta Materialia* 119 (2016), p. 9-25. DOI : [10.1016/j.actamat.2016.07.057](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.07.057).
- [56] S. SAMPATH et H. HERMAN. “Rapid solidification and microstructure development during plasma spray deposition”. en. In : *Journal of Thermal Spray Technology* 5.4 (1996). Number : 4, p. 445-456. DOI : [10.1007/BF02645275](https://doi.org/10.1007/BF02645275).
- [57] C.-J. LI, G.-J. YANG et al. “Development of Particle Interface Bonding in Thermal Spray Coatings : A Review”. en. In : *Journal of Thermal Spray Technology* 22.2-3 (2013), p. 192-206. DOI : [10.1007/s11666-012-9864-9](https://doi.org/10.1007/s11666-012-9864-9).
- [58] A. J. ALLEN, J ILAVSKY et al. “Microstructural Characterization Of Yttria-Stabilized Zirconia Plasma-Sprayed Deposits Using Multiple Small-Angle Neutron Scattering”. en. In : *Acta Materialia* 49 (2001), p. 1661-1675. DOI : [10.1016/S1359-6454\(00\)00393-1](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(00)00393-1).
- [59] G. ANTOU, G. MONTAVON et al. “Characterizations of the pore-crack network architecture of thermal-sprayed coatings”. en. In : *Materials Characterization* 53.5 (2004), p. 361-372. DOI : [10.1016/j.matchar.2004.08.015](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2004.08.015).
- [60] A. KULKARNI, A. GOLAND et al. “Advanced Microstructural Characterization of Plasma-Sprayed Zirconia Coatings Over Extended Length Scales”. en. In : *Journal of Thermal Spray Technology* 14.2 (2005), p. 239-250. DOI : [10.1361/10599630523818](https://doi.org/10.1361/10599630523818).
- [61] Y. LI, W. CHI et al. “Process-Controlled Plasma-Sprayed Yttria-Stabilized Zirconia Coatings : New Insights from Ultrasmall-Angle X-ray Scattering”. en. In : *Journal of the American Ceramic Society* 92.2 (2009), p. 491-500. DOI : [10.1111/j.1551-2916.2008.02887.x](https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2008.02887.x).
- [62] S.-H. LEIGH et C. C. BERNDT. “Quantitative Evaluation of Void Distributions within a Plasma-Sprayed Ceramic”. en. In : *Journal of the American Ceramic Society* 82.1 (2004), p. 17-21. DOI : [10.1111/j.1151-2916.1999.tb01717.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1999.tb01717.x).
- [63] S. TAO, J. YANG et al. “Atmospheric plasma sprayed thick thermal barrier coatings : Microstructure, thermal shock behaviors and failure mechanism”. en. In : *Engineering Failure Analysis* 131 (2022), p. 105819. DOI : [10.1016/j.engfailanal.2021.105819](https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2021.105819).

- [64] A. CIPITRIA, I. GOLOSNOY et al. “A sintering model for plasma-sprayed zirconia TBCs. Part I : Free-standing coatings”. en. In : *Acta Materialia* 57.4 (2009), p. 980-992. DOI : [10.1016/j.actamat.2008.10.024](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.10.024).
- [65] C LAMUTA. “Microstructural, mechanical and tribological properties of nano-structured YSZ coatings produced with different APS process parameters”. en. In : *Ceramics International* 41 (2015), p. 8904-8914. DOI : [10.1016/j.ceramint.2015.03.148](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.03.148).
- [66] Y. WANG, Y. BAI et al. “Microstructural evolution of plasma sprayed submicron-/nano-zirconia-based thermal barrier coatings”. en. In : *Applied Surface Science* 363 (2016), p. 101-112. DOI : [10.1016/j.apsusc.2015.12.010](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.12.010).
- [67] V. BOLLEDDU, V. RACHERLA et al. “Characterization of air plasma-sprayed yttria-stabilized zirconia coatings deposited with nitrogen”. en. In : *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 90.9-12 (2017). Number : 9-12, p. 3437-3449. DOI : [10.1007/s00170-016-9613-1](https://doi.org/10.1007/s00170-016-9613-1).
- [68] G. D. GIROLAMO. “Microstructure, mechanical properties and thermal shock resistance of plasma sprayed nanostructured zirconia coatings”. en. In : *Ceramics International* 37 (2011), p. 2711-2717. DOI : [10.1016/j.ceramint.2011.04.024](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2011.04.024).
- [69] P. SOKOŁOWSKI, L. PAWŁOWSKI et al. “Advanced Microscopic Study of Suspension Plasma-Sprayed Zirconia Coatings with Different Microstructures”. en. In : *Journal of Thermal Spray Technology* 25.1-2 (2016), p. 94-104. DOI : [10.1007/s11666-015-0310-7](https://doi.org/10.1007/s11666-015-0310-7).
- [70] J. B. HUANG, W. Z. WANG et al. “A novel strategy to control the microstructure of plasma-sprayed YSZ thermal barrier coatings”. en. In : *Surface and Coatings Technology* 402 (2020), p. 126304. DOI : [10.1016/j.surfcoat.2020.126304](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.126304).
- [71] S. V. SHINDE, E. J. GILDERSLEEVE V et al. “Segmentation crack formation dynamics during air plasma spraying of zirconia”. en. In : *Acta Materialia* 183 (2020), p. 196-206. DOI : [10.1016/j.actamat.2019.10.052](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.10.052).
- [72] M. KARGER, R. VASSEN et al. “Atmospheric plasma sprayed thermal barrier coatings with high segmentation crack densities : Spraying process, microstructure and thermal cycling behavior”. en. In : *Surface and Coatings Technology* 206.1 (2011). Number : 1, p. 16-23. DOI : [10.1016/j.surfcoat.2011.06.032](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2011.06.032).
- [73] L. PAWŁOWSKI. “Suspension and solution thermal spray coatings”. en. In : *Coatings Technology* (2009), p. 23.
- [74] W. FAN et Y. BAI. “Review of suspension and solution precursor plasma sprayed thermal barrier coatings”. en. In : *Ceramics International* 42.13 (2016). Number : 13, p. 14299-14312. DOI : [10.1016/j.ceramint.2016.06.063](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.06.063).
- [75] K. VANEVRY, M. J. M. KRANE et al. “Column Formation in Suspension Plasma-Sprayed Coatings and Resultant Thermal Properties”. en. In : *Journal of Thermal Spray Technology* 20.4 (2011), p. 817-828. DOI : [10.1007/s11666-011-9632-2](https://doi.org/10.1007/s11666-011-9632-2).

- [76] N. CURRY, K. VANEVERY et al. “Performance Testing of Suspension Plasma Sprayed Thermal Barrier Coatings Produced with Varied Suspension Parameters”. en. In : *Coatings* 5.3 (2015), p. 338-356. DOI : [10.3390/coatings5030338](https://doi.org/10.3390/coatings5030338).
- [77] R. LIMA et B. MARPLE. “Nanostructured YSZ thermal barrier coatings engineered to counteract sintering effects”. en. In : *Materials Science and Engineering : A* 485.1-2 (2008), p. 182-193. DOI : [10.1016/j.msea.2007.07.082](https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.07.082).
- [78] A. GANVIR, S. JOSHI et al. “Tailoring columnar microstructure of axial suspension plasma sprayed TBCs for superior thermal shock performance”. en. In : *Materials & Design* 144 (2018), p. 192-208. DOI : [10.1016/j.matdes.2018.02.011](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.02.011).
- [79] T.-S. SHEU, T.-Y. TIEN et al. “Cubic-to-Tetragonal (t’) Transformation in Zirconia-Containing Systems”. en. In : *Journal of the American Ceramic Society* 75.5 (1992), p. 1108-1116. DOI : [10.1111/j.1151-2916.1992.tb05546.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1992.tb05546.x).
- [80] E.-J. YANG, X.-T. LUO et al. “A TEM Study of the Microstructure of Plasma-Sprayed YSZ Near Inter-splat Interfaces”. en. In : *Journal of Thermal Spray Technology* 24.6 (2015). Number : 6, p. 907-914. DOI : [10.1007/s11666-015-0260-0](https://doi.org/10.1007/s11666-015-0260-0).
- [81] X. SONG, J. ZHANG et al. “Microstructures and residual strain/stresses of YSZ coatings prepared by plasma spraying”. en. In : *Materials Letters* 240 (2019), p. 217-220. DOI : [10.1016/j.matlet.2018.12.126](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.12.126).
- [82] X. ZHU, Y. HUANG et al. “Crystallinity, Stresses, and Cracks of YSZ Coatings Characterized by SEM–EBSD–Raman Spectroscopy”. en. In : *Journal of Thermal Spray Technology* 29.5 (2020), p. 995-1001. DOI : [10.1007/s11666-020-01051-4](https://doi.org/10.1007/s11666-020-01051-4).
- [83] X. SONG, F. MENG et al. “Relationship between cracks and microstructures in APS YSZ coatings at elevated temperatures”. en. In : *Materials Characterization* 131 (2017), p. 277-284. DOI : [10.1016/j.matchar.2017.07.008](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.07.008).
- [84] S. KURODA et T. CLYNE. “The quenching stress in thermally sprayed coatings”. en. In : *Thin Solid Films* 200.1 (1991). Number : 1, p. 49-66. DOI : [10.1016/0040-6090\(91\)90029-W](https://doi.org/10.1016/0040-6090(91)90029-W).
- [85] J PINA, A DIAS et al. “Study by X-ray diffraction and mechanical analysis of the residual stress generation during thermal spraying”. en. In : *Materials Science and Engineering : A* 347.1-2 (2003), p. 21-31. DOI : [10.1016/S0921-5093\(02\)00580-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00580-4).
- [86] M. FRIIS, C. PERSSON et al. “Influence of particle in-flight characteristics on the microstructure of atmospheric plasma sprayed yttria stabilized ZrO₂”. en. In : *Surface and Coatings Technology* 141.2-3 (2001), p. 115-127. DOI : [10.1016/S0257-8972\(01\)01239-7](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(01)01239-7).
- [87] J. PATRU. “Modélisation du développement des contraintes résiduelles au sein de dépôts plasma de zircone et d’acier”. fr. Thèse de doct. Université de Limoges, 2005.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [88] G. BERTRAND, P. BERTRAND et al. “Low conductivity plasma sprayed thermal barrier coating using hollow psz spheres : Correlation between thermophysical properties and microstructure”. en. In : *Surface and Coatings Technology* 202.10 (2008), p. 1994-2001. DOI : [10.1016/j.surfcoat.2007.08.042](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2007.08.042).
- [89] S. KARTHIKEYAN, V. BALASUBRAMANIAN et al. “Developing empirical relationships to estimate porosity and Young’s modulus of plasma sprayed YSZ coatings”. en. In : *Applied Surface Science* 296 (2014), p. 31-46. DOI : [10.1016/j.apsusc.2014.01.021](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.01.021).
- [90] V. DEBOUT. “Contribution à l’étude des propriétés optiques de dépôts plasma de zircone yttrée : influences de leurs caractéristiques microstructurales et physico-chimiques”. fr. Thèse de doct. 2007.
- [91] M. MUTTER, G. MAUER et al. “Systematic Investigation on the Influence of Spray Parameters on the Mechanical Properties of Atmospheric Plasma-Sprayed YSZ Coatings”. en. In : *Journal of Thermal Spray Technology* 27.4 (2018), p. 566-580. DOI : [10.1007/s11666-018-0697-z](https://doi.org/10.1007/s11666-018-0697-z).
- [92] W. KOLLENBERG et J. DECKER. “Influence of powder-characteristics on the microstructure of ceramic plasma spray coatings”. en. In : *Fresenius’ Journal of Analytical Chemistry* 346.1-3 (1993), p. 327-333. DOI : [10.1007/BF00321444](https://doi.org/10.1007/BF00321444).
- [93] I. GULYAEV, V. KUZMIN et al. “Plasma spraying of thermal barrier coatings using YSZ powders”. en. In : *Materials Today : Proceedings* 19 (2019), p. 2134-2138. DOI : [10.1016/j.matpr.2019.07.226](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.07.226).
- [94] Z. WANG, A. KULKARNI et al. “Effects of pores and interfaces on effective properties of plasma sprayed zirconia coatings”. en. In : *Acta Materialia* 51.18 (2003), p. 5319-5334. DOI : [10.1016/S1359-6454\(03\)00390-2](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00390-2).
- [95] A. NOURI et A. SOLA. “Powder morphology in thermal spraying”. en. In : *Journal of Advanced Manufacturing and Processing* 1.3 (2019), e10020. DOI : [10.1002/amp2.10020](https://doi.org/10.1002/amp2.10020).
- [96] S. LI, Y. AN et al. “Plasma sprayed YSZ coatings deposited at different deposition temperatures, part 1 : Splats, microstructures, mechanical properties and residual stress”. en. In : *Surface and Coatings Technology* 350 (2018), p. 712-721. DOI : [10.1016/j.surfcoat.2018.07.074](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.07.074).
- [97] P. FAUCHAIS, M. FUKUMOTO et al. “Knowledge Concerning Splat Formation : An Invited Review”. en. In : *Journal of Thermal Spray Technology* 13.3 (2004), p. 337-360. DOI : [10.1361/10599630419670](https://doi.org/10.1361/10599630419670).
- [98] S. TSIPAS et I. GOLOSNOY. “Effect of substrate temperature on the microstructure and properties of thick plasma-sprayed YSZ TBCs”. en. In : *Journal of the European Ceramic Society* 31.15 (2011). Number : 15, p. 2923-2929. DOI : [10.1016/j.jeurceramsoc.2011.07.022](https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2011.07.022).
- [99] S.-H. LIU, J. TRELLES et al. “Low-pressure plasma-induced physical vapor deposition of advanced thermal barrier coatings : Microstructures, modelling and mechanisms”. en. In : *Materials Today Physics* 21 (2021), p. 100481. DOI : [10.1016/j.mtphys.2021.100481](https://doi.org/10.1016/j.mtphys.2021.100481).

- [100] S. BHUSAL, C. ZHANG et al. “A computational approach for predicting microstructure and mechanical properties of plasma sprayed ceramic coatings from powder to bulk”. en. In : *Surface and Coatings Technology* 374 (2019), p. 1-11. DOI : [10.1016/j.surfcoat.2019.05.068](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.05.068).
- [101] Y. TAN, A. SHYAM et al. “Anisotropic elastic properties of thermal spray coatings determined via resonant ultrasound spectroscopy”. en. In : *Acta Materialia* 58.16 (2010), p. 5305-5315. DOI : [10.1016/j.actamat.2010.06.003](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.06.003).
- [102] R. MUSALEK, J. MATEJICEK et al. “Non-Linear Mechanical Behavior of Plasma Sprayed Alumina Under Mechanical and Thermal Loading”. en. In : *Journal of Thermal Spray Technology* 19.1-2 (2010), p. 422-428. DOI : [10.1007/s11666-009-9362-x](https://doi.org/10.1007/s11666-009-9362-x).
- [103] S. PATIBANDA, V. NAGDA et al. “Mechanical behavior of freestanding 8YSZ thin films under tensile and bending loads”. en. In : *Surface and Coatings Technology* 393 (2020), p. 125771. DOI : [10.1016/j.surfcoat.2020.125771](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.125771).
- [104] A. PANDEY, A. SHYAM et al. “The Uniaxial Tensile Response of Porous and Microcracked Ceramic Materials”. en. In : *Journal of the American Ceramic Society* 97.3 (2014). Sous la dir. de K. FABER, p. 899-906. DOI : [10.1111/jace.12720](https://doi.org/10.1111/jace.12720).
- [105] L.-S. CHANG, T.-H. CHUANG et al. “Characterization of alumina ceramics by ultrasonic testing”. en. In : *Materials Characterization* 45.3 (2000), p. 221-226. DOI : [10.1016/S1044-5803\(00\)00081-4](https://doi.org/10.1016/S1044-5803(00)00081-4).
- [106] S. R. CHOI. “High-Temperature Slow Crack Growth, Fracture Toughness And Room-Temperature Deformation Behavior Of Plasma-Sprayed ZrO_2 -8wt % Y_2O_3 ”. In : *22nd Annual Conference on Composites, Advanced L ceramics, Materials, and Structures : B. T.* 19. Cocoa Beach, Florida : The American Ceramic Society, 1998, p. 293-301. DOI : [10.1002/9780470294499.ch33](https://doi.org/10.1002/9780470294499.ch33).
- [107] S. PARTHASARATHI, B. R. TITTMANN et al. “Ultrasonic characterization of elastic anisotropy in plasma-sprayed alumina coatings”. en. In : *Journal of Thermal Spray Technology* 4.4 (1995), p. 367-373. DOI : [10.1007/BF02648637](https://doi.org/10.1007/BF02648637).
- [108] A. WANNER et E. H. LUTZ. “Elastic Anisotropy of Plasma-Sprayed, Free-standing Ceramics”. en. In : *Journal of the American Ceramic Society* 81.10 (2005). Number : 10, p. 2706-2708. DOI : [10.1111/j.1151-2916.1998.tb02680.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1998.tb02680.x).
- [109] M. LANDA, F. KROUPA et al. “Effect of Uniaxial Pressure on Ultrasound Velocities and Elastic Moduli in Plasma-Sprayed Ceramics”. en. In : *Journal of Thermal Spray Technology* 12.2 (2003), p. 226-233. DOI : [10.1361/105996303770348339](https://doi.org/10.1361/105996303770348339).
- [110] P. PLANQUES, V. VIDAL et al. “Mechanical and Thermo-physical Properties of Plasma-Sprayed Thermal Barrier Coatings : A Literature Survey”. en. In : *Oxidation of Metals* 88.1-2 (2017), p. 133-143. DOI : [10.1007/s11085-016-9693-1](https://doi.org/10.1007/s11085-016-9693-1).
- [111] T. NAKAMURA, G. QIAN et al. “Effects of Pores on Mechanical Properties of Plasma-Sprayed Ceramic Coatings”. en. In : *Journal of the American Ceramic Society* 83.3 (2004), p. 578-584. DOI : [10.1111/j.1151-2916.2000.tb01236.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2000.tb01236.x).

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [112] T. WAKUI, J. MALZBENDER et al. “Strain dependent stiffness of plasma sprayed thermal barrier coatings”. en. In : *Surface and Coatings Technology* 200.16-17 (2006), p. 4995-5002. DOI : [10.1016/j.surfcoat.2005.05.001](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2005.05.001).
- [113] F. KROUPA. “Nonlinear Behavior in Compression and Tension of Thermally Sprayed Ceramic Coatings”. en. In : *Journal of Thermal Spray Technology* 16.1 (2007), p. 84-95. DOI : [10.1007/s11666-006-9009-0](https://doi.org/10.1007/s11666-006-9009-0).
- [114] S. PAUL. “Stiffness of Plasma Sprayed Thermal Barrier Coatings”. en. In : *Coatings* 7.5 (2017), p. 68. DOI : [10.3390/coatings7050068](https://doi.org/10.3390/coatings7050068).
- [115] J. I. ELDRIDGE, D. ZHU et al. “Mesoscopic Nonlinear Elastic Modulus of Thermal Barrier Coatings Determined by Cylindrical Punch Indentation”. en. In : *Journal of the American Ceramic Society* 84.11 (2001), p. 2737-2739. DOI : [10.1111/j.1151-2916.2001.tb01087.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2001.tb01087.x).
- [116] S. R. CHOI, D. ZHU et al. “Mechanical Properties/Database of Plasma-Sprayed ZrO_2 -8wt% Y_2O_3 Thermal Barrier Coatings”. en. In : *International Journal of Applied Ceramic Technology* 1.4 (2005), p. 330-342. DOI : [10.1111/j.1744-7402.2004.tb00184.x](https://doi.org/10.1111/j.1744-7402.2004.tb00184.x).
- [117] Y. LIU, T. NAKAMURA et al. “Non-linear elastic properties of plasma-sprayed zirconia coatings and associated relationships with processing conditions”. en. In : *Acta Materialia* 55.14 (2007), p. 4667-4678. DOI : [10.1016/j.actamat.2007.04.037](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.04.037).
- [118] H. ECHSLER, D. RENUSCH et al. “Mechanical behaviour of as sprayed and sintered air plasma sprayed partially stabilised zirconia”. en. In : *Materials Science and Technology* 20.7 (2004), p. 869-876. DOI : [10.1179/026708304225017346](https://doi.org/10.1179/026708304225017346).
- [119] S. R. CHOI. “Deformation And Strength Behavior Of Plasma-Sprayed ZrO_2 -8wt % Y_2O_3 Thermal Barrier Coatings In Biaxial Flexure And Trans Thickness Tension”. In : Todd Jessen, Ersan Ustundag : The American Ceramic Society, 2000, p. 653-661. DOI : [10.1002/9780470294635.ch77](https://doi.org/10.1002/9780470294635.ch77).
- [120] T. NAKAMURA et Y. LIU. “Determination of nonlinear properties of thermal sprayed ceramic coatings via inverse analysis”. en. In : *International Journal of Solids and Structures* 44.6 (2007), p. 1990-2009. DOI : [10.1016/j.ijsolstr.2006.08.012](https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2006.08.012).
- [121] M. ARAI, X. WU et al. “Inelastic Deformation of Freestanding Plasma-sprayed Thermal Barrier Coatings”. en. In : *Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering* 4.2 (2010), p. 221-234. DOI : [10.1299/jmmp.4.221](https://doi.org/10.1299/jmmp.4.221).
- [122] V. HAROK et K. NEUFUSS. “Elastic and Inelastic Effects in Compression in Plasma-Sprayed Ceramic Coatings”. en. In : *Journal of Thermal Spray Technology* 10.1 (2001), p. 126-132. DOI : [10.1361/105996301770349592](https://doi.org/10.1361/105996301770349592).
- [123] E. F. REJDA, D. F. SOCIE et al. “Deformation behavior of plasma-sprayed thick thermal barrier coatings”. en. In : *Surface and Coatings Technology* 113.3 (1999), p. 218-226. DOI : [10.1016/S0257-8972\(98\)00843-3](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(98)00843-3).

- [124] G. BRUNO et M. KACHANOV. “Porous microcracked ceramics under compression : Micromechanical model of non-linear behavior”. en. In : *Journal of the European Ceramic Society* 33.11 (2013), p. 2073-2085. DOI : [10.1016/j.jeurceramsoc.2013.03.012](https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2013.03.012).
- [125] S. R. CHOI, D. ZHU et al. “Effect of Sintering on Mechanical Properties of Plasma-Sprayed Zirconia-Based Thermal Barrier Coatings”. en. In : *Journal of the American Ceramic Society* 88.10 (2005), p. 2859-2867. DOI : [10.1111/j.1551-2916.2005.00504.x](https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2005.00504.x).
- [126] N. TASSINI, K. LAMBRINOU et al. “Study of the amplitude-dependent mechanical behaviour of yttria-stabilised zirconia thermal barrier coatings”. en. In : *Journal of the European Ceramic Society* 27.2-3 (2007), p. 1487-1491. DOI : [10.1016/j.jeurceramsoc.2006.05.041](https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2006.05.041).
- [127] K. R. CROSS, W. R. LULL et al. “Potential of Graded Coatings in Vibration Damping”. en. In : *Journal of Aircraft* 10.11 (1973), p. 689-691. DOI : [10.2514/3.60284](https://doi.org/10.2514/3.60284).
- [128] S. PATSIAS, N. TASSINI et al. “Ceramic coatings : Effect of deposition method on damping and modulus of elasticity for yttria-stabilized zirconia”. en. In : *Materials Science and Engineering : A* 442.1-2 (2006), p. 504-508. DOI : [10.1016/j.msea.2006.04.129](https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.04.129).
- [129] E. BAR-ON, M. ELERT et al. “More on the response of ceramics to shock waves”. en. In : Waikoloa (Hawaii), 2008, p. 223-226. DOI : [10.1063/1.2833015](https://doi.org/10.1063/1.2833015).
- [130] D. LAL, P. KUMAR et al. “Effect of microstructure on fracture behavior of freestanding plasma sprayed 7 wt.% Y₂O₃ stabilized ZrO₂”. en. In : *Journal of the European Ceramic Society* 41.7 (2021), p. 4294-4301. DOI : [10.1016/j.jeurceramsoc.2021.02.038](https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2021.02.038).
- [131] J. THOMPSON et T. CLYNE. “The effect of heat treatment on the stiffness of zirconia top coats in plasma-sprayed TBCs”. en. In : *Acta Materialia* 49.9 (2001), p. 1565-1575. DOI : [10.1016/S1359-6454\(01\)00065-9](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00065-9).
- [132] J. LUO, C. DAI et al. “Elasto-plastic characteristics and mechanical properties of as-sprayed 8mol% yttria-stabilized zirconia coating under nano-scales measured by nanoindentation”. en. In : *Applied Surface Science* 309 (2014), p. 271-277. DOI : [10.1016/j.apsusc.2014.05.026](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.05.026).
- [133] A. S. M. ANG et C. C. BERNDT. “Investigating the anisotropic mechanical properties of plasma sprayed yttria-stabilised zirconia coatings”. en. In : *Surface and Coatings Technology* 259 (2014), p. 551-559. DOI : [10.1016/j.surfcoat.2014.10.031](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2014.10.031).
- [134] H.-y. QI, L.-z. ZHOU et al. “Measurement of Young’s Modulus and Poisson’s Ratio of Thermal Barrier Coatings”. en. In : *Chinese Journal of Aeronautics* 18.2 (2005), p. 180-184. DOI : [10.1016/S1000-9361\(11\)60326-9](https://doi.org/10.1016/S1000-9361(11)60326-9).
- [135] Z. HASHIN. “The Elastic Moduli of Heterogeneous Materials”. en. In : *Journal of Applied Mechanics* 29.1 (1962), p. 143-150. DOI : [10.1115/1.3636446](https://doi.org/10.1115/1.3636446).

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [136] W. PABST, E. GREGOROVÁ et al. “Elasticity of porous ceramics—A critical study of modulus-porosity relations”. en. In : *Journal of the European Ceramic Society* 26.7 (2006), p. 1085-1097. DOI : [10.1016/j.jeurceramsoc.2005.01.041](https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2005.01.041).
- [137] R. M. SPRIGGS. “Expression for Effect of Porosity on Elastic Modulus of Polycrystalline Refractory Materials, Particularly Aluminum Oxide”. en. In : *Journal of the American Ceramic Society* 44.12 (1961). Number : 12, p. 628-629. DOI : [10.1111/j.1151-2916.1961.tb11671.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1961.tb11671.x).
- [138] J. C. WANG. “Young’s modulus of porous materials Part 2 Young’s modulus of porous alumina with changing pore structure”. en. In : *Journal of materials science* 19 (1984), p. 809-8014. DOI : [10.1007/BF00540452](https://doi.org/10.1007/BF00540452).
- [139] D. P. H. HASSELMAN. “On the Porosity Dependence of the Elastic Moduli of Polycrystalline Refractory Materials”. en. In : *Journal of the American Ceramic Society* 45.9 (1962). Number : 9, p. 452-453. DOI : [10.1111/j.1151-2916.1962.tb11191.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1962.tb11191.x).
- [140] A. V. MANOYLOV, F. M. BORODICH et al. “Modelling of elastic properties of sintered porous materials”. en. In : *Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 469.2154 (2013), p. 20120689. DOI : [10.1098/rspa.2012.0689](https://doi.org/10.1098/rspa.2012.0689).
- [141] Y. H. ZHAO et G. J. WENG. “Effective Elastic Moduli of Ribbon-Reinforced Composites”. en. In : *Journal of Applied Mechanics* 57.1 (1990), p. 158-167. DOI : [10.1115/1.2888297](https://doi.org/10.1115/1.2888297).
- [142] M. KACHANOV, I. TSUKROV et al. “Effective Moduli of Solids With Cavities of Various Shapes”. en. In : *Applied Mechanics Reviews* 47.1S (1994), S151-S174. DOI : [10.1115/1.3122810](https://doi.org/10.1115/1.3122810).
- [143] I. SEVOSTIANOV et M. KACHANOV. “Modeling of the anisotropic elastic properties of plasma-sprayed coatings in relation to their microstructure”. en. In : *Acta Materialia* 48.6 (2000), p. 1361-1370. DOI : [10.1016/S1359-6454\(99\)00384-5](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00384-5).
- [144] I SEVOSTIANOV, M KACHANOV et al. “Quantitative characterization of microstructures of plasma-sprayed coatings and their conductive and elastic properties”. en. In : *Materials Science and Engineering A* 386.1-2 (2004), p. 164-174. DOI : [10.1016/S0921-5093\(04\)00924-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(04)00924-4).
- [145] F. KROUPA et J. PLESEK. “Nonlinear elastic behavior in compression of thermally sprayed materials”. en. In : *Materials Science and Engineering : A* 328.1-2 (2002), p. 1-7. DOI : [10.1016/S0921-5093\(01\)01653-7](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01653-7).
- [146] S. ASGHARI, M. SALIMI et al. “Modeling nonlinear elastic behavior of plasma sprayed ceramics and its evolution with sintering”. en. In : *Materials Science and Engineering : A* 527.16-17 (2010). Number : 16-17, p. 4241-4249. DOI : [10.1016/j.msea.2010.03.059](https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.03.059).
- [147] S. PATIBANDA, R. ABRAHAMS et al. “Validating a nonlinear elastic model for predicting the nonlinear mechanical behaviour of plasma sprayed YSZ coatings under tension”. en. In : *Surface and Coatings Technology* 408 (2021), p. 126770. DOI : [10.1016/j.surfcoat.2020.126770](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.126770).

- [148] K. W. SCHLICHTING, N. P. PADTURE et al. “Thermal conductivity of dense and porous yttria-stabilized zirconia”. en. In : *Journal of Materials Science* 36 (2001), p. 3003-3010. DOI : [10.1023/A:1017970924312](https://doi.org/10.1023/A:1017970924312).
- [149] S. KARTHIKEYAN, V. BALASUBRAMANIAN et al. “Developing empirical relationships to estimate porosity and microhardness of plasma-sprayed YSZ coatings”. en. In : *Ceramics International* 40.2 (2014), p. 3171-3183. DOI : [10.1016/j.ceramint.2013.09.125](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2013.09.125).
- [150] M. A. MEYERS. *Dynamic behavior of materials*. en. New York : Wiley, 1994.
- [151] K. K. PHANI et S. K. NIYOGI. “Porosity dependence of ultrasonic velocity and elastic modulus in sintered uranium dioxide — a discussion”. en. In : *Journal of Materials Science Letters* 5.4 (1986), p. 427-430. DOI : [10.1007/BF01672350](https://doi.org/10.1007/BF01672350).
- [152] S. ZHANG, M. ZHIYUAN et al. “Comprehensive Analysis for the Effect of Thermal Barrier Coating Porosity on Ultrasonic Longitudinal Wave Velocity”. en. In : *Recent Featured Applications of Artificial Intelligence Methods. LSMS 2020 and ICSEE 2020 Workshops*. T. 1303. Series Title : Communications in Computer and Information Science. Singapore : Springer Singapore, 2020, p. 349-357. DOI : [10.1007/978-981-33-6378-6_26](https://doi.org/10.1007/978-981-33-6378-6_26).
- [153] D. N. BOCCACCINI et A. R. BOCCACCINI. “Dependence of Ultrasonic Velocity on Porosity and Pore Shape in Sintered Materials”. In : *Journal of Nondestructive Evaluation* 16.4 (1997), p. 187-192. DOI : [10.1023/A:1021891813782](https://doi.org/10.1023/A:1021891813782).
- [154] P. MAZILU et G. ONDRACEK. “On The Effective Youngs Modulus Of Elasticity For Porous Materials Part 1 : The General Model Equation”. In : *Thermal Effects in Fracture of Multiphase Materials, Proc. Euromech Colloquium 255*. 1998, p. 214-230. DOI : [10.1007/978-3-642-88479-5_22](https://doi.org/10.1007/978-3-642-88479-5_22).
- [155] M. ASMANI, C. KERMELE et al. “Influence of porosity on Young’s modulus and Poisson’s ratio in alumina ceramics”. en. In : *Journal of the European Ceramic Society* 21 (2001), p. 1081-1086. DOI : [10.1016/S0955-2219\(00\)00314-9](https://doi.org/10.1016/S0955-2219(00)00314-9).
- [156] N. RAMAKRISHNAN. “Speed of sound in porous materials”. en. In : *Bulletin of Materials Science* 17.5 (1994). Number : 5, p. 499-504. DOI : [10.1007/BF02757895](https://doi.org/10.1007/BF02757895).
- [157] R. ZHAO et C. LI. “Porosity-dependent velocities of longitudinal and transverse waves in dry porous materials”. en. In : *Applied Acoustics* 176 (2021), p. 107757. DOI : [10.1016/j.apacoust.2020.107757](https://doi.org/10.1016/j.apacoust.2020.107757).
- [158] D. J. FREW, M. J. FORRESTAL et al. “A split Hopkinson pressure bar technique to determine compressive stress-strain data for rock materials”. en. In : *Experimental Mechanics* 41.1 (2001), p. 40-46. DOI : [10.1007/BF02323102](https://doi.org/10.1007/BF02323102).
- [159] P. CHARTAGNAC et B. JIMENEZ. “Description du canon à gaz DEMETER et des chaînes de mesures associées”. fr. In : *Revue de Physique Appliquée* 19.8 (1984), p. 609-618. DOI : [10.1051/rphysap:01984001908060900](https://doi.org/10.1051/rphysap:01984001908060900).
- [160] S. N. LUO, D. C. SWIFT et al. “Laser-induced shock waves in condensed matter : some techniques and applications”. en. In : *High Pressure Research* 24.4 (2004), p. 409-422. DOI : [10.1080/08957950412331331709](https://doi.org/10.1080/08957950412331331709).

- [161] P. L. HEREIL, F LASSALLE et al. “GEPI : An ICE Generator for Dynamic Material Characterization and Hypervelocity Impact”. en. In : *AIP Conference Proceedings* 706.1 (2004), p. 1209-1212. DOI : [10.1063/1.1780455](https://doi.org/10.1063/1.1780455).
- [162] L. BREMAUD. “Contribution à la modélisation de l’endommagement sous sollicitations dynamiques de céramiques”. Thèse de doct. 2023.
- [163] B. JODAR. “Etude du comportement dynamique sous choc des verres métalliques massifs”. fr. Thèse de doct. 2018.
- [164] J. GUBERNATIS et E. DOMANY. “Effects of microstructure on the speed and attenuation of elastic waves in porous materials”. en. In : *Wave Motion* 6.6 (1984), p. 579-589. DOI : [10.1016/0165-2125\(84\)90048-9](https://doi.org/10.1016/0165-2125(84)90048-9).
- [165] M. OZDEMIR, S. OTERKUS et al. “Evaluation of dynamic behaviour of porous media including micro-cracks by ordinary state-based peridynamics”. en. In : *Engineering with Computers* 39.1 (2023), p. 61-79. DOI : [10.1007/s00366-021-01506-4](https://doi.org/10.1007/s00366-021-01506-4).
- [166] A. G. EVANS, B. R. TITTMANN et al. “Ultrasonic attenuation in ceramics”. en. In : *Journal of Applied Physics* 49.5 (1978), p. 2669-2679. DOI : [10.1063/1.325185](https://doi.org/10.1063/1.325185).
- [167] D. GRADY. “Analytic Solutions and Constitutive Relations for Shock Propagation in Porous Media”. In : *AIP Conference Proceedings*. T. 706. Portland, Oregon (USA) : AIP, 2004, p. 205-208. DOI : [10.1063/1.1780217](https://doi.org/10.1063/1.1780217).
- [168] L. A. MERZHEVSKII. “Simulation of the Dynamic Compression of Porous Al₂O₃”. en. In : (1999).
- [169] M. GRUJICIC, B. PANDURANGAN et al. “Shock-Wave Attenuation and Energy-Dissipation Potential of Granular Materials”. en. In : *Journal of Materials Engineering and Performance* 21.2 (2012), p. 167-179. DOI : [10.1007/s11665-011-9954-8](https://doi.org/10.1007/s11665-011-9954-8).
- [170] B. C. WAI. “Investigation of shock wave attenuation in porous materials”. en. Thèse de doct. 2009.
- [171] V. KAZEMI-KAMYAB, K. SUBRAMANIAM et al. “Stress transmission in porous materials impacted by shock waves”. en. In : *Journal of Applied Physics* 109.1 (2011), p. 013523. DOI : [10.1063/1.3517791](https://doi.org/10.1063/1.3517791).
- [172] R. E. SETCHELL. “Shock wave compression of the ferroelectric ceramic Pb_{0.99}(Zr_{0.95}Ti_{0.05})_{0.98}Nb_{0.02}O₃ : Hugoniot states and constitutive mechanical properties”. en. In : *Journal of Applied Physics* 94.1 (2003), p. 573-588. DOI : [10.1063/1.1578526](https://doi.org/10.1063/1.1578526).
- [173] E. BAR-ON, Y. PARTOM et al. “Porous compaction as the mechanism causing the Hugoniot Elastic Limit”. en. In : *International Journal of Impact Engineering* 27.5 (2002), p. 509-520. DOI : [10.1016/S0734-743X\(01\)00150-6](https://doi.org/10.1016/S0734-743X(01)00150-6).
- [174] Y. YU, W. WANG et al. “Mesoscopic deformation features of shocked porous ceramic : Polycrystalline modeling and experimental observations”. en. In : *Journal of Applied Physics* 117.12 (2015). Number : 12, p. 125901. DOI : [10.1063/1.4916244](https://doi.org/10.1063/1.4916244).

- [175] T. JIANG, Y. YU et al. “Macroscopic shock plasticity of brittle material through designed void patterns”. en. In : *Journal of Applied Physics* 119.9 (2016). Number : 9, p. 095905. DOI : [10.1063/1.4943227](https://doi.org/10.1063/1.4943227).
- [176] B. BRANCH, A. IONITA et al. “Controlling shockwave dynamics using architecture in periodic porous materials”. en. In : *Journal of Applied Physics* 121.13 (2017). Number : 13, p. 135102. DOI : [10.1063/1.4978910](https://doi.org/10.1063/1.4978910).
- [177] Y. YU, W. WANG et al. “Modeling multiscale evolution of numerous voids in shocked brittle material”. en. In : *Physical Review E* 89.4 (2014). Number : 4, p. 043309. DOI : [10.1103/PhysRevE.89.043309](https://doi.org/10.1103/PhysRevE.89.043309).
- [178] L WANG. “Modeling of thermal properties and failure of thermal barrier coatings with the use of finite element methods : A review”. en. In : *Journal of the European Ceramic Society* 36 (2016), p. 1313-1331. DOI : [10.1016/j.jeurceramsoc.2015.12.038](https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2015.12.038).
- [179] Z. JIANG, G. GAO et al. “Mechanical response and deformation mechanisms of porous PZT95/5 ceramics under shock-wave compression”. en. In : *Journal of the European Ceramic Society* 41.2 (2021), p. 1251-1262. DOI : [10.1016/j.jeurceramsoc.2020.09.051](https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2020.09.051).
- [180] Y. YU, W. WANG et al. “Controllable fracture in shocked ceramics : Shielding one region from severely fractured state with the sacrifice of another region”. en. In : *International Journal of Solids and Structures* 135 (2018), p. 137-147. DOI : [10.1016/j.ijsolstr.2017.11.016](https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2017.11.016).
- [181] Y. YU, X. CAO et al. “Delayed fracture of porous ceramics under shock-wave compression”. en. In : *Engineering Fracture Mechanics* 208 (2019), p. 38-44. DOI : [10.1016/j.engfracmech.2019.01.001](https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2019.01.001).
- [182] T. ANTOUN, éd. *Spall fracture*. en. High pressure shock compression of condensed matter. New York Berlin Heidelberg : Springer, 2003.
- [183] R. ECAULT. “Etude expérimentale et numérique du comportement dynamique de composites aéronautiques sous choc laser. Optimisation du test d’adhérence par ondes de choc sur les assemblages composites collés”. fr. Thèse de doct. 2015.
- [184] W. HERRMANN. “Constitutive Equation for the Dynamic Compaction of Ductile Porous Materials”. en. In : *Journal of Applied Physics* 40.6 (1969), p. 2490-2499. DOI : [10.1063/1.1658021](https://doi.org/10.1063/1.1658021).
- [185] L. SEAMAN, R. E. TOKHEIM et al. *Computational Representation of Constitutive Relations for Porous Material*. 1974.
- [186] B JODAR, G SEISSON et al. “Enhancement of a dynamic porous model considering compression-release hysteresis behavior : application to graphite”. en. In : *Journal of Physics D : Applied Physics* 49.32 (2016), p. 325301. DOI : [10.1088/0022-3727/49/32/325301](https://doi.org/10.1088/0022-3727/49/32/325301).
- [187] J. K. MACKENZIE. “The Elastic Constants of a Solid containing Spherical Holes”. en. In : *Proceedings of the Physical Society. Section B* 63.1 (1950), p. 2-11. DOI : [10.1088/0370-1301/63/1/302](https://doi.org/10.1088/0370-1301/63/1/302).

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [188] P. PRADEL. “Etude de la compaction dynamique de mousses polymères : Experiences et modélisation”. fr. Thèse de doct. Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d’Aérotechnique, 2018.
- [189] R. BALOKHONOV, A. ZINOVIEV et al. “The computational micromechanics of materials with porous ceramic coatings”. en. In : *Meccanica* 51.2 (2016), p. 415-428. DOI : [10.1007/s11012-015-0296-8](https://doi.org/10.1007/s11012-015-0296-8).
- [190] F. de FRANCQUEVILLE, J. DIANI et al. “Use of a micromechanical approach to understand the mechanical behavior of solid propellants”. en. In : *Mechanics of Materials* 153 (2021), p. 103656. DOI : [10.1016/j.mechmat.2020.103656](https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2020.103656).
- [191] F. ASADI, D. ANDRÉ et al. “Advances in micro-mechanical modeling using a bonded-particle model and periodic homogenization within discrete element framework applied to heterogeneous ceramics”. en. In : *Journal of the European Ceramic Society* 43.3 (2023), p. 1205-1219. DOI : [10.1016/j.jeurceramsoc.2022.10.073](https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2022.10.073).
- [192] K. RADI, H. SAAD et al. “Effect of microstructure heterogeneity on the damage resistance of nacre-like alumina : Insights from image-based discrete simulations”. en. In : *Scripta Materialia* 191 (2021), p. 210-214. DOI : [10.1016/j.scriptamat.2020.09.034](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.09.034).
- [193] M. ALOTAIBI. “Application of an Image-Based Model of the Elastic Modulus of Porous Thermal Barrier Coatings”. en. In : *Metals and Materials International* 28.8 (2022), p. 1794-1808. DOI : [10.1007/s12540-021-01084-6](https://doi.org/10.1007/s12540-021-01084-6).
- [194] X. ZHANG, A. C. COCKS et al. “An image-based model for the sintering of air plasma sprayed thermal barrier coatings”. en. In : *Acta Materialia* 206 (2021), p. 116649. DOI : [10.1016/j.actamat.2021.116649](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2021.116649).
- [195] A. S. GRIGORIEV, A. V. ZABOLOTSKIY et al. “Analysis of the Quasi-Static and Dynamic Fracture of the Silica Refractory Using the Mesoscale Discrete Element Modelling”. en. In : *Materials* 14.23 (2021), p. 7376. DOI : [10.3390/ma14237376](https://doi.org/10.3390/ma14237376).
- [196] E. V. SHILKO, A. S. GRIGORIEV et al. “Development of a mesoscale mechanical model of ceramic materials with multiscale porosity. Silica refractory case study”. en. In : Tomsk, Russia, 2023, p. 020130. DOI : [10.1063/5.0162808](https://doi.org/10.1063/5.0162808).
- [197] K. MA, J. ZHU et al. “Effect of porous microstructure on the elastic modulus of plasma-sprayed thermal barrier coatings : Experiment and numerical analysis”. en. In : *Surface and Coatings Technology* 235 (2013), p. 589-595. DOI : [10.1016/j.surfcoat.2013.08.030](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2013.08.030).
- [198] B. EL ZOGHBI et R. ESTEVEZ. “A numerical investigation of the effect of thermal aging, processing and humidity on initiation and delayed cracking in plasma-sprayed coatings”. en. In : *Surface and Coatings Technology* 438 (2022), p. 128379. DOI : [10.1016/j.surfcoat.2022.128379](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2022.128379).
- [199] A. COCKS, N. FLECK et al. “A brick model for asperity sintering and creep of APS TBCs”. en. In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 63 (2014), p. 412-431. DOI : [10.1016/j.jmps.2013.08.016](https://doi.org/10.1016/j.jmps.2013.08.016).

- [200] M. GUPTA. *Design of Thermal Barrier Coatings : A Modelling Approach*. en. SpringerBriefs in Materials. Cham : Springer International Publishing, 2015. DOI : [10.1007/978-3-319-17254-5](https://doi.org/10.1007/978-3-319-17254-5).
- [201] J. LAURENCIN, R. QUEY et al. “Characterisation of Solid Oxide Fuel Cell Ni-8YSZ substrate by synchrotron X-ray nano-tomography : from 3D reconstruction to microstructure quantification”. en. In : *Journal of Power Sources* 198 (2012), p. 182-189. DOI : [10.1016/j.jpowsour.2011.09.105](https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2011.09.105).
- [202] J.-H. QIAO, R. BOLOT et al. “Finite element modeling of the elastic modulus of thermal barrier coatings”. en. In : *Surface and Coatings Technology* 220 (2013), p. 170-173. DOI : [10.1016/j.surfcoat.2012.05.031](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2012.05.031).
- [203] J.-P. ROYET. “Stereology : A method for analyzing images”. en. In : *Progress in Neurobiology* 37.5 (1991), p. 433-474. DOI : [10.1016/0301-0082\(91\)90009-P](https://doi.org/10.1016/0301-0082(91)90009-P).
- [204] C. L. Y. YEONG et S. TORQUATO. “Reconstructing random media. II. Three-dimensional media from two-dimensional cuts”. en. In : *Physical review E* 58.1 (1998), p. 224-233. DOI : [10.1103/PhysRevE.58.224](https://doi.org/10.1103/PhysRevE.58.224).
- [205] S. KENCH, I. SQUIRES et al. “MicroLib : A library of 3D microstructures generated from 2D micrographs using SliceGAN”. en. In : *Scientific Data* 9.1 (2022), p. 645. DOI : [10.1038/s41597-022-01744-1](https://doi.org/10.1038/s41597-022-01744-1).
- [206] M. GUPTA, N. CURRY et al. “Design of next generation thermal barrier coatings — Experiments and modelling”. en. In : *Surface and Coatings Technology* 220 (2013), p. 20-26. DOI : [10.1016/j.surfcoat.2012.09.015](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2012.09.015).
- [207] T. WIEDERKEHR, B. KLUSEMANN et al. “An image morphing method for 3D reconstruction and FE-analysis of pore networks in thermal spray coatings”. en. In : *Computational Materials Science* 47.4 (2010), p. 881-889. DOI : [10.1016/j.commatsci.2009.11.019](https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2009.11.019).
- [208] Y. HUANG. “3D meso-scale fracture modelling and validation of concrete based on in-situ X-ray Computed Tomography images using damage plasticity model”. en. In : *International Journal of Solids and Structures* 67-68 (2015), p. 340-352. DOI : [10.1016/j.ijsolstr.2015.05.002](https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2015.05.002).
- [209] I. SMOLIN, P. MAKAROV et al. “Numerical simulation of mesomechanical behavior of porous brittle materials”. en. In : *Procedia Structural Integrity* 2 (2016), p. 3353-3360. DOI : [10.1016/j.prostr.2016.06.418](https://doi.org/10.1016/j.prostr.2016.06.418).
- [210] P. A. CUNDALL et O. D. L. STRACK. “A discrete numerical model for granular assemblies”. en. In : *Géotechnique* 29.1 (1979), p. 47-65. DOI : [10.1680/geot.1979.29.1.47](https://doi.org/10.1680/geot.1979.29.1.47).
- [211] D. O. POTYONDY et P. A. CUNDALL. “A bonded-particle model for rock”. en. In : *International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences* 41 (2004), p. 1329-1364. DOI : [10.1016/j.ijrmms.2004.09.011](https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2004.09.011).
- [212] W. LECLERC, H. HADDAD et al. “On the suitability of a Discrete Element Method to simulate cracks initiation and propagation in heterogeneous media”. en. In : *International Journal of Solids and Structures* 108 (2017), p. 98-114. DOI : [10.1016/j.ijsolstr.2016.11.015](https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2016.11.015).

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [213] K. RADI, D. JAUFFRÈS et al. “Elasticity and fracture of brick and mortar materials using discrete element simulations”. en. In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 126 (2019), p. 101-116. DOI : [10.1016/j.jmps.2019.02.009](https://doi.org/10.1016/j.jmps.2019.02.009).
- [214] F. ASADI, D. ANDRÉ et al. “Numerical modelling of the quasi-brittle behaviour of refractory ceramics by considering microcracks effect”. en. In : *Journal of the European Ceramic Society* 42.3 (2022), p. 1149-1161. DOI : [10.1016/j.jeurceramsoc.2021.11.016](https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2021.11.016).
- [215] D. ANDRÉ, I. IORDANOFF et al. “Discrete element method to simulate continuous material by using the cohesive beam model”. en. In : *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 213-216 (2012), p. 113-125. DOI : [10.1016/j.cma.2011.12.002](https://doi.org/10.1016/j.cma.2011.12.002).
- [216] T. QU, Y. FENG et al. “Calibration of parallel bond parameters in bonded particle models via physics-informed adaptive moment optimisation”. en. In : *Powder Technology* 366 (2020), p. 527-536. DOI : [10.1016/j.powtec.2020.02.077](https://doi.org/10.1016/j.powtec.2020.02.077).
- [217] S. WU et X. XU. “A Study of Three Intrinsic Problems of the Classic Discrete Element Method Using Flat-Joint Model”. en. In : *Rock Mechanics and Rock Engineering* 49.5 (2016), p. 1813-1830. DOI : [10.1007/s00603-015-0890-z](https://doi.org/10.1007/s00603-015-0890-z).
- [218] M. GHASEMI, S. FALAHATGAR et al. “Mechanical and thermomechanical meso-scale analysis of multiple surface cracks in ceramic coatings based on the DEM-FEM coupling method”. en. In : *International Journal of Solids and Structures* 236-237 (2022), p. 111336. DOI : [10.1016/j.ijsolstr.2021.111336](https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2021.111336).
- [219] X. LI, S. JIANG et al. “Influence of random pore defects on failure mode and mechanical properties of SiC ceramics under uniaxial compression using discrete element method”. en. In : *Ceramics International* 44 (2018), p. 22271-22282. DOI : [10.1016/j.ceramint.2018.08.349](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.08.349).
- [220] N. FERGUEN, Y. MEBDOUA-LAHMAR et al. “DEM model for simulation of crack propagation in plasma-sprayed alumina coatings”. en. In : *Surface and Coatings Technology* 371 (2019), p. 287-297. DOI : [10.1016/j.surfcoat.2018.07.065](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.07.065).
- [221] D. ROUSSEL, A. LICHTNER et al. “Strength of hierarchically porous ceramics : Discrete simulations on X-ray nanotomography images”. en. In : *Scripta Materialia* 113 (2016), p. 250-253. DOI : [10.1016/j.scriptamat.2015.11.015](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2015.11.015).
- [222] Y. WANG et P. MORA. “Modeling Wing Crack Extension : Implications for the Ingredients of Discrete Element Model”. en. In : *Pure and Applied Geophysics* 165.3-4 (2008), p. 609-620. DOI : [10.1007/s00024-008-0315-y](https://doi.org/10.1007/s00024-008-0315-y).
- [223] J. DURIEZ, L. SCHOLTÈS et al. “Micromechanics of wing crack propagation for different flaw properties”. en. In : *Engineering Fracture Mechanics* 153 (2016), p. 378-398. DOI : [10.1016/j.engfracmech.2015.12.034](https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2015.12.034).
- [224] X. CHEN, C. SHI et al. “Numerical simulation for compressive and tensile behaviors of rock with virtual microcracks”. en. In : *Arabian Journal of Geosciences* 14.10 (2021), p. 870. DOI : [10.1007/s12517-021-07163-7](https://doi.org/10.1007/s12517-021-07163-7).

- [225] P.-Q. JI, X.-P. ZHANG et al. “A new method to model the non-linear crack closure behavior of rocks under uniaxial compression”. en. In : *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* 112 (2018), p. 171-183. DOI : [10.1016/j.ijrmms.2018.10.015](https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2018.10.015).
- [226] X. ZHANG, B. FATAHI et al. “Investigating Effects of Fracture Aperture and Orientation on the Behaviour of Weak Rock Using Discrete Element Method”. en. In : *Proceedings of GeoShanghai 2018 International Conference : Rock Mechanics and Rock Engineering*. Sous la dir. de L. ZHANG, B. GONCALVES DA SILVA et al. Singapore : Springer Singapore, 2018, p. 74-81. DOI : [10.1007/978-981-13-0113-1_9](https://doi.org/10.1007/978-981-13-0113-1_9).
- [227] X.-P. ZHANG, P.-Q. JI et al. “A grain-based model considering pre-existing cracks for modelling mechanical properties of crystalline rock”. en. In : *Computers and Geotechnics* 127 (2020), p. 103776. DOI : [10.1016/j.compgeo.2020.103776](https://doi.org/10.1016/j.compgeo.2020.103776).
- [228] Y. YE, Y. ZENG et al. “Three-dimensional DEM simulation of the nonlinear crack closure behaviour of rocks”. en. In : *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics* 46.10 (2022), p. 1956-1971. DOI : [10.1002/nag.3376](https://doi.org/10.1002/nag.3376).
- [229] H. SHEN, X. LI et al. “A method to model the effect of pre-existing cracks on P-wave velocity in rocks”. en. In : *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering* 12.3 (2020), p. 493-506. DOI : [10.1016/j.jrmge.2019.10.001](https://doi.org/10.1016/j.jrmge.2019.10.001).
- [230] M. FU et G.-F. ZHAO. “A micro-macro constitutive model for compressive failure of rock by using 4D lattice spring model”. en. In : *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* 160 (2022), p. 105261. DOI : [10.1016/j.ijrmms.2022.105261](https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2022.105261).
- [231] X. ZHANG, B. FATAHI et al. “Investigating Effects of Fracture Density on Stress-Strain Behaviour of Jointed Rocks Using Discrete Element Method”. en. In : Wuhan, China, 2017, p. 8.
- [232] W. ZENG, Y. YE et al. “Three-dimensional model reconstruction and numerical simulation of the jointed rock specimen under conventional triaxial compression”. en. In : *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics* 46.10 (2022), p. 1851-1873. DOI : [10.1002/nag.3371](https://doi.org/10.1002/nag.3371).
- [233] Z. WU, X. JI et al. “Study of microstructure effect on the nonlinear mechanical behavior and failure process of rock using an image-based-FDEM model”. en. In : *Computers and Geotechnics* 121 (2020), p. 103480. DOI : [10.1016/j.compgeo.2020.103480](https://doi.org/10.1016/j.compgeo.2020.103480).
- [234] T. KANIT, S. FOREST et al. “Determination of the size of the representative volume element for random composites : statistical and numerical approach”. en. In : *International Journal of Solids and Structures* 40.13-14 (2003). Number : 13-14, p. 3647-3679. DOI : [10.1016/S0020-7683\(03\)00143-4](https://doi.org/10.1016/S0020-7683(03)00143-4).
- [235] J. YVONNET. *Computational Homogenization of Heterogeneous Materials with Finite Elements*. en. T. 258. Solid Mechanics and Its Applications. Cham : Springer International Publishing, 2019. DOI : [10.1007/978-3-030-18383-7](https://doi.org/10.1007/978-3-030-18383-7).

- [236] S. SEBSADJI et K. CHOUICHA. “Determining periodic representative volumes of concrete mixtures based on the fractal analysis”. en. In : *International Journal of Solids and Structures* 49.21 (2012), p. 2941-2950. DOI : [10.1016/j.ijsolstr.2012.05.017](https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2012.05.017).
- [237] S. BARGMANN, B. KLUSEMANN et al. “Generation of 3D representative volume elements for heterogeneous materials : A review”. en. In : *Progress in Materials Science* 96 (2018), p. 322-384. DOI : [10.1016/j.pmatsci.2018.02.003](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2018.02.003).
- [238] A. GOTE. “Computational homogenization of concrete in the cyber Size-Resolution-Discretization (SRD) parameter space”. en. In : *Finite Elements in Analysis and Design* 198 (2022), p. 103653. DOI : [10.1016/j.finel.2021.103653](https://doi.org/10.1016/j.finel.2021.103653).
- [239] C. PELISSOU, J. BACCOU et al. “Determination of the size of the representative volume element for random quasi-brittle composites”. en. In : *International Journal of Solids and Structures* 46.14-15 (2009). Number : 14-15, p. 2842-2855. DOI : [10.1016/j.ijsolstr.2009.03.015](https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2009.03.015).
- [240] M. NITKA et J. TEJCHMAN. “A three-dimensional meso-scale approach to concrete fracture based on combined DEM with X-ray uCT images”. en. In : *Cement and Concrete Research* 107 (2018), p. 11-29. DOI : [10.1016/j.cemconres.2018.02.006](https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.02.006).
- [241] Q. MENG, H. WANG et al. “Multiscale strength reduction method for heterogeneous slope using hierarchical FEM/DEM modeling”. en. In : *Computers and Geotechnics* 115 (2019), p. 103164. DOI : [10.1016/j.compgeo.2019.103164](https://doi.org/10.1016/j.compgeo.2019.103164).
- [242] A. DANOUN. “Numerical simulation of heterogeneous materials combining Artificial Intelligence and physics-based modeling”. en. Thèse de doct. 2022.
- [243] X. LIU, S. ZHOU et al. “Correlation between microstructures and macroscopic properties of nickel/yttria-stabilized zirconia (Ni-YSZ) anodes : Meso-scale modeling and deep learning with convolutional neural networks”. en. In : *Energy and AI* 7 (2022), p. 100122. DOI : [10.1016/j.egyai.2021.100122](https://doi.org/10.1016/j.egyai.2021.100122).
- [244] F. MASI et I. STEFANOU. “Multiscale modeling of inelastic materials with Thermodynamics-based Artificial Neural Networks (TANN)”. en. In : *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 398 (2022), p. 115190. DOI : [10.1016/j.cma.2022.115190](https://doi.org/10.1016/j.cma.2022.115190).
- [245] M. GEERS, V. KOUZNETSOVA et al. “Multi-scale computational homogenization : Trends and challenges”. en. In : *Journal of Computational and Applied Mathematics* 234.7 (2010). Number : 7, p. 2175-2182. DOI : [10.1016/j.cam.2009.08.077](https://doi.org/10.1016/j.cam.2009.08.077).
- [246] L. SKARZYNSKI, M. NITKA et al. “Modelling of concrete fracture at aggregate level using FEM and DEM based on X-ray uCT images of internal structure”. en. In : *Engineering Fracture Mechanics* 147 (2015), p. 13-35. DOI : [10.1016/j.engfracmech.2015.08.010](https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2015.08.010).
- [247] M. JEBAHI, F. DAU et al. *Discrete-continuum Coupling Method to Simulate Highly Dynamic Multi-scale Problems Simulation of Laser-induced Damage in Silica Glass*. English. OCLC : 898923074. Iste/Hermes Science Pub, 2015.

- [248] Y. HUANG, D. YAN et al. “2D and 3D homogenization and fracture analysis of concrete based on in-situ X-ray Computed Tomography images and Monte Carlo simulations”. en. In : *Engineering Fracture Mechanics* 163 (2016), p. 37-54. DOI : [10.1016/j.engfracmech.2016.06.018](https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2016.06.018).
- [249] D. ANDRÉ, J.-I. CHARLES et al. “The GranOO workbench, a new tool for developing discrete element simulations, and its application to tribological problems”. en. In : *Advances in Engineering Software* 74 (2014), p. 40-48. DOI : [10.1016/j.advengsoft.2014.04.003](https://doi.org/10.1016/j.advengsoft.2014.04.003).
- [250] A. SELÇUK et A. ATKINSON. “Elastic properties of ceramic oxides used in solid oxide fuel cells (SOFC)”. en. In : *Journal of the European Ceramic Society* 17.12 (1997), p. 1523-1532. DOI : [10.1016/S0955-2219\(96\)00247-6](https://doi.org/10.1016/S0955-2219(96)00247-6).
- [251] J. V. HAJNAL, N. SAEED et al. “A Registration and Interpolation Procedure for Subvoxel Matching of Serially Acquired MR Images :” en. In : *Journal of Computer Assisted Tomography* 19.2 (1995), p. 289-296. DOI : [10.1097/00004728-199503000-00022](https://doi.org/10.1097/00004728-199503000-00022).
- [252] H. YUAN, B. V. DE MOORTÈLE et al. “Accurate post-mortem alignment for Focused Ion Beam and Scanning Electron Microscopy (FIB-SEM) tomography”. en. In : *Ultramicroscopy* 228 (2021), p. 113265. DOI : [10.1016/j.ultramic.2021.113265](https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2021.113265).
- [253] M LINDENBAUM, I. M. FISCNER et al. “On Gabor’s contribution to image enhancement”. en. In : *Pattern Recognition* 27.1 (1993), p. 1-8. DOI : [10.1016/0031-3203\(94\)90013-2](https://doi.org/10.1016/0031-3203(94)90013-2).
- [254] R. HADDAD et A. AKANSU. “A class of fast Gaussian binomial filters for speech and image processing”. In : *IEEE Transactions on Signal Processing* 39.3 (1991), p. 723-727. DOI : [10.1109/78.80892](https://doi.org/10.1109/78.80892).
- [255] C. TOMASI et R. MANDUCHI. “Bilateral filtering for gray and color images”. en. In : *Sixth International Conference on Computer Vision (IEEE Cat. No.98CH36271)*. Bombay, India : Narosa Publishing House, 1998, p. 839-846. DOI : [10.1109/ICCV.1998.710815](https://doi.org/10.1109/ICCV.1998.710815).
- [256] A. BUADES, B. COLL et al. “A Non-Local Algorithm for Image Denoising”. en. In : *2005 IEEE Computer Society Conference on Computer Vision and Pattern Recognition (CVPR’05)*. T. 2. San Diego, CA, USA : IEEE, 2005, p. 60-65. DOI : [10.1109/CVPR.2005.38](https://doi.org/10.1109/CVPR.2005.38).
- [257] I. DAUBECHIES. *Ten Lectures on Wavelets*. en. Society for Industrial et Applied Mathematics, 1992. DOI : [10.1137/1.9781611970104](https://doi.org/10.1137/1.9781611970104).
- [258] J. G. LIU et G. L. K. MORGAN. “FFT Selective and Adaptive Filtering for Removal of Systematic Noise in ETM+ Imageodesy Images”. en. In : *IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing* 44.12 (2006), p. 3716-3724. DOI : [10.1109/TGRS.2006.881752](https://doi.org/10.1109/TGRS.2006.881752).
- [259] Z. ZHANG, Z. SHI et al. “Adaptively image de-striping through frequency filtering”. en. In : sous la dir. d’Y. SHENG, S. ZHUANG et al. Changchun, China, 2006, p. 60273V. DOI : [10.1117/12.668347](https://doi.org/10.1117/12.668347).

- [260] J. TORRES et S. O. INFANTE. “Wavelet analysis for the elimination of striping noise in satellite images”. en. In : *Optical Engineering* 40.7 (2001), p. 1309. DOI : [10.1117/1.1383996](https://doi.org/10.1117/1.1383996).
- [261] B. MÜNCH, P. TRTIK et al. “Stripe and ring artifact removal with combined wavelet—Fourier filtering”. en. In : *Optics Express* 17.10 (2009), p. 8567. DOI : [10.1364/OE.17.008567](https://doi.org/10.1364/OE.17.008567).
- [262] P. SAHOO, S SOLTANI et al. “A survey of thresholding techniques”. en. In : *Computer Vision, Graphics, and Image Processing* 41.2 (1988), p. 233-260. DOI : [10.1016/0734-189X\(88\)90022-9](https://doi.org/10.1016/0734-189X(88)90022-9).
- [263] N. OTSU. “A Threshold Selection Method from Gray-Level Histograms”. en. In : *IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics* 9.1 (1979), p. 62-66. DOI : [10.1109/TSMC.1979.4310076](https://doi.org/10.1109/TSMC.1979.4310076).
- [264] W.-H. TSAI. “Moment-preserving thresholding : A new approach”. en. In : *Computer Vision, Graphics, and Image Processing* 29.3 (1985), p. 377-393. DOI : [10.1016/0734-189X\(85\)90133-1](https://doi.org/10.1016/0734-189X(85)90133-1).
- [265] R. BOLOT, J.-H. QIAO et al. “Effect of thermal treatment on the effective thermal conductivity of YPSZ coatings”. en. In : *Surface and Coatings Technology* 205.4 (2010). Number : 4, p. 1034-1038. DOI : [10.1016/j.surfcoat.2010.07.072](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2010.07.072).
- [266] H. CHAN, M. CHERUKARA et al. “Machine learning enabled autonomous microstructural characterization in 3D samples”. en. In : *npj Computational Materials* 6.1 (2020), p. 1. DOI : [10.1038/s41524-019-0267-z](https://doi.org/10.1038/s41524-019-0267-z).
- [267] X. FANG, C. WANG et al. “Influence of mesoscopic pore characteristics on the splitting-tensile strength of cellular concrete through deep-learning based image segmentation”. en. In : *Construction and Building Materials* 315 (2022), p. 125335. DOI : [10.1016/j.conbuildmat.2021.125335](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125335).
- [268] I. ARGANDA-CARRERAS, V. KAYNIG et al. “Trainable Weka Segmentation : a machine learning tool for microscopy pixel classification”. en. In : *Bioinformatics* 33.15 (2017). Sous la dir. de R. MURPHY, p. 2424-2426. DOI : [10.1093/bioinformatics/btx180](https://doi.org/10.1093/bioinformatics/btx180).
- [269] P. THEVENAZ, U. RUTTIMANN et al. “A pyramid approach to subpixel registration based on intensity”. en. In : *IEEE Transactions on Image Processing* 7.1 (1998), p. 27-41. DOI : [10.1109/83.650848](https://doi.org/10.1109/83.650848).
- [270] J. A. TAILLON. “Advanced analytical microscopy at the nanoscale : applications in wide bandgap and solid oxide fuel cell materials”. en. Thèse de doct. 2016.
- [271] J. SERRA et L. VINCENT. “An overview of morphological filtering”. en. In : *Circuits Systems and Signal Processing* 11.1 (1992), p. 47-108. DOI : [10.1007/BF01189221](https://doi.org/10.1007/BF01189221).
- [272] T. Y. ZHANG et C. Y. SUEN. “A fast parallel algorithm for thinning digital patterns”. en. In : *Communications of the ACM* 27.3 (1984), p. 236-239. DOI : [10.1145/357994.358023](https://doi.org/10.1145/357994.358023).

- [273] T. LEE, R. KASHYAP et al. “Building Skeleton Models via 3-D Medial Surface Axis Thinning Algorithms”. en. In : *CVGIP : Graphical Models and Image Processing* 56.6 (1994), p. 462-478. DOI : [10.1006/cgip.1994.1042](https://doi.org/10.1006/cgip.1994.1042).
- [274] L. VINCENT et P. SOILLE. *Watersheds in digital spaces : an efficient algorithm based on immersion simulations*. 1991.
- [275] R. JŮZKOVÁ, P. CTIBOR et al. “Analysis Of Porous Structure In Plasma-Sprayed Coating”. en. In : *Image Analysis & Stereology* 23.1 (2011), p. 45. DOI : [10.5566/ias.v23.p45-52](https://doi.org/10.5566/ias.v23.p45-52).
- [276] M. LEUE, D. UTEAU-PUSCHMANN et al. “Separation of Soil Macropore Types in Three-Dimensional X-Ray Computed Tomography Images Based on Pore Geometry Characteristics”. en. In : *Vadose Zone Journal* 18.1 (2019), p. 1-13. DOI : [10.2136/vzj2018.09.0170](https://doi.org/10.2136/vzj2018.09.0170).
- [277] V. GUSKI, W. VERESTEK et al. “Microstructural investigation of plasma sprayed ceramic coatings focusing on the effect of the splat boundary for SOFC sealing applications using peridynamics”. en. In : *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 112 (2021), p. 102926. DOI : [10.1016/j.tafmec.2021.102926](https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2021.102926).
- [278] I. VECCHIO, K. SCHLADITZ et al. “3D Geometric Characterization Of Particles Applied To Technical Cleanliness”. en. In : *Image Analysis & Stereology* 31.3 (2012), p. 163. DOI : [10.5566/ias.v31.p163-174](https://doi.org/10.5566/ias.v31.p163-174).
- [279] H. EDELSBRUNNER et E. P. MÜCKE. “Three-dimensional alpha shapes”. en. In : *Proceedings of the 1992 workshop on Volume visualization - VVS '92*. Boston, Massachusetts, United States : ACM Press, 1992, p. 75-82. DOI : [10.1145/147130.147153](https://doi.org/10.1145/147130.147153).
- [280] P. CIGNONI, M. CALLIERI et al. “MeshLab : an Open-Source Mesh Processing Tool”. en. In : *Eurographics Italian Chapter Conference*. The Eurographics Association, 2008, p. 129-136. DOI : [10.2312/LocalChapterEvents/ItalChap/ItalianChapConf2008/129-136](https://doi.org/10.2312/LocalChapterEvents/ItalChap/ItalianChapConf2008/129-136).
- [281] U. WELLING et G. GERMANO. “Efficiency of linked cell algorithms”. en. In : *Computer Physics Communications* 182.3 (2011), p. 611-615. DOI : [10.1016/j.cpc.2010.11.002](https://doi.org/10.1016/j.cpc.2010.11.002).
- [282] R. DANZER, P. SUPANCIC et al. “Fracture statistics of ceramics – Weibull statistics and deviations from Weibull statistics”. en. In : *Engineering Fracture Mechanics* 74.18 (2007), p. 2919-2932. DOI : [10.1016/j.engfracmech.2006.05.028](https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2006.05.028).
- [283] M. KNAK, M. NITKA et al. “Modelling of Longitudinal Elastic Wave Propagation in a Steel Rod Using the Discrete Element Method”. en. In : *Materials* 15.8 (2022), p. 2738. DOI : [10.3390/ma15082738](https://doi.org/10.3390/ma15082738).
- [284] J. ROJEK, N. MADAN et al. “Micro–Macro Relationships in the Simulation of Wave Propagation Phenomenon Using the Discrete Element Method”. en. In : *Materials* 12.24 (2019), p. 4241. DOI : [10.3390/ma12244241](https://doi.org/10.3390/ma12244241).
- [285] L. MAHEO. “Etude des effets dissipatifs de différents schémas d’intégration temporelle en calcul dynamique par éléments finis”. Thèse de doct. 2006.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [286] M. JEBABI, F. DAU et al. “Multiscale Modeling of Complex Dynamic Problems : An Overview and Recent Developments”. en. In : *Archives of Computational Methods in Engineering* 23.1 (2016), p. 101-138. DOI : [10.1007/s11831-014-9136-6](https://doi.org/10.1007/s11831-014-9136-6).
- [287] F. J. SERÓN, F. J. SANZ et al. “Finite-element method for elastic wave propagation”. en. In : *Communications in Applied Numerical Methods* 6.5 (1990), p. 359-368. DOI : [10.1002/cnm.1630060505](https://doi.org/10.1002/cnm.1630060505).
- [288] F. MOSER, L. J. JACOBS et al. “Modeling elastic wave propagation in waveguides with the finite element method”. en. In : *NDT & E International* 32.4 (1999), p. 225-234. DOI : [10.1016/S0963-8695\(98\)00045-0](https://doi.org/10.1016/S0963-8695(98)00045-0).
- [289] D. ALLEYNE et P. CAWLEY. “A two-dimensional Fourier transform method for the measurement of propagating multimode signals”. en. In : *The Journal of the Acoustical Society of America* 89.3 (1991), p. 1159-1168. DOI : [10.1121/1.400530](https://doi.org/10.1121/1.400530).
- [290] T. PRADHAN. “Finite Element Modeling of Impact-Generated Stress Wave Propagation in Concrete Plates for Non-Destructive Evaluation”. en. Thèse de doct. 2015.
- [291] V. LISITSA et D. VISHNEVSKIY. “Lebedev scheme for the numerical simulation of wave propagation in 3D anisotropic elasticity† : Lebedev scheme for numerical simulation of wave propagation”. en. In : *Geophysical Prospecting* 58.4 (2010), p. 619-635. DOI : [10.1111/j.1365-2478.2009.00862.x](https://doi.org/10.1111/j.1365-2478.2009.00862.x).
- [292] H. BAO, J. BIELAK et al. “Large-scale simulation of elastic wave propagation in heterogeneous media on parallel computers”. en. In : *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 152.1-2 (1998), p. 85-102. DOI : [10.1016/S0045-7825\(97\)00183-7](https://doi.org/10.1016/S0045-7825(97)00183-7).
- [293] K. J. MARFURT. “Accuracy of finite-difference and finite-element modeling of the scalar and elastic wave equations”. en. In : *GEOPHYSICS* 49.5 (1984), p. 533-549. DOI : [10.1190/1.1441689](https://doi.org/10.1190/1.1441689).
- [294] A. SEI et W. SYMES. “Dispersion analysis of numerical wave propagation and its computational consequences”. en. In : *Journal of Scientific Computing* 10.1 (1995), p. 1-27. DOI : [10.1007/BF02087959](https://doi.org/10.1007/BF02087959).
- [295] J. A. ZUKAS et D. R. SCHEFFLER. “Practical Aspects of Numerical Simulations of Dynamic Events : Effects of Meshing”. en. In : *International Journal of Impact Engineering* 24.9 (2000), p. 925-945. DOI : [10.1016/S0734-743X\(00\)00012-9](https://doi.org/10.1016/S0734-743X(00)00012-9).
- [296] M. N. GUDDATI et B. YUE. “Modified integration rules for reducing dispersion error in finite element methods”. en. In : *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 193.3-5 (2004), p. 275-287. DOI : [10.1016/j.cma.2003.09.010](https://doi.org/10.1016/j.cma.2003.09.010).
- [297] W. WANG, T. HU et al. “An optimized scheme of dispersion suppression for elastic-wave variable-order rotated staggered-grid forward modeling”. en. In : *Journal of Geophysics and Engineering* 14.6 (2017), p. 1624-1638. DOI : [10.1088/1742-2140/aa83a2](https://doi.org/10.1088/1742-2140/aa83a2).

- [298] J. CAMPBELL et R. VIGNJEVIC. “Artificial Viscosity Methods for Modelling Shock Wave Propagation”. en. In : *Predictive Modeling of Dynamic Processes*. Sous la dir. de S. HIERMAIER. Boston, MA : Springer US, 2009, p. 349-365. DOI : [10.1007/978-1-4419-0727-1_19](https://doi.org/10.1007/978-1-4419-0727-1_19).
- [299] M. ZIVKOVIC, M. TOPALOVIC et al. “Boundary Identification And Weak Periodic Condition Application In DEM Method”. en. In : Sarajevo, 2014, p. 365-370.
- [300] M. NITKA, G. COMBE et al. “Two-scale modeling of granular materials : a DEM-FEM approach”. en. In : *Granular Matter* 13.3 (2011). Number : 3, p. 277-281. DOI : [10.1007/s10035-011-0255-6](https://doi.org/10.1007/s10035-011-0255-6).
- [301] F. ASADI. “Micro-mechanical modelling of heterogeneous materials containing microcracks with Discrete Element Method (DEM)”. en. Thèse de doct. 2021.
- [302] B. AUBERT. “Comportement de matériaux carbonés sous sollicitations dynamiques intenses : analogie entre irradiations lasers et impacts hypervéloces”. fr. Thèse de doct. 2019.
- [303] A. CARUSO, B. BERTOTTI et al. “Ionization and heating of solid material by means of a laser pulse”. en. In : *Il Nuovo Cimento B Series 10* 45.2 (1966), p. 176-189. DOI : [10.1007/BF02728636](https://doi.org/10.1007/BF02728636).
- [304] B. P. FAIRAND et A. H. CLAUER. “Laser generated stress waves : Their characteristics and their effects to materials”. en. In : *AIP Conference Proceedings*. T. 50. ISSN : 0094243X. AIP, 1979, p. 27-42. DOI : [10.1063/1.31670](https://doi.org/10.1063/1.31670).
- [305] Y. HORIE et H. GRÖNIG, éd. *Shock wave science and technology*. en. T. 2. OCLC : 180706133. Berlin : Springer, 2007.
- [306] M. SCIUS-BERTRAND, L. VIDEAU et al. “Laser induced plasma characterization in direct and water confined regimes : new advances in experimental studies and numerical modelling”. en. In : *Journal of Physics D : Applied Physics* 54.5 (2021), p. 055204. DOI : [10.1088/1361-6463/abc040](https://doi.org/10.1088/1361-6463/abc040).
- [307] S. BARDY, B. AUBERT et al. “Development of a numerical code for laser-induced shock waves applications”. en. In : *Optics & Laser Technology* 124 (2020), p. 105983. DOI : [10.1016/j.optlastec.2019.105983](https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2019.105983).
- [308] S. BARDY. “Contrôle et optimisation du test d’adhérence par choc laser sur assemblages collés”. fr. Thèse de doct. 2018.
- [309] M. VASSAUX, C. OLIVER-LEBLOND et al. “Beam-particle approach to model cracking and energy dissipation in concrete : Identification strategy and validation”. en. In : *Cement and Concrete Composites* 70 (2016), p. 1-14. DOI : [10.1016/j.cemconcomp.2016.03.011](https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2016.03.011).
- [310] M. R. I. ISLAM et A. SHAW. “Numerical modelling of crack initiation, propagation and branching under dynamic loading”. en. In : *Engineering Fracture Mechanics* 224 (2020), p. 106760. DOI : [10.1016/j.engfracmech.2019.106760](https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2019.106760).
- [311] V. LONGCHAMP, J. GIRARDOT et al. “Discrete 3D modeling of porous-cracked ceramic at the microstructure scale”. en. In : *Journal of the European Ceramic Society* (2023), S0955221923009147. DOI : [10.1016/j.jeurceramsoc.2023.11.026](https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2023.11.026).

- [312] J. KIMBERLEY, K. RAMESH et al. “A scaling law for the dynamic strength of brittle solids”. en. In : *Acta Materialia* 61.9 (2013), p. 3509-3521. DOI : [10.1016/j.actamat.2013.02.045](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.02.045).
- [313] C. DENOUAL. “A damage model for the dynamic fragmentation of brittle solids q”. en. In : *Comput. Methods Appl. Mech. Engrg.* (2000).
- [314] Z.-C. OU, Z.-P. DUAN et al. “Analytical approach to the strain rate effect on the dynamic tensile strength of brittle materials”. en. In : *International Journal of Impact Engineering* 37.8 (2010), p. 942-945. DOI : [10.1016/j.ijimpeng.2010.02.003](https://doi.org/10.1016/j.ijimpeng.2010.02.003).
- [315] P. FORQUIN. “Brittle materials at high-loading rates : an open area of research”. en. In : *Philosophical Transactions of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 375.2085 (2017), p. 20160436. DOI : [10.1098/rsta.2016.0436](https://doi.org/10.1098/rsta.2016.0436).
- [316] P. FORQUIN. “Experimental Investigation of the Dynamic Fragmentation Process in a Transparent Ceramic Under Impact Loading”. en. In : *Dynamic Behavior of Materials, Volume 1*. Sous la dir. de B. SONG, L. LAMBERSON et al. Series Title : Conference Proceedings of the Society for Experimental Mechanics Series. Cham : Springer International Publishing, 2016, p. 5-11. DOI : [10.1007/978-3-319-22452-7_2](https://doi.org/10.1007/978-3-319-22452-7_2).
- [317] G. R. JOHNSON et T. J. HOLMQUIST. “Response of boron carbide subjected to large strains, high strain rates, and high pressures”. en. In : *Journal of Applied Physics* 85.12 (1999), p. 8060-8073. DOI : [10.1063/1.370643](https://doi.org/10.1063/1.370643).
- [318] G. RAVICHANDRAN et G. SUBHASH. “A micromechanical model for high strain rate behavior of ceramics”. en. In : *International Journal of Solids and Structures* 32.17-18 (1995), p. 2627-2646. DOI : [10.1016/0020-7683\(94\)00286-6](https://doi.org/10.1016/0020-7683(94)00286-6).
- [319] C. HUANG, G. SUBHASH et al. “A dynamic damage growth model for uniaxial compressive response of rock aggregates”. en. In : *Mechanics of Materials* 34.5 (2002), p. 267-277. DOI : [10.1016/S0167-6636\(02\)00112-6](https://doi.org/10.1016/S0167-6636(02)00112-6).
- [320] B. PALIWAL et K. RAMESH. “An interacting micro-crack damage model for failure of brittle materials under compression”. en. In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 56.3 (2008), p. 896-923. DOI : [10.1016/j.jmps.2007.06.012](https://doi.org/10.1016/j.jmps.2007.06.012).
- [321] J. D. HOGAN, L. FARBANIEC et al. “The effects of defects on the uniaxial compressive strength and failure of an advanced ceramic”. en. In : *Acta Materialia* 102 (2016), p. 263-272. DOI : [10.1016/j.actamat.2015.09.028](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.09.028).
- [322] P. FORQUIN, M. C. BLASONE et al. “Continuous and discrete methods based on X-ray computed-tomography to model the fragmentation process in brittle solids over a wide range of strain-rates - application to three brittle materials”. en. In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 152 (2021), p. 104412. DOI : [10.1016/j.jmps.2021.104412](https://doi.org/10.1016/j.jmps.2021.104412).

- [323] L. PEREIRA, J. WEERHEIJM et al. “Simulation of dynamic behavior of quasi-brittle materials with new rate dependent damage model”. en. In : *Proceedings of the 9th International Conference on Fracture Mechanics of Concrete and Concrete Structures*. IA-FraMCoS, 2016. DOI : [10.21012/FC9.036](https://doi.org/10.21012/FC9.036).
- [324] F. ZHOU et J.-F. MOLINARI. “Stochastic fracture of ceramics under dynamic tensile loading”. en. In : *International Journal of Solids and Structures* 41.22-23 (2004), p. 6573-6596. DOI : [10.1016/j.ijsolstr.2004.05.029](https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2004.05.029).
- [325] F. GATUINGT, L. SNOZZI et al. “Determination of the dynamic tensile response and dissipated fracture energy of concrete with a cohesive element model”. en. In : 2012.
- [326] Z. SONG et Y. LU. “Mesoscopic analysis of concrete under excessively high strain rate compression and implications on interpretation of test data”. en. In : *International Journal of Impact Engineering* 46 (2012), p. 41-55. DOI : [10.1016/j.ijimpeng.2012.01.010](https://doi.org/10.1016/j.ijimpeng.2012.01.010).
- [327] Y. HUANG, Z. YANG et al. “Monte Carlo simulations of meso-scale dynamic compressive behavior of concrete based on X-ray computed tomography images”. en. In : *International Journal of Impact Engineering* 97 (2016), p. 102-115. DOI : [10.1016/j.ijimpeng.2016.06.009](https://doi.org/10.1016/j.ijimpeng.2016.06.009).
- [328] C. QIN et C. ZANG. “Numerical study of dynamic behavior of concrete by meso-scale particle element modeling”. en. In : *International Journal of Impact Engineering* 38 (2011), p. 1011-1021. DOI : [10.1016/j.ijimpeng.2011.07.004](https://doi.org/10.1016/j.ijimpeng.2011.07.004).
- [329] C. A. ROSS, T. JOSEPH W. et al. “Effects of Strain Rate on Concrete Strength”. en. In : *ACI Materials Journal* 92.1 (1995). DOI : [10.14359/1175](https://doi.org/10.14359/1175).
- [330] D. GROTE, S. PARK et al. “Dynamic behavior of concrete at high strain rates and pressures : I. experimental characterization”. en. In : *International Journal of Impact Engineering* 25.9 (2001), p. 869-886. DOI : [10.1016/S0734-743X\(01\)00020-3](https://doi.org/10.1016/S0734-743X(01)00020-3).
- [331] J.-L. LE, J. ELIÁŠ et al. “Rate-Dependent Scaling of Dynamic Tensile Strength of Quasibrittle Structures”. en. In : *Journal of Applied Mechanics* 85.2 (2018), p. 021003. DOI : [10.1115/1.4038496](https://doi.org/10.1115/1.4038496).
- [332] D. ANDRÉ, M. JEBABI et al. “Using the discrete element method to simulate brittle fracture in the indentation of a silica glass with a blunt indenter”. en. In : *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 265 (2013), p. 136-147. DOI : [10.1016/j.cma.2013.06.008](https://doi.org/10.1016/j.cma.2013.06.008).
- [333] R. P. INGEL et D. L. III. “Elastic Anisotropy in Zirconia Single Crystals”. en. In : *Journal of the American Ceramic Society* 71.4 (1988). Number : 4, p. 265-271. DOI : [10.1111/j.1151-2916.1988.tb05858.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1988.tb05858.x).
- [334] C28 COMMITTEE. *Test Method for Dynamic Youngs Modulus, Shear Modulus, and Poissons Ratio for Advanced Ceramics by Impulse Excitation of Vibration*. en. Rapp. tech. ASTM International. DOI : [10.1520/C1259-21](https://doi.org/10.1520/C1259-21).

- [335] C.-S. MAN et M. HUANG. “A Simple Explicit Formula for the Voigt-Reuss-Hill Average of Elastic Polycrystals with Arbitrary Crystal and Texture Symmetries”. en. In : *Journal of Elasticity* 105.1-2 (2011), p. 29-48. DOI : [10.1007/s10659-011-9312-y](https://doi.org/10.1007/s10659-011-9312-y).
- [336] R. P. INGEL, R. W. RICE et al. “Room-Temperature Strength and Fracture of ZrO₂-Y₂O₃ Single Crystals”. en. In : *Journal of the American Ceramic Society* 65.7 (1982), p. c108-c109. DOI : [10.1111/j.1151-2916.1982.tb10478.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1982.tb10478.x).
- [337] A. WINNUBST, K. KEZER et al. “Mechanical Properties And Fracture behaviour of ZrO₂-Y₂O₃ ceramics”. In : *Journal of Materials Science* 18 (1983), p. 1958-1966. DOI : [10.1007/BF00554988](https://doi.org/10.1007/BF00554988).
- [338] H. M. KANDIL, J. D. GREINER et al. “Single-Crystal Elastic Constants of Yttria-Stabilized Zirconia in the Range 20° to 700°C”. en. In : *Journal of the American Ceramic Society* 67.5 (1984), p. 341-346. DOI : [10.1111/j.1151-2916.1984.tb19534.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1984.tb19534.x).
- [339] A ATKINSON et A SELÇUK. “Mechanical behaviour of ceramic oxygen ion-conducting membranes”. en. In : *Solid State Ionics* 134.1-2 (2000), p. 59-66. DOI : [10.1016/S0167-2738\(00\)00714-1](https://doi.org/10.1016/S0167-2738(00)00714-1).
- [340] R. CHAIM et M. HEFETZ. “Effect of grain size on elastic modulus and hardness of nanocrystalline ZrO₂-3 wt% Y₂O₃ ceramic”. en. In : *Journal of Materials Science* 39.9 (2004). Number : 9, p. 3057-3061. DOI : [10.1023/B:JMSC.0000025832.93840.b0](https://doi.org/10.1023/B:JMSC.0000025832.93840.b0).
- [341] J. W. ADAMS, R. RUH et al. “Young’s Modulus, Flexural Strength, and Fracture of Yttria-Stabilized Zirconia versus Temperature”. en. In : *Journal of the American Ceramic Society* 80.4 (2005), p. 903-908. DOI : [10.1111/j.1151-2916.1997.tb02920.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1997.tb02920.x).
- [342] S. CHOI et N. BANSAL. “Mechanical behavior of zirconia/alumina composites”. en. In : *Ceramics International* 31.1 (2005), p. 39-46. DOI : [10.1016/j.ceramint.2004.03.032](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2004.03.032).
- [343] S. GIRAUD et J. CANEL. “Young’s modulus of some SOFCs materials as a function of temperature”. en. In : *Journal of the European Ceramic Society* 28.1 (2008). Number : 1, p. 77-83. DOI : [10.1016/j.jeurceramsoc.2007.05.009](https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2007.05.009).
- [344] M. C. KRYGIER, T. LABONTE et al. “Quantifying the unknown impact of segmentation uncertainty on image-based simulations”. en. In : *Nature Communications* 12.1 (2021). arXiv :2012.09913 [cs, eess], p. 5414. DOI : [10.1038/s41467-021-25493-8](https://doi.org/10.1038/s41467-021-25493-8).
- [345] W. LECLERC. “Discrete element method to simulate the elastic behavior of 3D heterogeneous continuous media”. en. In : *International Journal of Solids and Structures* 121 (2017), p. 86-102. DOI : [10.1016/j.ijsolstr.2017.05.018](https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2017.05.018).
- [346] W. LECLERC. “Effect of packing characteristics on the simulation of elasticity and brittle fracture by the Cohesive Discrete Element Method”. en. In : *Granular Matter* 21.2 (2019). Number : 2, p. 17. DOI : [10.1007/s10035-019-0877-7](https://doi.org/10.1007/s10035-019-0877-7).

- [347] W. LECLERC, A. AMMAR et al. “Halo approach to model cracks initiation and propagation in 3D Discrete Element Method simulation of homogeneous and heterogeneous materials”. en. In : *Composite Structures* 259 (2021), p. 113222. DOI : [10.1016/j.compstruct.2020.113222](https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2020.113222).
- [348] H. HADDAD, W. LECLERC et al. “Application of DEM to predict the elastic behavior of particulate composite materials”. en. In : *Granular Matter* 17.4 (2015), p. 459-473. DOI : [10.1007/s10035-015-0574-0](https://doi.org/10.1007/s10035-015-0574-0).
- [349] K. MARCHAIS, J. GIRARDOT et al. “A 3D DEM simulation to study the influence of material and process parameters on spreading of metallic powder in additive manufacturing”. en. In : *Computational Particle Mechanics* 8.4 (2021), p. 943-953. DOI : [10.1007/s40571-020-00380-z](https://doi.org/10.1007/s40571-020-00380-z).
- [350] C. A. DE MOURA et C. S. KUBRUSLY, éd. *The Courant–Friedrichs–Lewy (CFL) Condition : 80 Years After Its Discovery*. en. Boston : Birkhäuser Boston, 2013. DOI : [10.1007/978-0-8176-8394-8](https://doi.org/10.1007/978-0-8176-8394-8).
- [351] C. O’SULLIVAN et J. D. BRAY. “Selecting a suitable time step for discrete element simulations that use the central difference time integration scheme”. en. In : *Engineering Computations* 21.2/3/4 (2004), p. 278-303. DOI : [10.1108/02644400410519794](https://doi.org/10.1108/02644400410519794).

Annexe A

Propriétés mécaniques de la Zircone Stabilisée à l'Yttrium dense

ANNEXE A. PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DE LA YSZ DENSE

Deux méthodes sont utilisées pour estimer les propriétés de la YSZ dense. Une première approche consiste à travailler sur des cristaux uniques (« single cristal » SC) de quelques centimètres. Les cristaux sont anisotropes [333], leur matrice de rigidité est estimée via des mesures ultrasonores *Impulse Excitation Technique* (IET) [334] puis un module élastique homogène est estimé *via* l'approche de *Voight-Reuss-Hill* (VRH) [335]. La seconde approche consiste à obtenir des échantillons par *Hot Isostatic Pressing* (HIP) ou Frittage (F), ceux-ci n'étant pas complètement denses (porosité de 1 à 5 %) une correction liée au niveau de porosité (CP) est effectuée grâce à des lois analytiques pour estimer le module du matériau parfaitement dense. Ces deux approches ainsi que les différences de dopage conduisent à une certaine variabilité des valeurs de la littérature ; elles sont regroupées dans le Tableau A.1.

Réf	Méthode	Y ₂ O ₃ [% mol.]	Masse vol. [kg m ⁻³]	Module d'Young [GPa]	Coef. de Poisson [-]	Résistance [MPa]
[336]	SC-VRH	8,0		210		520 (T)
[337]	F-CP	7,5		221	0,30	
[338]	SC-VRH	8,1	6011	233	0,31	
[333]	SC-VRH	8,5	5960	200-250	0,32	
[250]	F-CP	6,5		220	0,32	
[339]	CP	8,0		250	0,31	214 (T)
[148]		8,0	5953			
[9]		3-4	6050	205		1000 (F)
[340]	HIP-CP	3,0		220		
[341]	HIP-CP	6,5	6020	222		
[342]	HIP IET	5,8	5850	219		300 (F)
[343]	HIP	8,0		205	0,31	
[67]		4,5	5800			
[110]		8,0	6050	205	0,23-0,33	350 (T) - 2000 (C)

TABLEAU A.1 – Propriétés mécaniques de la zircone dense.

Annexe B

Notions d'élasticités et propagation d'ondes mécaniques

Contenu

B.1	Constantes élastiques	226
B.1.1	Cas des déformations planes	226
B.1.2	Relation entre les constantes élastiques	227
B.1.3	Liens avec les grandeurs thermodynamiques	227
B.2	Célérité des ondes mécaniques	227

B.1 Constantes élastiques

Un comportement élastique se traduit par une relation entre déformations ($\bar{\epsilon}$) et contraintes ($\bar{\sigma}$). Dans le cas de l'hypothèse des petites déformations (loi de Hooke), pour un matériau isotrope en traction/compression uni-axiale :

$$\begin{aligned}\epsilon_{11} &= \frac{\sigma_{11}}{E}, \\ \epsilon_{22} = \epsilon_{33} &= -\nu \frac{\sigma_{11}}{E},\end{aligned}\tag{B.1}$$

où E est le module d'Young et ν le coefficient de Poisson :

$$\begin{aligned}E &= \frac{\sigma_{11}}{\epsilon_{11}}, \\ \nu &= -\frac{\epsilon_{22}}{\epsilon_{11}} = -\frac{\epsilon_{33}}{\epsilon_{11}}.\end{aligned}\tag{B.2}$$

Le module de cisaillement (G) correspond au rapport de la contrainte de cisaillement sur la déformation de cisaillement dans une sollicitation de cisaillement pur :

$$\sigma_{12} = G \cdot \epsilon_{12}.\tag{B.3}$$

Le module d'élasticité isostatique (K) relie la contrainte à la déformation volumique :

$$s = K \cdot e,\tag{B.4}$$

où s est la contrainte isostatique (aussi partie sphérique) du tenseur des contraintes et e est le taux de déformation volumique :

$$\begin{aligned}s &= \frac{1}{3} \text{tr}(\bar{\sigma}) = \frac{\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}}{3}, \\ e &= \text{tr}(\bar{\epsilon}).\end{aligned}\tag{B.5}$$

La partie déviatorique du tenseur des contraintes est définie telle que :

$$\bar{d} = \bar{\sigma} - s \cdot \bar{I}_3,\tag{B.6}$$

où \bar{I}_3 est la matrice identité d'ordre 3.

B.1.1 Cas des déformations planes

La déformation plane correspond à un état où les déformations suivant u_3 sont nulles et où les déformations suivant u_1 et u_2 sont indépendantes de x_3 . Cette configuration

correspond à une plaque bloquée entre deux parois dans la direction u_3 qui interdit toute déformation, où à un milieu infini suivant u_3 . Dans ce cas, lors d'une sollicitation en traction/compression uniaxiale suivant u_1 , on a :

$$\begin{aligned}\epsilon_{11} &= \frac{\sigma_{11}}{E'}, \\ \epsilon_{22} &= \frac{-\nu' \sigma_{22}}{E'},\end{aligned}\tag{B.7}$$

où E' et ν' sont le module et le coefficient de Poisson **apparents** :

$$E' = \frac{E}{1 - \nu^2} \quad \text{et} \quad \nu' = \frac{\nu}{1 - \nu}.\tag{B.8}$$

Soit :

$$E = E' \cdot (1 - \nu^2) \quad \text{et} \quad \nu = \frac{\nu'}{1 + \nu'}.\tag{B.9}$$

B.1.2 Relation entre les constantes élastiques

Dans le cas d'un matériau homogène **isotrope** linéaire, il est possible d'exprimer les modules de compressibilité isostatique et de cisaillement en fonction du module d'Young E et du coefficient de poisson ν :

$$K = \frac{1}{3} \frac{E}{1 - 2\nu} \quad \text{et} \quad G = \frac{1}{2} \frac{E}{1 + \nu}.\tag{B.10}$$

B.1.3 Liens avec les grandeurs thermodynamiques

Le module de compressibilité isostatique relie la variation de pression (P) à la variation de volume spécifique (V), de sorte que :

$$K = -V \frac{dP}{dV} = \rho \frac{dP}{d\rho},\tag{B.11}$$

où ρ est la masse volumique avec ($V = \rho^{-1}$).

B.2 Célérité des ondes mécaniques

La célérité des ondes soniques peut s'exprimer en fonction de K :

$$C_s = \sqrt{\left(\frac{\partial P}{\partial \rho}\right)} = \sqrt{\frac{K}{\rho}}.\tag{B.12}$$

La vitesse des ondes de cisaillement s'exprime en fonction du module de cisaillement :

$$C_T = \sqrt{\frac{G}{\rho}}. \quad (\text{B.13})$$

La vitesse des ondes longitudinale est alors :

$$\begin{aligned} C_L &= \left[C_0^2 + \frac{4}{3} C_T^2 \right]^{\frac{1}{2}}, \\ &= \left[\left(K + \frac{4}{3} G \right) \frac{1}{\rho} \right]^{\frac{1}{2}}, \\ &= \left[\frac{1 - \nu}{(1 - 2\nu)(1 + \nu)} \frac{E}{\rho} \right]^{\frac{1}{2}}. \end{aligned} \quad (\text{B.14})$$

Dans le cas d'un état de contrainte uniaxiale, ce qui correspond à la propagation dans une barre de longueur L largement supérieure à la section de diamètre D ($L/D > 100$) la célérité des ondes est :

$$C_{uniax} = \sqrt{\frac{E}{\rho}}. \quad (\text{B.15})$$

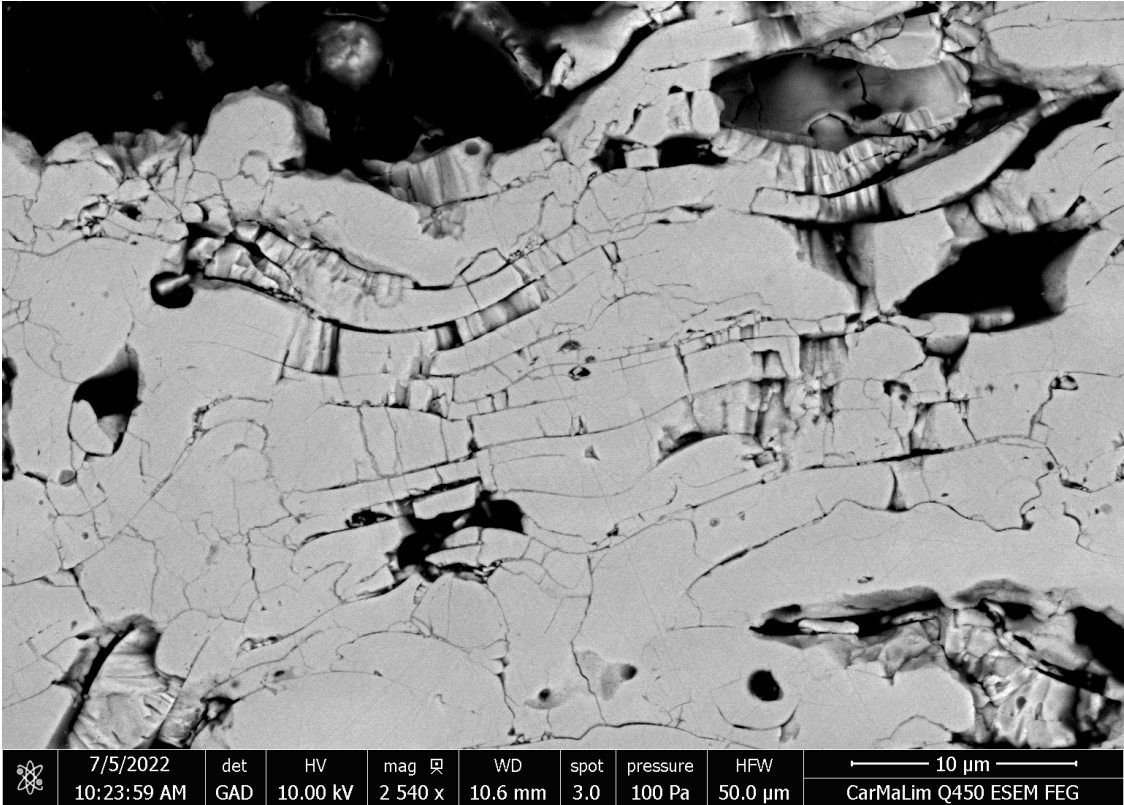
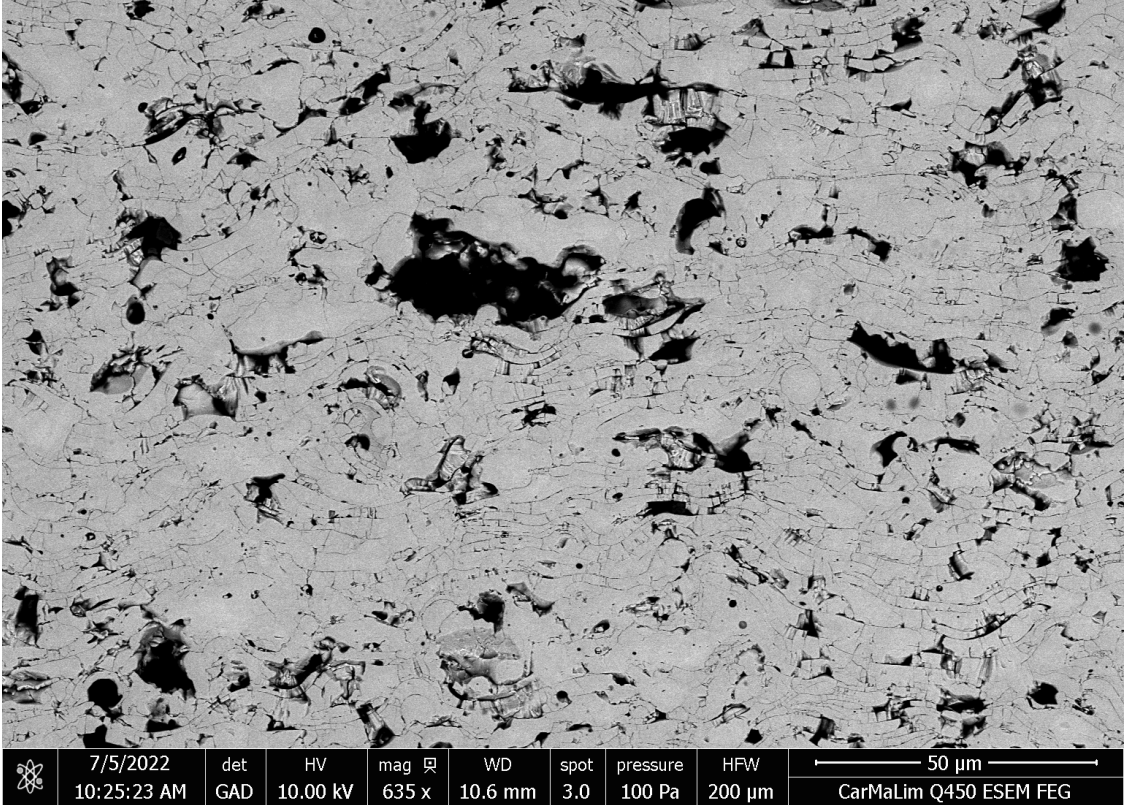
Annexe C

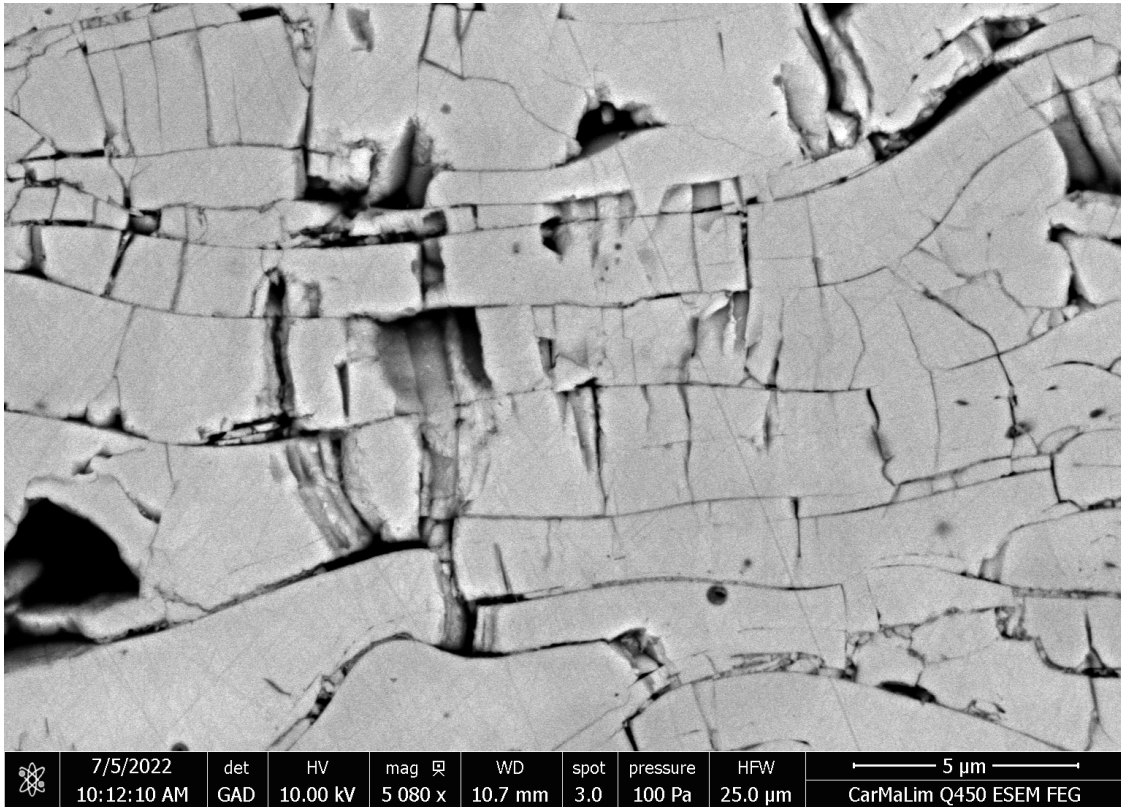
Micrographies MEB

Contenu

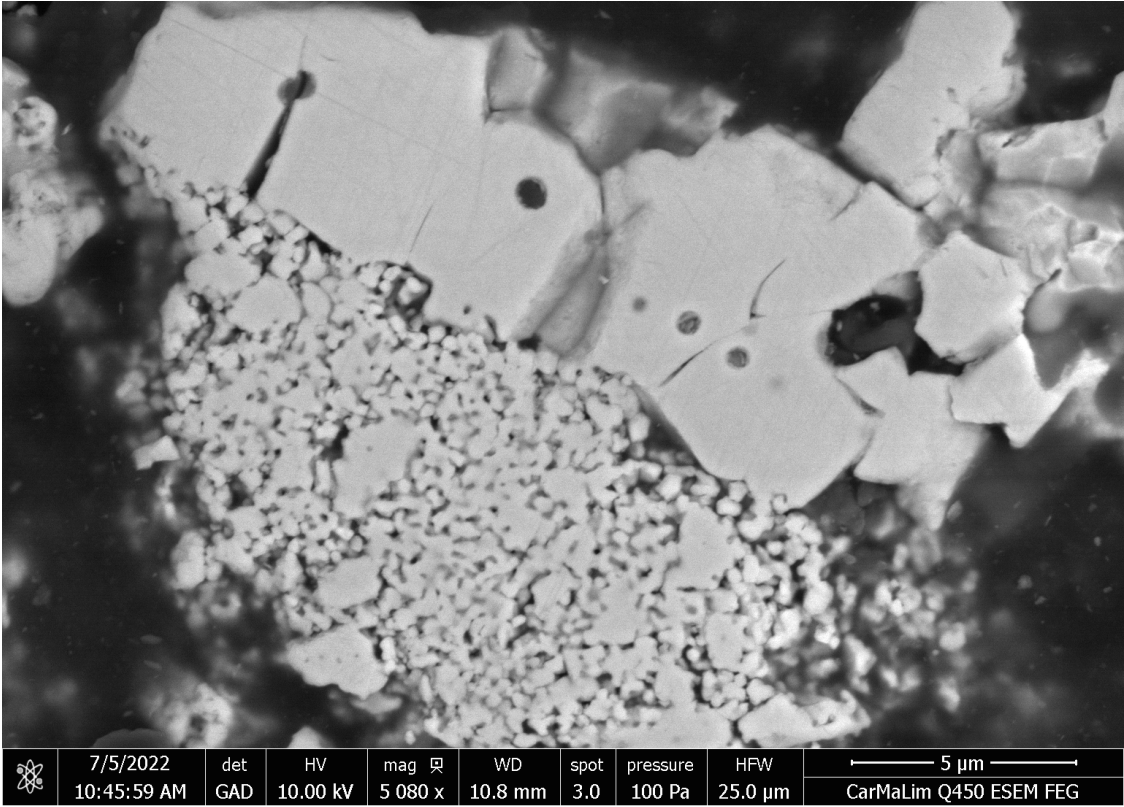
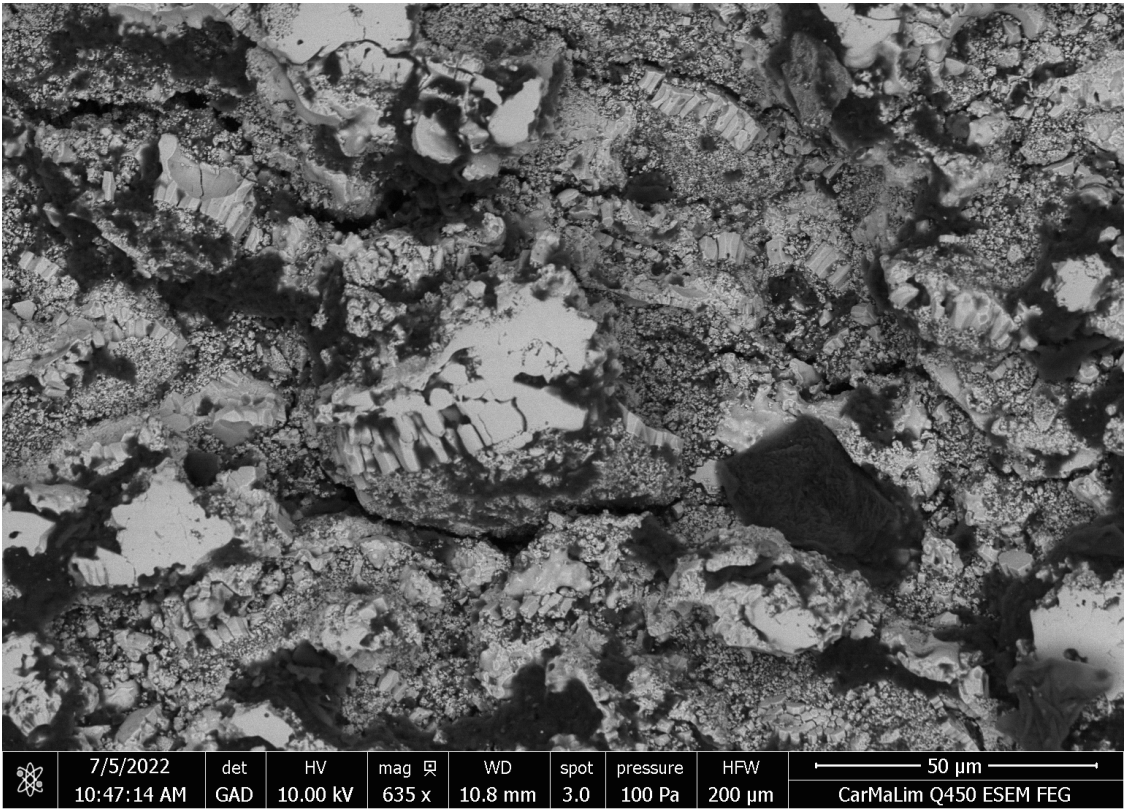
C.1 Matériau 1	230
C.2 Matériau 2	232
C.3 Comparaison	233

C.1 Matériau 1





C.2 Matériau 2



C.3 Comparaison

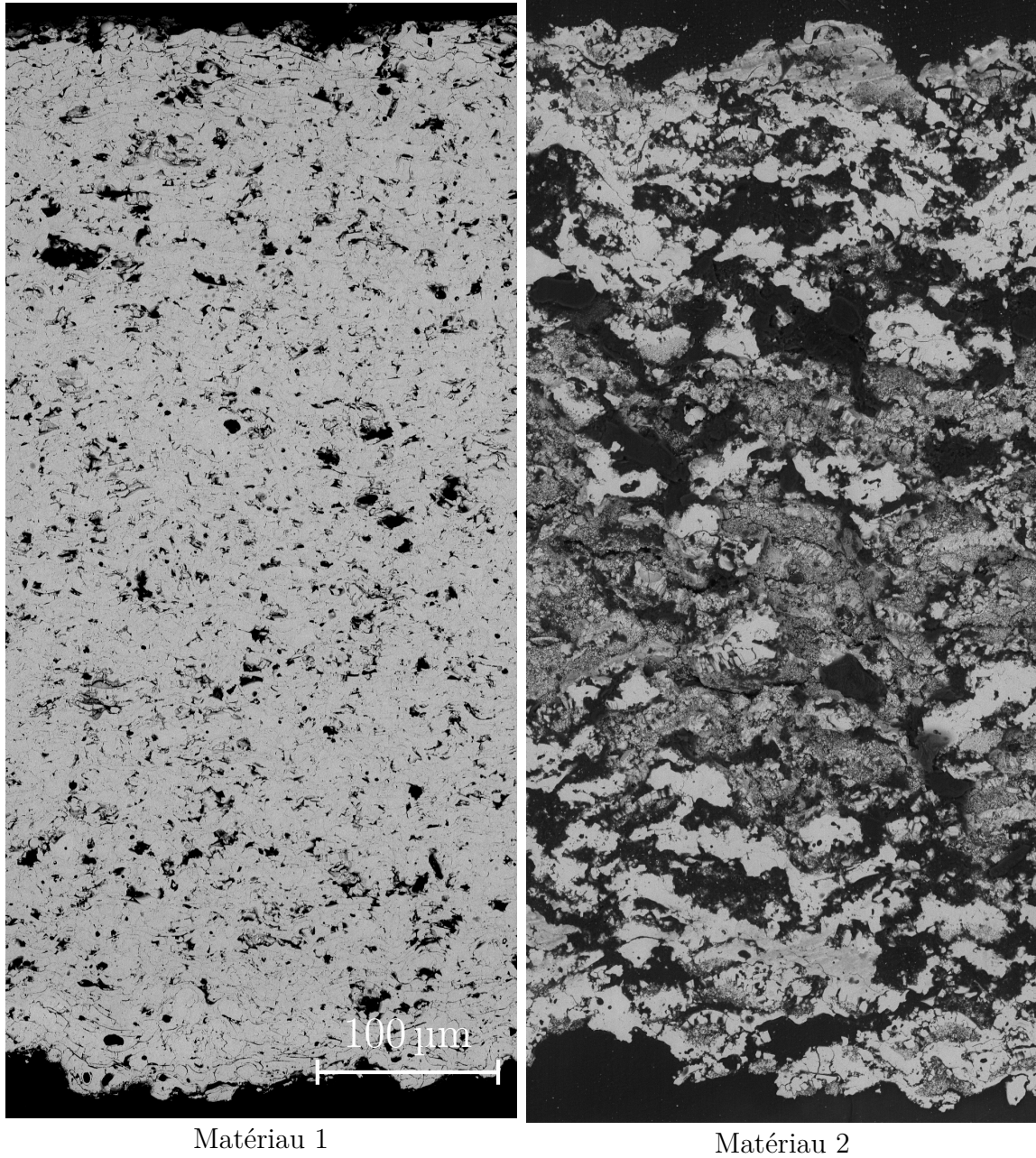


FIGURE C.1 – Micrographie de l'épaisseur ($\sim 600 \mu\text{m}$) de revêtements de matériaux 1 et 2.

Annexe D

Effet du traitement d'image sur la détection des porosités

Contenu

D.1 Définition de la matrice d'essais	236
D.2 Taux de porosité	237

Une grande quantité de paramètres interviennent dans l'étape de traitement d'image, il est légitime de se demander dans quelle mesure ils ont un effet sur la microstructure reconstruite et sur les propriétés mécaniques calculées. Par exemple, [344] s'intéressent à l'effet de la segmentation d'image dans le cadre de simulations basées sur des reconstructions 3D à partir d'image. Ils proposent des méthodes de propagation d'incertitude et d'estimation de l'effet de la segmentation sur les résultats. L'étude menée ici est bien plus simple : plusieurs étapes et paramètres du traitement d'images ont été sélectionnés et une étude de variation par rapport à un cas de référence est menée sur le Mat1-1 en termes de taux de porosité et de propriété élastique.

D.1 Définition de la matrice d'essais

Les différents cas sont résumés dans le Tableau D.1. Sur le cas de référence (1) un alignement est effectué, l'illumination est corrigée par égalisation des histogrammes (EH), le seuil est obtenu avec la méthode d'entropie, le diamètre de l'ES utilisé pour la séparation des pores et fissures est de 4 px et un paramètre $\alpha = 2$ est utilisé pour la génération du maillage associé aux fissures.

Concernant les variations, dans le cas 2, c'est l'ensemble des porosités qui sont utilisées pour générer les surfaces des fissures. Dans le cas 3, un algorithme de simplification du maillage (*Clustering Decimation*) des fissures est utilisé avec une valeur de 2. Dans le cas 4, le paramètre de maillage est augmenté, ce qui autorise la création de triangles plus grands. La limite entre pore et fissure est modifiée pour le cas 5 et 6. Pour la segmentation, la méthode des moments est utilisée dans le cas 7 et l'algorithme Weka est utilisé pour le cas 8. Cette méthode ne fournit pas de seuil directement, il est calculé *a posteriori* comme étant la valeur moyenne des porosités. Pour l'illumination, la méthode de soustraction du fond (SB) est testée (cas 9), à noter que cela modifie le niveau du seuil calculé avec la méthode d'entropie. Enfin, un dernier cas est réalisé sans alignement des images.

Les propriétés des domaines discrets utilisés pour la discrétisation sont résumées dans le Tableau D.2. La taille d'élément étant liée à la séparation entre pore et fissure (paramètre D_F), il n'est pas possible d'utiliser les mêmes domaines discrets pour les cas 5 et 6. Les simulations avec les paramètres du cas 1 sont réalisées sur un deuxième domaine discret (1bis) avec la même taille d'élément pour identifier une éventuelle variabilité liée à la génération du domaine.

Cas	Align.	Illum.	Segmentation	D_F	α	Autre
1	Oui	EH	Entropie (161)	4	2	All CD2
2	Oui	EH	Entropie (161)	4	2	
3	Oui	EH	Entropie (161)	4	2	
4	Oui	EH	Entropie (161)	4	3	
5	Oui	EH	Entropie (161)	5	2	
6	Oui	EH	Entropie (161)	3	2	
7	Oui	EH	Moments (168)	4	2	
8	Oui	EH	Weka (~170)	4	2	
9	Oui	SB	Entropie (155)	4	2	
10	Non	EH	Entropie (161)	4	2	

TABLEAU D.1 – Matrice d’essais pour l’étude de l’influence du traitement d’image.

Cas	R_{DE}	N_{DE}	N_B
1-4,7-10	1,27 μm	84 668	256 641
1bis	1,27 μm	88 886	268 864
5	1,55 μm	46 668	140 569
6	0,99 μm	184 583	561 627

TABLEAU D.2 – Domaine discret.

D.2 Taux de porosité

Les taux de porosité de chaque cas sont indiqués sur la Figure D.1. Cinq valeurs sont calculées : les taux de porosité totale, des pores et des fissures à partir des images et les taux de porosité numérique en termes d’élément et de lien.

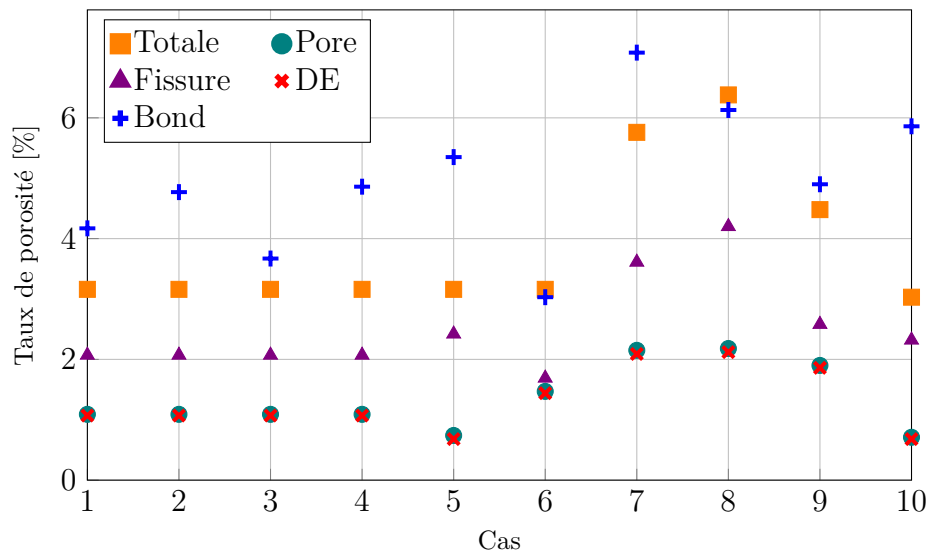


FIGURE D.1 – Taux de porosité en fonction des paramètres du traitement d’images.

Pour les cas 1 à 4 les taux de porosité des images est le même, car il n'y a pas de modification des paramètres liés au traitement d'image. Pour les cas 5 et 6, le seuil est le même, donc le taux de porosité total est le même que les cas 1-4. La modification de la taille de l'ES entraîne une modification de la répartition du taux de porosité entre pore et fissure. Un ES plus grand (cas 5) diminue le nombre de pores et augmente celui de fissure, et inversement lorsque l'ES diminue (cas 6). L'augmentation du seuil (7) entraîne une augmentation du taux de porosité total, de même lors de l'utilisation de l'algorithme Weka. Les méthodes de seuillage par moment (7) et avec Weka (8) donnent les mêmes taux de pores, mais le taux de fissures avec Weka est plus important. L'algorithme Weka semble mieux détecter les fissures. Le cas 9 où la correction de l'illumination est faite par soustraction du fond donne une porosité totale plus importante même si le seuil est plus faible (155 contre 161), ceci n'est pas anormal puisque l'illumination générale des images est différente. Enfin, le fait de ne pas réaliser d'alignement entraîne une porosité totale légèrement inférieure.

Le taux de porosité des domaines discret après représentation des pores correspond bien au taux de porosité des pores avec une légère diminution de l'ordre de 2 %. Le nombre de liens qui intersectent une fissure par rapport au nombre de liens totaux est utilisé pour exprimer une pseudo-porosité avec les liens. Dans le cas où le squelette est construit à partir de toutes les porosités (2), la surface de fissure est plus importante, le nombre de liens est donc plus important (cependant ces liens peuvent se trouver sur des pores, il aurait donc aussi été supprimé dans le cas 1).

Le fait de simplifier le maillage (3) entraîne une diminution du nombre de liens intersectant une fissure. Dans le cas 4 il y a une plus grande quantité de lien détecté, la surface des fissures est donc plus importante, ce qui est en accord avec le fait d'avoir utilisé un paramètre de maillage plus important (α correspond à la taille maximale des triangles).

Dans le cas 5 le taux de fissures est plus important, d'où un taux de liens plus important, c'est l'inverse pour le cas (6).

Annexe E

Complément sur la séparation pores/fissures

Contenu

E.1	Cas idéal 2D	240
E.2	Cas réel 2D	241

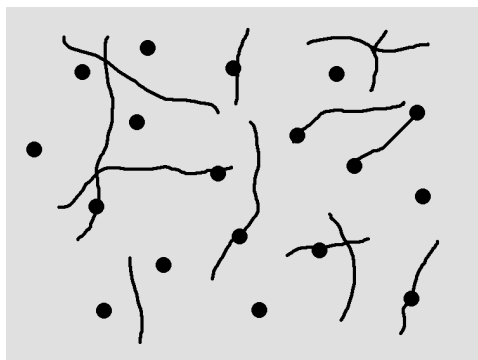
Une approche permettant de trouver automatiquement la taille limite entre différents objets est présentée. Le principe est tout d'abord illustré et validé sur une microstructure idéalisée 3D avant d'être appliquée à une microstructure réelle en 3D.

E.1 Cas idéal 2D

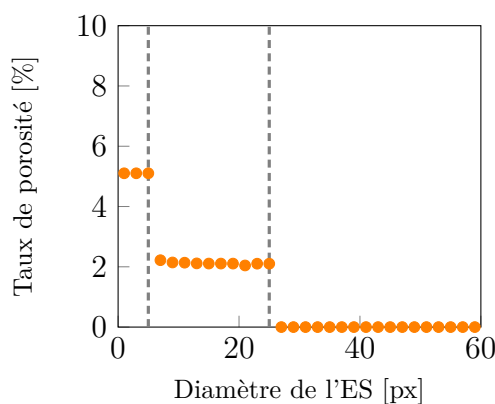
Les propriétés de l'opération morphologique de fermeture sont mises à profit : tous objets plus petits que l'Élément Structurant sont supprimés, tandis que les objets plus gros gardent leurs dimensions initiales. De plus, la suppression d'objets a un effet sur le taux de porosité total qui diminue. Ainsi, des opérations de fermetures avec des valeurs croissantes d'ES sont effectuées et le taux de porosité total est calculé à chaque fois. Une diminution du taux de porosité indique la suppression d'objets, il est donc possible de connaître la taille de ces objets qui correspond à la valeur de l'ES au moment de la diminution du taux de porosité.

Ceci est illustré en Figure E.1 sur une microstructure idéale (Figure E.1a) : elle est composée de pores sphériques de diamètre 25 px et de fissures d'épaisseur 5 px. Certaines fissures intersectent des pores. L'évolution du taux de porosité pour des valeurs croissantes d'ES sphériques est tracé en (Figure E.1b).

Pour des ES inférieur à 5 px le taux de porosité est constant à 4 %, pour les valeurs entre 5 et 25 px le taux de porosité est de 2 %, enfin il passe à 0 % lorsque la taille de ES est supérieure à 25 px. Les deux changements de taux de porosité à 5 et 25 px correspondent respectivement aux tailles des fissures et des pores. À partir de ce graphique uniquement, il est possible d'établir une taille d'ES permettant de séparer les pores des fissures : il faut prendre une valeur comprise entre 5 et 25 px de diamètre.



(a) Pores sphériques de diamètre 25 px et fissures d'épaisseur de 5 px.



(b) Évolution du taux de porosité.

FIGURE E.1 – Exemple idéalisé.

E.2 Cas réel 2D

La même étude est effectuée sur une micrographie réelle (Figure E.2). Dans ce cas, l'évolution du taux de porosité n'est plus constante par morceaux, mais il décroît de manière continue. Ceci vient du fait qu'il n'y a pas une unique taille de pore et taille de fissure, mais une distribution de taille allant de 1 px à plusieurs dizaines de pixels.

Il est tout de même possible d'observer des changements de pentes entre deux parties linéaires pour un diamètre de 11 px. Le résultat de la séparation avec un ES de 11 px est présenté en Figure E.3, il y a bien d'un côté les pores et de l'autre les fissures. Cette valeur, identifiée uniquement à partir de l'évolution du taux de porosité, permet de séparer efficacement les pores des fissures.

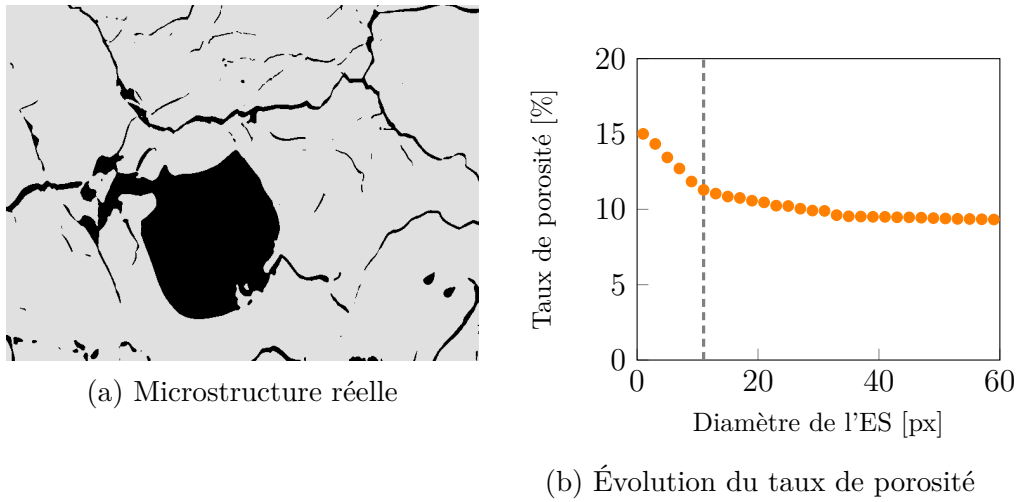


FIGURE E.2 – Exemple sur une micrographie réelle.

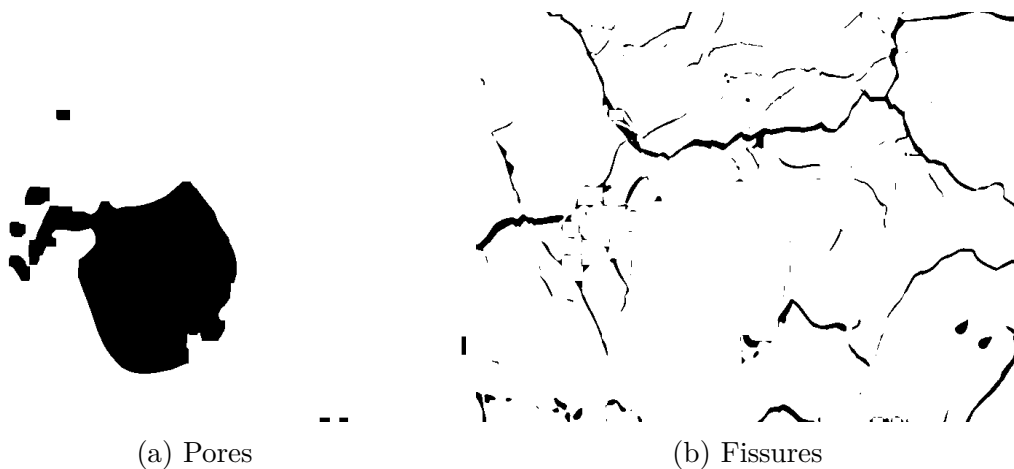


FIGURE E.3 – Résultat de la procédure de classification avec $D_F = 11$ px.

Annexe F

Généralités sur la méthode des éléments discrets - *GranOO*

Contenu

F.1 Paramètres microscopique	244
F.1.1 Élément discret	244
F.1.2 Poutre	244
F.1.3 Nombre de coordination	245
F.2 Contrainte équivalente de Rankine d'une poutre	246
F.2.1 Traction	247
F.2.2 Flexion	247
F.2.3 Torsion	247
F.3 Schéma d'intégration numérique	248
F.4 Discrétisation temporelle	248

F.1 Paramètres microscopique

F.1.1 Élément discret

Les éléments discrets sont sphériques avec un rayon R_{DE} . Les rayons suivent une dispersion uniforme de 25 % autour d'une valeur moyenne $\overline{R_{DE}}$, les valeurs des rayons varient entre R_{\min} et R_{\max} :

$$\begin{aligned} R_{\min} &= \overline{R_{DE}} \times 1,125, \\ R_{\max} &= \overline{R_{DE}} \times 0,975. \end{aligned} \quad (\text{F.1})$$

La masse des éléments discrets est fixée avec une *densité microscopique* ρ_μ . Cette densité est liée à la densité macroscopique ρ_m :

$$\rho_m = \rho_\mu \times f_v, \quad (\text{F.2})$$

où f_v est la *fraction volumique de vide*, qui correspond au rapport de la somme du volume de chaque élément sur le volume total :

$$f_v = \frac{\sum_i \frac{4}{3}\pi (R_{DE}^i)^3}{V_{tot}} \quad (\text{F.3})$$

Dans un arrangement 3D de sphères aux rayons non uniformes, $f_v \simeq 0,62$.

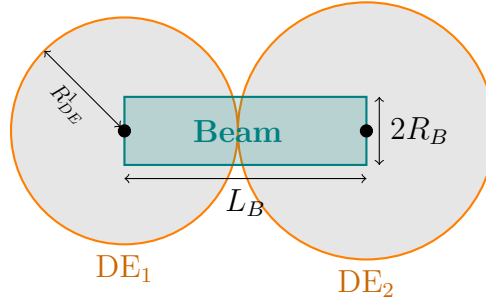


FIGURE F.1 – Paramètres microscopiques

F.1.2 Poutre

Les liens entre les éléments sont modélisés par des poutres d'Euler-Bernoulli cylindriques. Leur longueur L_B est implicitement fixée par la distance entre les centres des deux éléments reliés, cette longueur n'est donc pas la même pour toutes les poutres. La longueur moyenne des poutres peut s'approximer par :

$$\overline{L_B} \simeq 2 \times \overline{R_{DE}}. \quad (\text{F.4})$$

Le rayon des poutres R_B est uniforme, il est défini par rapport au rayon moyen de **tous les éléments** $\overline{R_{DE}}$ avec un paramètre « radius ratio » \tilde{r} :

$$R_B = \tilde{r} \times \overline{R_{DE}}. \quad (\text{F.5})$$

Les paramètres mécaniques des poutres sont leur module élastique E_μ et leur coefficient de Poisson ν_μ . Le coefficient de Poisson des poutres a très peu d'effet sur le comportement macroscopique, il est généralement fixé arbitrairement à 0,3.

La raideur d'une poutre cylindrique de longueur L_B , de rayon R_B et de module E_μ en traction/compression est :

$$K_B = \frac{E_\mu \pi R_B^2}{L_B}. \quad (\text{F.6})$$

Avec les équations (F.4) et (F.5) :

$$K_B = \frac{\pi}{2} E_\mu R_{DE} \tilde{r}^2. \quad (\text{F.7})$$

F.1.3 Nombre de coordination

Le nombre de coordinations C correspond au nombre moyen de voisins par éléments. Dans un arrangement 3D de sphères dont les rayons suivent une distribution uniforme, le nombre moyen de contacts par sphère est de 6,2. Cette valeur est donc généralement utilisée comme critère d'arrêt pour la génération des domaines discrets : le domaine est considéré comme compact lorsque le nombre moyen de contacts par élément vaut $C_{gen} = 6,2$.

Plusieurs approches peuvent être utilisées pour générer les liens entre les éléments, par exemple une triangulation de Delaunay [279, 345]. Dans GranOO, le réseau de liens est généré en créant des liens entre chaque élément en contact, le nombre de coordinations est alors proche de $C_{liens} = 6,2$ [215]. Il est possible de contrôler précisément le nombre de coordinations en faisant varier artificiellement le rayon des sphères d'une quantité ϵ pour faire varier le nombre de contacts par sphère (Figure F.2).

LECLERC [346] proposent une relation entre ce paramètre ϵ et nombre de coordinations C . Une étude sur l'effet de C vis-à-vis de la fissuration montre que pour une valeur inférieure à 6,2, la représentation de la fissuration n'est pas bonne. À partir de 6,2 la représentation devient meilleure. Enfin, les valeurs supérieures n'apportent pas beaucoup d'améliorations, à part une plus grande régularité. Dans [347] c'est une valeur de 7,5 qui est préconisé.

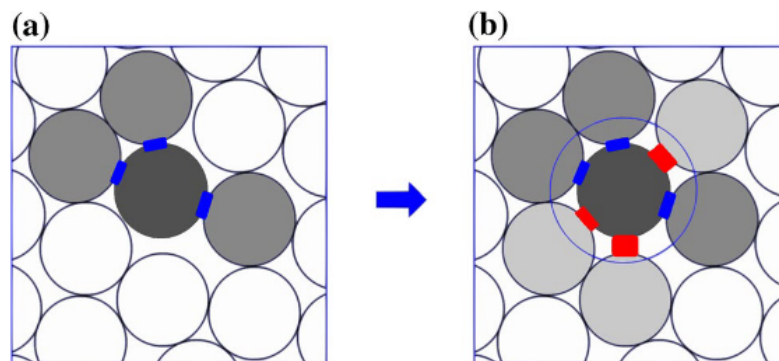


FIGURE F.2 – Effet du paramètre ϵ sur la création de lien : $\epsilon = 0$ (a) et $\epsilon > 0$ (b) (extrait de [346]).

Dans le cas de disque en 2D avec une dispersion gaussienne des rayons C est proche de 4,5 [212]. Ajout d'une triangularisation de Delaunay pour combler les trous passage à $C = 4,5$ [348].

F.2 Contrainte équivalente de Rankine d'une poutre

Les poutres subissent des sollicitations mixtes de traction, flexion et torsion. Pour utiliser un critère de rupture en contrainte, il est nécessaire de définir une contrainte équivalente qui prend en compte ces trois modes. La contrainte équivalente de Rankine est définie par :

$$\sigma_R = \frac{1}{2} \left(\sigma_{Nmax} + \sqrt{\sigma_{Nmax}^2 + 4\tau_{max}^2} \right). \quad (\text{F.8})$$

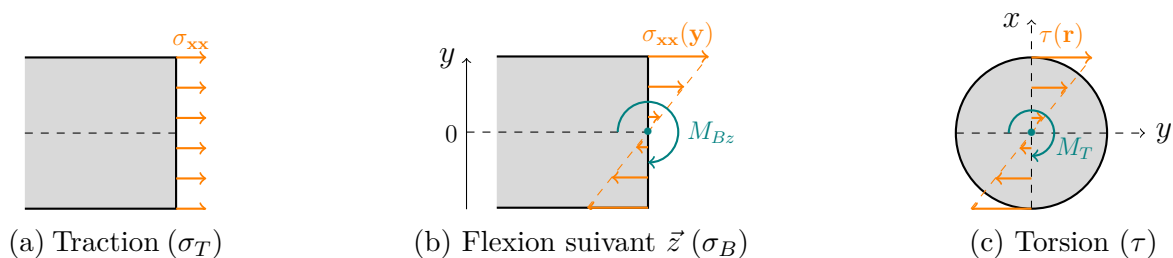


FIGURE F.3 – Trois modes de sollicitation des poutres d'Euler-Bernoulli.

σ_{Nmax} est somme des contraintes normale maximales :

$$\sigma_{Nmax} = \sigma_T + \sigma_{Bmax}, \quad (\text{F.9})$$

F.2.1 Traction

La contrainte de traction σ_T est :

$$\begin{aligned}\sigma_T &= F_N/S, \\ F_N &= K \times (L - L_0),\end{aligned}\tag{F.10}$$

avec K la raideur de la poutre, L la longueur courante et L_0 la longueur à vide

F.2.2 Flexion

La contrainte normal due à la flexion σ_B au centre de la poutre évolue dans la section circulaire suivant :

$$\sigma_B(r) = - \left(\overrightarrow{M_B} \cdot \overrightarrow{r} \right) \times \frac{r}{I_g},\tag{F.11}$$

où $\overrightarrow{M_B}$ est le moment de flexion et I_g le moment quadratique lié à la section. Elle est maximale sur les surfaces libres (en $r = \pm R$) :

$$\begin{aligned}\sigma_{Bmax} &= |\overrightarrow{M_B}| \times \frac{R}{I_g}, \\ I_g &= \frac{\pi(2R)^4}{64}.\end{aligned}\tag{F.12}$$

F.2.3 Torsion

La contrainte de cisaillement due à la torsion est :

$$\tau(r) = M_T \times \frac{r}{I_0}.\tag{F.13}$$

avec M_T le moment de torsion et I_0 le moment quadratique polaire égal à la somme de I_{g_y} et I_{g_z} . $\tau(r)$ est maximal sur les surfaces libres, en $r = R$ dans le cas d'une poutre cylindrique.

Dans le cas d'une sollicitation en compression pure : ($\sigma_T < 0$ et $\sigma_{Bmax} = \tau_{max} = 0$), donc $\sigma_{Nmax} = \sigma_T < 0$ et $\sigma_R = 0$. Ainsi, ce critère ne permet pas de rupture des *Beams* en compression pure.

F.3 Schéma d'intégration numérique

L'accélération de chaque élément à l'itération $n + 1$ est calculée en appliquant le principe fondamentale de la dynamique avec la somme des forces \vec{F} qui s'appliquent sur un élément de masse M . Les nouvelles vitesses et positions sont calculées grâce à l'algorithme d'intégration *Verlet vitesse* :

$$\begin{aligned} a_{n+1} &= \sum \vec{F}_{n+1}/M, \\ v_{n+1} &= v_n + 0,5\Delta t(a_n + a_{n+1}), \\ p_{n+1} &= p_n + v_{n+1}\Delta t + \varphi a_{n+1}\Delta t^2. \end{aligned} \tag{F.14}$$

Δt est le pas de temps et φ un paramètre d'amortissement.

L'intégration *verlet vitesse* sans amortissement correspond à $\varphi = 0,5$, une valeur supérieure (typiquement 1,3) induit un amortissement visqueux qui permet de supprimer des oscillations parasites.

Pour prendre en compte les rotations et les moments, la notion de quaternions est utilisée, les équations correspondantes sont disponibles dans [349].

F.4 Discrétisation temporelle

L'utilisation d'un schéma d'intégration explicite impose d'utiliser un pas de temps Δt inférieur au pas de temps critique Δt_c afin garantir la stabilité du calcul (condition CFL [350]). Ce pas de temps critique est défini par la plus haute fréquence du système $\xi_{max} = 1/\Delta t_c$ [284].

La fréquence maximale peut être évalué en considérant la fréquence de chaque sous-système [351], où la fréquence d'un système masse-ressort élémentaire s'exprime :

$$\xi = \sqrt{\frac{k}{m}}, \tag{F.15}$$

où m est la masse et k la raideur du système. Dans le cas d'une poutre, il y a une raideur en traction et une raideur en flexion/torsion. Il peut aussi y avoir une raideur de contact. ξ_{max} correspond donc à la fréquence la plus élevée, obtenue avec la raideur la plus grande :

$$\Delta t_c = \sqrt{\frac{m_{\min}}{k_{\max}}} \tag{F.16}$$

Dans toutes les simulations, le pas de temps est pris égal à 15 % du temps critique :

$$\Delta t = 0,15 \times \Delta t_c. \tag{F.17}$$

Annexe G

Géométrie dans l'espace

Contenu

G.1	Détection d'intersection	250
G.1.1	Cas 2D : intersection entre 2 segments dans le plan	250
G.1.2	Cas 3D : intersection entre un segment et un triangle dans l'espace	251
G.1.3	Optimisation de la recherche	251
G.2	Voxels contenus dans un cylindre	252

G.1 Détection d'intersection

La reproduction de la microstructure des matériaux nécessite de détecter des intersections entre les bords du domaine discret (des segments) et les fissures (des triangles en 3D ou des segments en 2D). Le module Python *Geometry3D*¹ permet de créer facilement des objets géométriques pour déterminer l'existence et la position d'intersections. Cependant, il est peu optimisé et n'est pas adapté à la construction de nombreux objets.

Une méthode plus rapide permettant uniquement de déterminer d'éventuelles intersections est présentée.

G.1.1 Cas 2D : intersection entre 2 segments dans le plan

La notion de *surface signé* (SS) est employée. Pour un triangle de sommets (a,b,c), dans le plan (\vec{x}, \vec{y}) , SS est défini par :

$$SS(a,b,c) = \text{signe}[\left((b - a) \wedge (c - a)\right) \cdot \vec{z}^\uparrow],$$

où \wedge désigne le produit vectoriel et \cdot le produit scalaire.

Il existe une intersection entre deux segments $[S_1, S_2]$ et $[R_1, R_2]$ si :

- Condition 1 : $SS(S_1, S_2, R_1) \neq SS(S_1, S_2, R_2)$,
- Condition 2 : $SS(R_1, R_2, S_1) \neq SS(R_1, R_2, S_2)$.

Ceci est illustré en Figure G.1, dans le cas (a) seulement une des deux conditions est respectée, il n'y a pas d'intersection, tandis que dans le cas (b) les deux conditions sont respectées.

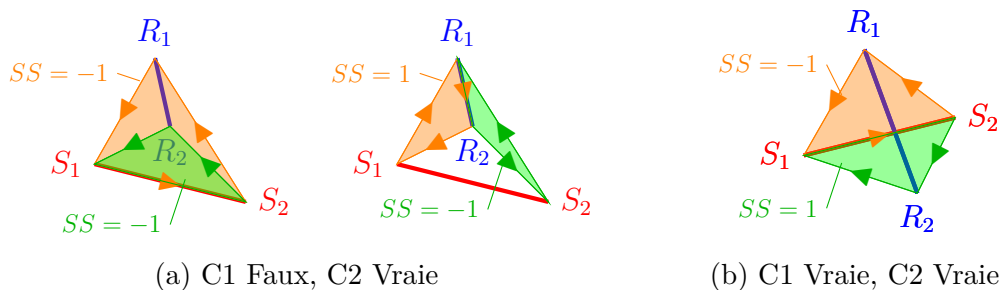


FIGURE G.1 – Détection d'intersection entre deux segments.

1. <https://pypi.org/project/Geometry3D/>

G.1.2 Cas 3D : intersection entre un segment et un triangle dans l'espace

La notion de *volume signé* (SV) est employée. Pour un polyèdres à 4 sommets (a,b,c,d), SV est définie par :

$$SV(a,b,c,d) = \text{signe}[(b - a) \wedge (c - a) \cdot (d - a)]$$

Il existe une intersection entre un segment $[S_1, S_2]$ et un triangle de sommets T_1, T_2, T_3 si :

- Condition 1 : $SV(S_1, T_1, T_2, T_3) \neq SV(S_2, T_1, T_2, T_3)$,
- Condition 2 : $SV(S_1, S_2, T_1, T_2) = SV(S_1, S_2, T_2, T_3) = SV(S_1, S_2, T_3, T_1)$.

G.1.3 Optimisation de la recherche

La méthode de recherche *brutale* consiste à chercher pour chaque segment des intersections avec tous les triangles Cette approche se révèle extrêmement peu efficace lorsqu'il y a beaucoup de triangles à tester. Pour optimiser cette recherche, un algorithme [Linked Cell Method \(LCM\)](#) [281] est utilisé, il permet d'effectuer la recherche d'intersection qu'avec les voisins proches. La notion de proximité est implémentée en subdivisant l'espace avec une grille de cellules. Une première étape consiste à ranger chaque segment et triangle dans la grille en fonction de sa position (position du centre pour les segments et position du centre de gravité pour les triangles). Ensuite, pour chaque segment, la recherche d'intersection ne se fait qu'avec les triangles se trouvant dans la même cellule ou les cellules adjacentes.

Dans l'exemple 2D de la Figure G.2, la recherche est d'abord effectuée entre le segment (rouge) et les triangles de sa cellule (verte), ici uniquement le triangle marron. Si aucune intersection n'est trouvée, la recherche est étendue aux triangles se trouvant dans les cellules voisines (orange) car les extrémités des segments et triangles peuvent "sortir" des cellules. Les triangles se trouvant plus loin (violet) ne sont pas considérés car ils ne peuvent pas intersecter le segment.

Le choix de la taille de la grille est primordial. Plus la taille des cellules est petite, moins il y aura de triangles dans chaque cellule. La détection sera donc plus rapide, car il y aura moins de possibilités à tester. Cependant, cette taille ne doit pas être trop petite pour garantir que les segments ne peuvent pas intersecter les triangles se trouvant à plus d'une cellule (hors de la zone orange). Ainsi, la taille des cellules est définie comme étant égale à 150 % de la dimension maximale de l'ensemble des segments et triangles.

Enfin, il est possible de paralléliser la recherche en lançant l'algorithme sur des zones différentes en même temps.

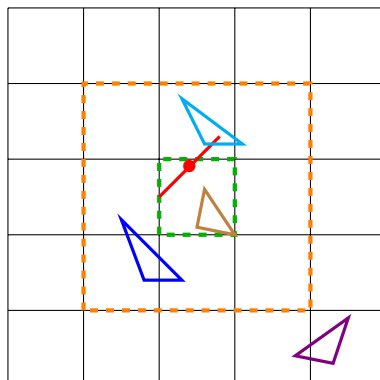


FIGURE G.2 – Illustration LCM 2D.

G.2 Voxels contenus dans un cylindre

Le calcul de l'épaisseur d'une fissure au niveau d'un lien nécessite de connaître l'ensemble des voxels contenus dans le lien (qui est un cylindre).

Soit un cylindre d'extrémités $C_1(X_1, Y_1)$ et $C_2(X_2, Y_2)$, de rayon R et de longueur L (en bleu sur la Figure G.3). Uniquement les pixels se trouvant à proximité du cylindre sont testés, le sous-domaine (vert) dans lequel est inclus le cylindre sont tous les points $P(X, Y)$ tels que $X_{\min} < X < X_{\max}$ et $Y_{\min} < Y < Y_{\max}$, avec :

$$X_{\min} = \min(X_1, X_2) - R,$$

$$X_{\max} = \max(X_1, X_2) + R,$$

$$Y_{\min} = \min(Y_1, Y_2) - R,$$

$$Y_{\max} = \max(Y_1, Y_2) + R.$$

La détermination de la présence d'un point P dans le cylindre s'effectue avec l'algorithme suivant :

— Calcul des vecteur \vec{u} et \vec{v} (en rouge) :

$$\vec{u} = \overrightarrow{C_1P} \quad ; \quad \vec{v} = \frac{\overrightarrow{C_1C_2}}{\|\overrightarrow{C_1C_2}\|}$$

— Condition 1 : le produit scalaire de \vec{u} et \vec{v} appartient à l'intervalle $[0, L]$, où $L = \|\overrightarrow{C_1C_2}\|$ est la longueur du cylindre :

$$0 \leq \vec{u} \cdot \vec{v} \leq \|\overrightarrow{C_1C_2}\|$$

- Condition 2 : la distance d du point P à l'axe du cylindre est inférieure au rayon R :

$$d = \|\vec{u} - (\vec{u} \cdot \vec{v})\vec{v}\| \leq R$$

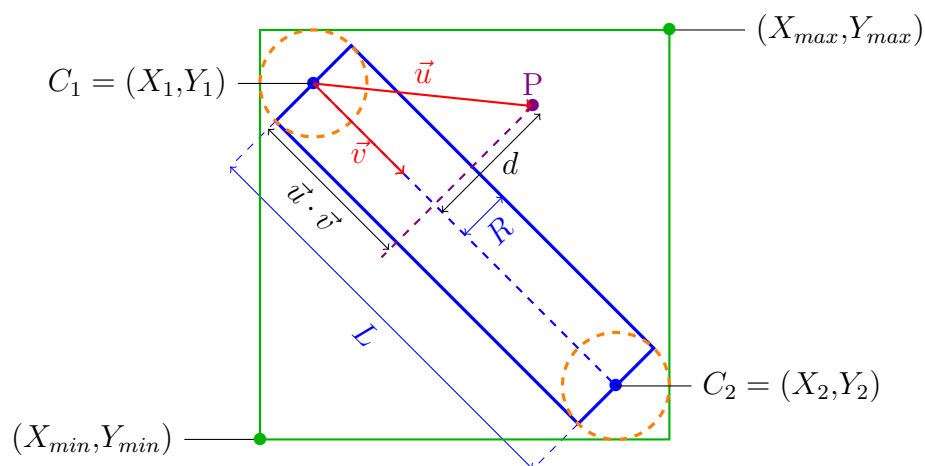


FIGURE G.3 – Schéma 2D du cylindre et du sous-domaine l'englobant.

Annexe H

Diffusion numérique

Contenu

H.1	Fréquence de coupure d'un modèle numérique	256
H.2	Cas 1D	257
H.3	Cas 2D	261
H.4	Conclusions	263

H.1 Fréquence de coupure d'un modèle numérique

Les ondes mécaniques sont sujettes à subir une diffusion numérique due à la discrétisation spatiale inhérente à la résolution numérique. La diffusion numérique s'explique par le fait que le domaine discrétisé agit comme un filtre passe bas pour les ondes mécaniques : les ondes de fréquence supérieures à une certaine fréquence de coupures f_c ne sont pas bien représentées par le modèle. Cette fréquence de coupure s'exprime dans le cas d'un domaine continu discrétisé par une longueur caractéristique h par [286] :

$$f_c = \frac{1}{\pi} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \frac{1}{h} \quad (\text{H.1})$$

Avec E le module élastique et ρ la masse volumique.

Dans le cas d'un domaine discret (ensemble de masses m liées par des ressorts de raideur k), la fréquence de coupure peut s'exprimer par :

$$f_d = \frac{1}{\pi} \sqrt{\frac{k}{m}} \quad (\text{H.2})$$

La condition fréquentielle $f < f_c$ peut se traduire en dimension d'espace en considérant la discrétisation spatiale (h) et la longueur d'onde de la sollicitation (λ). Pour une sollicitation de fréquence f et donc de période $\tau = 1/f$, la longueur d'onde est :

$$\lambda = C \times \tau, \quad (\text{H.3})$$

où $C = \sqrt{E/\rho}$ est la célérité de l'onde. La condition devient alors :

$$\begin{aligned} f < f_c &\Leftrightarrow \frac{1}{\tau} < \frac{C}{\pi h}, \\ &\Leftrightarrow \frac{1}{\lambda} < \frac{1}{\pi h}, \\ &\Leftrightarrow \lambda > \pi h. \end{aligned} \quad (\text{H.4})$$

H.2 Cas 1D

Afin d'étudier l'effet de cette diffusion numérique sur la propagation d'onde, un modèle discret 1D, schématisé en Figure H.1, est considéré.

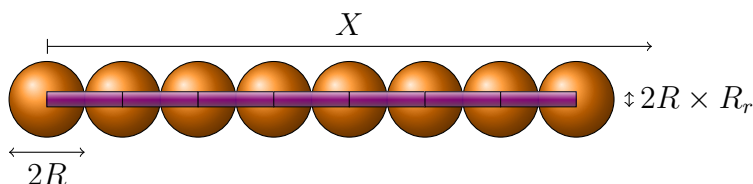


FIGURE H.1 – Modèle 1D

Pour déterminer la fréquence de coupure avec l'équation (H.2), il faut calculer la raideur K_s des poutres. Dans le cas d'une propagation longitudinale, *ie.* suivant la longueur des poutres, la raideur s'exprime suivant :

$$K_s = \frac{E \times S}{L_0} = \frac{E\pi R R_r^2}{2} \quad (\text{H.5})$$

$L_0 = 2R$ est la longueur d'un lien et S leur section, avec R_r le ratio entre le rayon des éléments et celui des liens.

La masse m d'un élément s'exprime :

$$m = \frac{4}{3}\pi R^3 \times \rho \quad (\text{H.6})$$

Alors (H.2) devient :

$$F_c^{longi} = \frac{1}{\pi} \frac{R_r}{R} \times \sqrt{\frac{3E}{8\rho}} \quad (\text{H.7})$$

En utilisant les valeurs du Tableau H.1, on obtient une fréquence de coupure de 233 kHz.

R [m]	E [GPa]	ρ [kg m ⁻³]	R_r
0,005	1000	10 000	0,6

TABLEAU H.1 – Paramètres du modèle 1D

Dans un premier temps, des sollicitations **periodiques** sont imposées en vitesse suivant des profils **sinusoïdaux** sur l'élément le plus à gauche du domaine (en $X = 0$). Dans chaque simulation, le pas de temps est identique et vaut $0,2\mu\text{s}$, les paramètres d'amortissement du schéma d'intégration ont pour valeur 0,5 ce qui correspond à un amortissement nul. Les résultats sont présentés en Figure H.2. Les courbes bleues correspondent aux sollicitations imposées, la vitesse maximale est toujours de 1 m s^{-1} suivant

l'axe X et différentes fréquences sont utilisées, à savoir 5, 50, 200 et 250 kHz. La vitesse de l'élément situé en $X = 2$ m est mesurée (courbes oranges) et la décomposition des signaux en séries de Fourier est calculée.

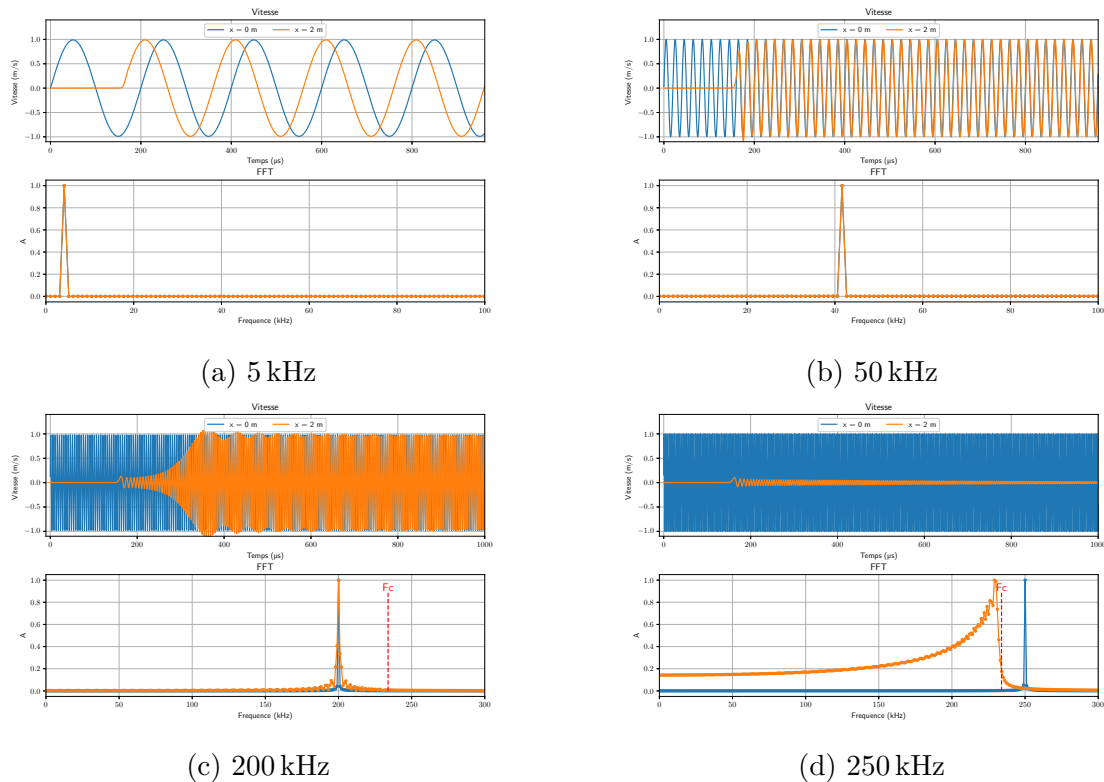


FIGURE H.2 – Sollicitations sinusoïdales periodiques.

Dans les cas à 5 kHz (Figure H.2a), l'onde se propage parfaitement (profils de vitesse identiques et même FFT).

Dans les cas à 50 kHz (Figure H.2b), le premier maximum est un peu plus faible et cette atténuation augmente au cours de la propagation (elle est plus importante en $X = 10$ m).

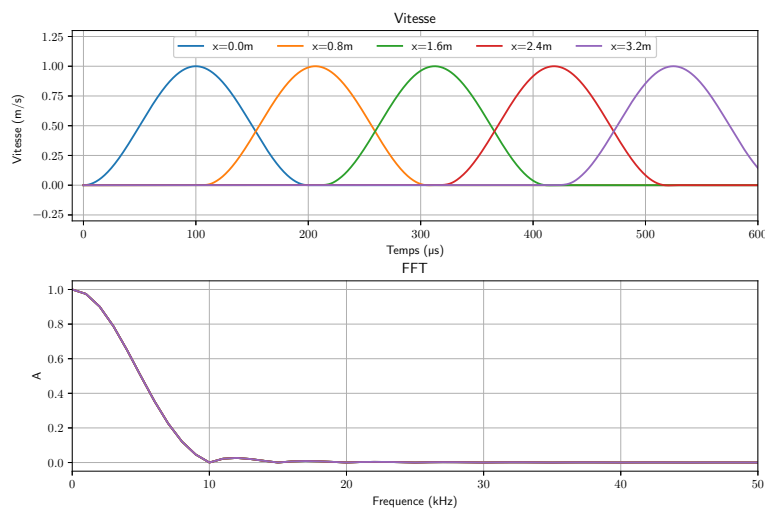
Dans le cas à 200 kHz (Figure H.2c) (inférieure à la fréquence de coupure) des effets parasites commencent à apparaître : la fréquence est bonne, mais le signal passe par un régime transitoire où la vitesse maximale augmente progressivement avant de se stabiliser sur une valeur identique à l'entrée.

Enfin, pour le cas à 250 kHz (Figure H.2d) (supérieur à la fréquence de coupure) le signal est très mal transmis, à la fois au niveau de la fréquence et de l'intensité. Sur la FFT, on note bien la chute de l'amplitude pour les fréquences supérieures à F_c .

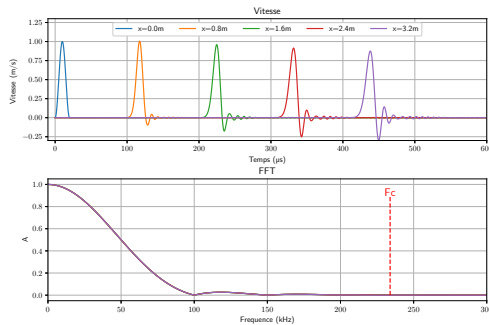
Les mêmes simulations ont été effectuées en modifiant la vitesse maximale et le pas de temps indépendamment. Les résultats sont identiques avec une vitesse maximale de 1000 m s^{-1} ou un pas de temps de $0,02 \mu\text{s}$ (10 fois plus faible). Comme attendu, l'effet

de diffusion numérique n'est donc pas dépendant du pas de temps, mais il est aussi indépendant de l'accélération.

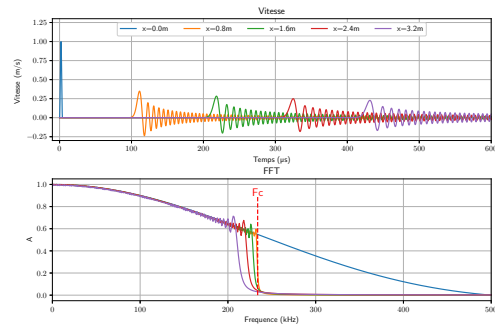
Pour se rapprocher de sollicitations réelles, des pulses sinusoidaux sont maintenant considérés : après une période, la vitesse reste nulle. Des simulations sont réalisées pour trois fréquences : 5, 50 et 250 kHz, correspondant respectivement à des durées de pulse de 200, 20 et 4 μs . Les résultats sont présentés en Figure H.3. Comme les signaux ne sont pas périodique, la FFT ne fait pas apparaître une fréquence unique, mais une distribution de fréquences.



(a) 5 kHz ($\tau = 200 \mu\text{s}$)



(b) 50 kHz ($\tau = 20 \mu\text{s}$)



(c) 250 kHz ($\tau = 4 \mu\text{s}$)

FIGURE H.3 – Sollicitations avec un pulse sinusoidale.

Dans le cas du pulse de 200 μs , à partir de 20 kHz l'amplitude est quasiment nulle et bien en dessous de la fréquence de coupure, le pulse est parfaitement transmis.

Dans le cas du pulse de 20 μs , certaines composantes sont atténuées, ce qui modifie légèrement l'onde, des vibrations parasites apparaissent et l'intensité maximale diminue.

Dans le cas du pulse de 4 μs , une grande partie du signal est filtré, il est fortement

atténué et très mal transmis.

Par ailleurs, en effectuant un bilan d'énergie (*cf.* Figure H.4), on montre que l'énergie interne du système (énergie cinétique $E_{Cinétique}$ et énergie élastique stockée dans les poutres $E_{Elastique}$) est toujours égale à l'énergie apportée au système par la sollicitation ($E_{chargement}$), en effet la différence de ces deux quantités (E_{diff}) reste nulle.

$$E_{diff} = (E_{Cinétique} - E_{Elastique}) + E_{chargement} \quad (H.8)$$

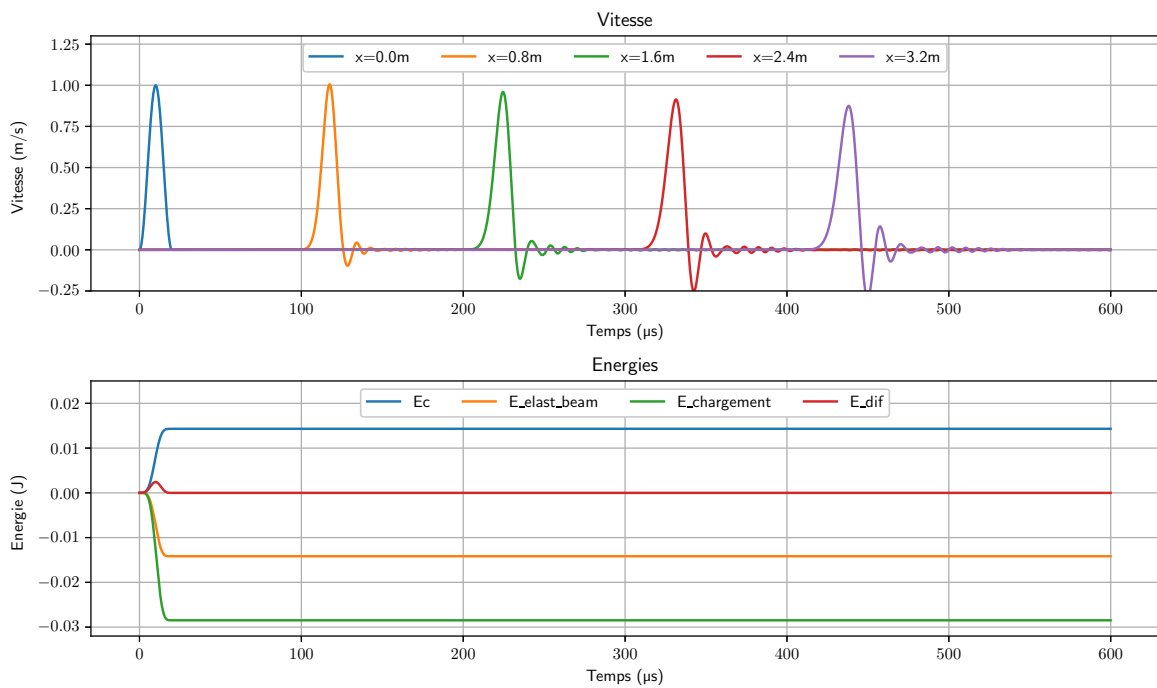


FIGURE H.4 – Bilan d'énergie sur le cas avec un pulse de $\tau = 20 \mu\text{s}$.

Sur la base de ces observations, nous pouvons postuler qu'il faut que la fréquence soit au moins inférieure à $10F_c$ pour ne pas avoir d'effet de diffusion numérique. La modification du profil de l'onde lorsqu'elle a lieu est bien une diffusion et non un amortissement ou une dissipation, dans le sens où il n'y a pas de perte d'énergie.

H.3 Cas 2D

Un modèle 2D de dimension 10 m par 0,2 m (Figure H.5) est maintenant considéré. Les paramètres microscopiques sont les mêmes que ceux du cas 1D (*cf.* Tableau H.1) avec une variabilité de +/-12,5 % sur le rayon.

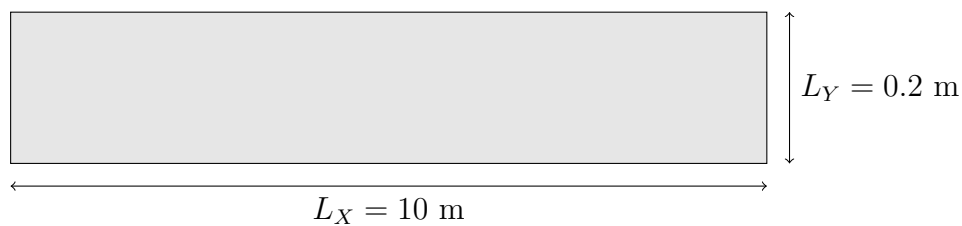


FIGURE H.5 – Modèle 2D.

Une simulation de compression uniaxiale quasi-statique est effectuée suivant la direction X pour déterminer les constantes élastiques macroscopiques équivalentes. Elles sont résumées dans le Tableau H.2.

E_{xx}	ν_{xy}
356	0,215

TABLEAU H.2 – Paramètres macroscopiques équivalent du modèle 2D.

La sollicitation est appliquée sur le côté gauche ($X=0 \text{ m}$). Que ce soit dans le cas périodique Figure H.6 ou d'un pulse Figure H.7, elle ne se propage parfaitement que pour des fréquences inférieures à 5 kHz.

Cependant, il est plus complexe d'identifier une fréquence de coupure bien nette. Plusieurs facteurs sont à prendre en compte : la distribution des rayons, donc des raideurs, mais aussi la sollicitation des poutres suivant plusieurs modes (longitudinal et transverse). On remarque tout de même que quasiment rien n'est transmis au-dessus de 150 kHz.

ANNEXE H. DIFFUSION NUMÉRIQUE

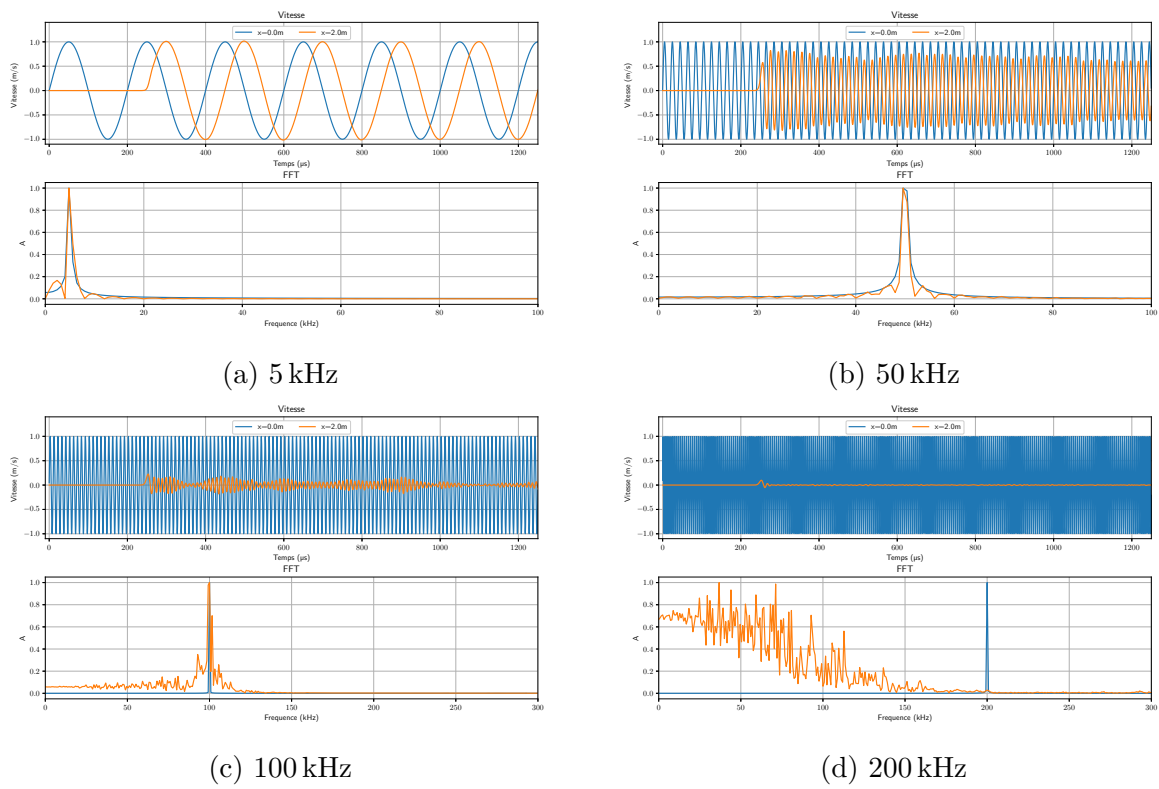


FIGURE H.6 – Sollicitations sinusoïdales périodiques sur le modèle 2D.

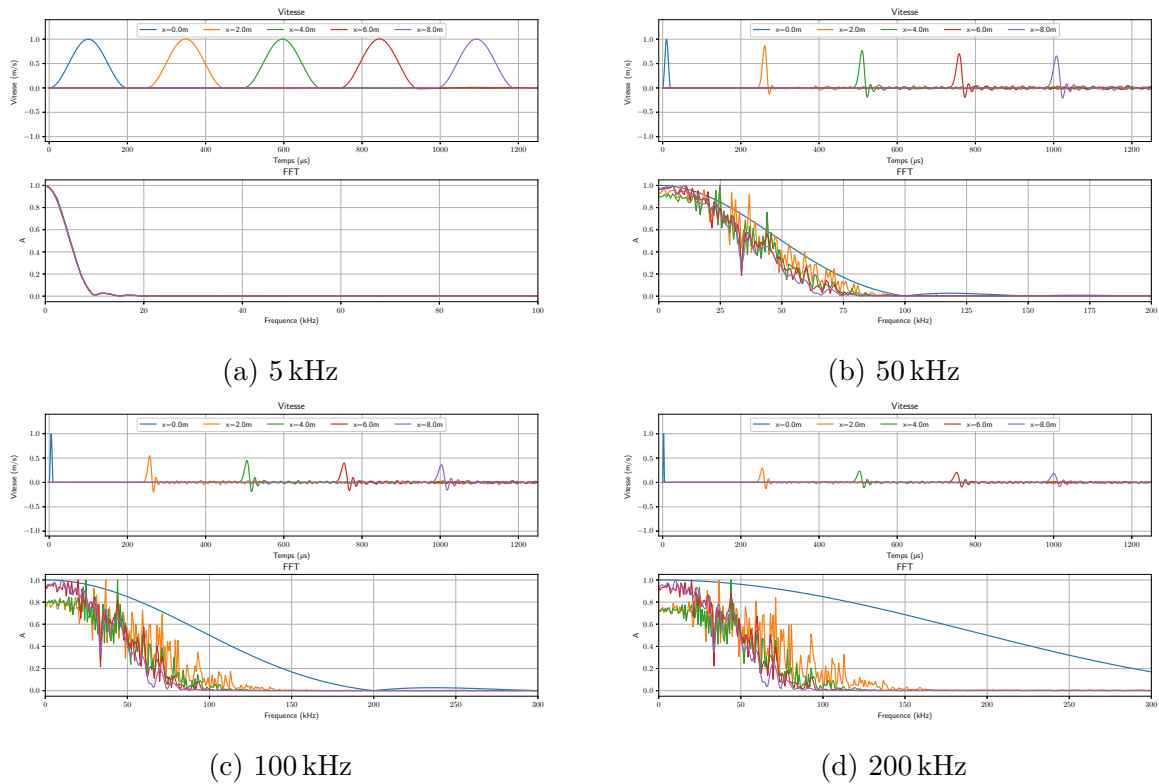


FIGURE H.7 – Pulse sur le modèle 2D.

H.4 Conclusions

L'équation (H.7) permet de calculer très précisément la fréquence de coupure associée à un domaine 1D dans le cas de sollicitation longitudinale. Les fréquences supérieures à cette fréquence de coupure ne sont pas du tout transmises. Aussi, pour que le signal se propage sans être altéré, il faut que sa fréquence soit au moins dix fois inférieure à la fréquence de coupure. Cette affirmation est aussi vérifiée dans le cas 2D (et par extension 3D) même si l'identification d'une fréquence de coupure précise devient plus complexe.

Ainsi pour un milieu et une sollicitation donnée, si la fréquence de la sollicitation est trop importante, l'unique solution est de diminuer la taille des éléments pour augmenter la fréquence de coupure (*a priori* la modification de la taille des éléments n'a pas d'effet sur les paramètres macroscopiques, les paramètres microscopiques sont donc indépendants de la taille des éléments).

Résumé : Les revêtements en céramique obtenus par projection plasma (APS) ont une microstructure poreuse et micro-fissurée qui a un effet non négligeable sur les propriétés mécaniques lors d'impact de micro-débris ou de choc laser. En effet, la microstructure permet d'atténuer les ondes de compression, ce qui peut s'avérer utile pour réaliser des revêtements de protection. Dès lors, la caractérisation du lien entre la microstructure et les propriétés sous des sollicitations dynamiques, est nécessaire pour exploiter le potentiel de ces matériaux, mais la compréhension des mécanismes qui interviennent reste encore limitée.

Cette thèse s'intéresse aux possibilités offertes par la méthode des éléments discrets (MED) pour modéliser, à l'échelle de la microstructure, des matériaux hétérogènes comme les céramiques projetées plasma. Une stratégie de création de domaines numériques 3D représentant la microstructure est proposée. Elle est fondée sur de l'analyse d'images volumiques obtenues par MEB-FIB : la porosité est détectée puis traitée selon son échelle, afin d'être reproduite numériquement. Des simulations sont réalisées sur les modèles pour étudier l'effet de la microstructure sur la propagation d'ondes de compression, obtenir des lois de comportement macroscopique et étudier l'endommagement induit.

Mots clés : Méthode des Éléments Discret, Microstructure, Comportement dynamique, Céramiques projetées plasma, Endommagement

Abstract : Ceramic coatings obtained by plasma spraying (APS) have a porous, micro-cracked microstructure that has a significant effect on mechanical properties when subjected to micro-debris impact or laser shock. The microstructure attenuates compression waves, which can be useful for protective applications. Consequently, characterization of the microstructure-properties link, under dynamic loading, is necessary to exploit the potential of these materials, but understanding of the mechanisms involved is still limited.

This thesis focuses on the possibilities offered by the discrete element method (DEM) for modelling heterogeneous materials such as plasma-sprayed ceramics at the microstructure scale. A strategy for creating 3D numerical domains representing the microstructure is proposed. It is based on the analysis of volume images obtained by FIB-SEM : porosity is detected and then processed according to its scale, in order to be reproduced digitally. Simulations are carried out on the models to study the effect of the microstructure on the propagation of compression waves, to obtain macroscopic behavior laws and to study the induced damage.

Keywords : Discrete Element Method, Microstructure, Dynamic behavior, Plasma Sprayed Ceramics, Damage