



**HAL**  
open science

# Endommagement et microfissuration d'un composite à matrice céramique tissé 3D : approchemulti-échelle et évaluation ultrasonore

Edith Gripon

► **To cite this version:**

Edith Gripon. Endommagement et microfissuration d'un composite à matrice céramique tissé 3D : approchemulti-échelle et évaluation ultrasonore. Autre [cond-mat.other]. Université Sciences et Technologies - Bordeaux I, 2013. Français. NNT : 2013BOR14908 . tel-00959370

**HAL Id: tel-00959370**

**<https://theses.hal.science/tel-00959370>**

Submitted on 14 Mar 2014

**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.

Numéro d'ordre : 4908

# THÈSE

présentée à

## L'UNIVERSITÉ BORDEAUX 1

École Doctorale des Sciences Physiques et de l'Ingénieur

par

**Edith GRIPPON**

Ingénieur de l'École ENSEIRB-MATMECA

pour obtenir le grade de

**DOCTEUR**

Spécialité : Mécanique

# Endommagement et microfissuration d'un composite à matrice céramique tissé 3D : approche multi-échelle et évaluation ultrasonore

Soutenue le 21 novembre 2013

### Après avis de :

MM.	GERARD BERNHART	Professeur à l'école des Mines d'Albi-Carmaux	<b>Rapporteurs</b>
	PASCAL REYNAUD	Chargé de recherche CNRS à l'INSA de Lyon, HDR	

### Devant la commission d'examen formée de :

MM.	OLIVIER ALLIX	Professeur à l'ENS Cachan	<b>Président</b>
	CHRISTOPHE ARISTÉGUI	Professeur à Université Bordeaux 1	
	STÉPHANE BASTE	Professeur à Université Bordeaux 1	
	GERARD BERNHART	Professeur à l'école des Mines d'Albi-Carmaux	
	FLORENT BOUILLON	Ingénieur Herakles	
	FRÉDÉRIC LAURIN	Ingénieur ONERA	
	ÉRIC MARTIN	Professeur à l'Institut Polytechnique de Bordeaux	
	PASCAL REYNAUD	Chargé de recherche CNRS à l'INSA de Lyon, HDR	



# Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du Laboratoire des Composites Thermostructuraux et du département Acoustique PHYsique de L'Institut de Mécanique et d'Ingénierie de l'Université Bordeaux 1. Je tiens ainsi à remercier les directeurs de ces deux laboratoires : Monsieur le Professeur **Éric Arquis** de L'I2M et Monsieur le Professeur **Francis Teyssandier** du LCTS. L'application de ces travaux de recherche a porté sur les matériaux composites à matrice céramique développés par Herakles du groupe SAFRAN.

La collaboration de ces trois entités, a permis d'associer des savoirs faire mécaniques complémentaires au sein d'un projet de recherche complet et ambitieux. Je remercie ainsi, Messieurs les Professeurs **Christophe Aristégui**, **Stéphane Baste**, **Marc Deschamp** et **Eric Martin**, d'avoir élaboré mon sujet de thèse et de m'avoir fait confiance pour le mener à bien. Le soutien financier de la région Aquitaine a permis de subvenir aux besoins matériels de mes recherches, je tiens à l'en remercier.

J'ai été particulièrement sensible à l'intérêt que Messieurs **Gérard Bernhart**, de l'école de Mines d'Albi, et **Pascal Reynaud**, de l'INSA de Lyon, ont porté à mon travail en me faisant l'honneur de le juger en tant que rapporteurs. Je suis également très reconnaissante envers Monsieur **Olivier Allix**, Professeur à l'ENS Cachan, d'avoir accepté de présider mon jury de thèse. Je le remercie pour son organisation quant aux nombreuses questions, qui ont suivi la présentation orale de mes travaux. Je remercie également **Florent Bouillon**, Ingénieur à Herakles, et **Frédéric Laurin**, Ingénieur de Recherche à l'ONERA Châtillon, d'avoir accepté d'examiner mon travail.

Mes travaux de thèse se sont déroulés sous la direction complémentaire de trois professeurs. Je tiens dans un premier temps à remercier **Eric Martin**, qui lors de ma dernière année d'école d'ingénieurs, m'a donné l'envie et la confiance suffisante pour poursuivre de mes études supérieures (huit ans c'est long). Une fois la machine lancée, j'ai été initiée à la caractérisation ultrasonore par **Stéphane Baste** et **Christophe Aristégui**. Je remercie Stéphane pour sa disponibilité, son soutien, mais aussi ses connaissances et sa passion pour la mécanique de l'endommagement, qu'il a su partager durant ces trois années. Je remercie Christophe pour l'intérêt porté à mes travaux de thèse et pour la structure qu'il a pu y apporter. Pour conclure, je remercierai mes trois directeurs pour la confiance qu'ils ont su m'accorder dès le début de ma thèse et pour leurs investissements quant au bon déroulement de celle-ci.

Les multiples échanges et la participation d'Herakles à la définition des problématiques industrielles de ces travaux de recherche appliquée, ont été pour moi une constante motivation. Je remercie en particulier **Florent Bouillon** et **Vincent Herb**, qui ont su enrichir les interprétations expérimentales et numériques des résultats que j'ai pu obtenir. Leurs expertises sur les CMC, leurs comportements mécaniques et leurs applications envisagées m'ont été particulièrement profitables.

Mes travaux de thèse n'auraient pu être les mêmes sans l'aide de **Guillaume Couégnat** et **Jean-Marie Morvan**. Je remercie Guillaume pour le transfert de ses compétences numériques en modélisation multi-échelle. Je remercie Jean-Marie pour son savoir faire en caractérisation mécanique, ce fut un plaisir de collaborer avec lui durant ma thèse. J'ai également pu compter sur un échange moteur avec **Christophe Dupin**, doctorant (maintenant docteur !) du LCTS.

Je voudrais également saluer l'ensemble des membres de L'IMM (en particulier, les départements correspondant à l'ancien LMP) et du LCTS, permanents, thésards et stagiaires qui se sont succédé durant ces trois années. Je remercie amicalement tous ceux avec qui j'ai partagé des moments professionnels et/ou conviviaux (votre présence à ma soutenance et au restaurant de fin de thèse m'a fait chaud au coeur). Dans la catégorie des collègues et co-bureaux, je tiens à adresser un remerciement tout particulier à **Philippe Blanloeuil** (en Australie depuis peu), sans qui (entre autres) mes mails importants n'auraient pas eu les mêmes formulations.

Je remercie **Clément Charpentier** de m'avoir soutenu et accompagné dans les différentes étapes que comporte une thèse. Enfin, j'aimerais adresser une pensée à mes amis. Je remercie les toulousains, parmi lesquels je me souviens d'une conversation téléphonique avec **Marina Bringel** suite à laquelle, la balance des pous et contres "faire une thèse" penchée vers la bonne direction. Merci, aux amis et amoureux du bassin parmi lesquels je distinguerais **Aurélie Dulauren** pour sa faculté à relire mes nombreux rapports semestriels dans des situations quelques peu improbables. Merci aux bordelais et aux écuries d'avoir su m'apporter l'équilibre parfait entre travail et divertissement. Je consacrerai ces derniers remerciements à **Nathalie Alarcon** qui a su me rappeler que finalement, tout est une question de cheval et de Giga-Pascal (GPa).

# Table des matières

<b>Introduction</b>	<b>1</b>
<b>1 Comportement mécanique et endommagement des matériaux SiC/SiC tissés 3D</b>	<b>5</b>
1.1 Composite à matrice céramique : application, intérêt, particularité et microstructure . . . . .	6
1.2 Comportement macroscopique sous sollicitation mécanique . . . . .	10
1.3 Autres essais de caractérisation . . . . .	15
<b>2 Détermination ultrasonore du tenseur de rigidité</b>	<b>19</b>
2.1 Identification du tenseur de rigidité par méthode ultrasonore . . . . .	20
2.2 Motivation et choix d'un algorithme d'optimisation adapté au CMC SiC/SiC tissé 3D . . . . .	28
2.3 Validation de l'algorithme d'optimisation à partir de vitesses simulées . . . . .	35
2.4 Caractérisation expérimentale du CMC SiC/SiC tissé 3D . . . . .	42
<b>3 Variation du tenseur de rigidité induite par l'endommagement</b>	<b>47</b>
3.1 Banc de caractérisation ultrasonore de l'endommagement . . . . .	48
3.2 Traction monotone . . . . .	51
3.3 Traction cyclée . . . . .	69
<b>4 Analyse de la microfissuration du SiC/SiC tissé 3D et recherche du comportement moyen</b>	<b>81</b>
4.1 Micrographie sous sollicitation de traction . . . . .	82
4.2 Corrélation entre densité de microfissuration et variation du tenseur de rigidité . . . . .	91
<b>5 Approche multi-échelle du comportement mécanique du SiC/SiC tissé 3D</b>	<b>99</b>
5.1 Vers une approche micromécanique . . . . .	100
5.2 Modélisation multi-échelle du comportement élastique du SiC/SiC tissé 3D . . . . .	102
5.3 Modélisation multi-échelle de l'endommagement du SiC/SiC tissé 3D . . . . .	115
5.4 Développement et autres applications de l'approche multi-échelle . . . . .	125
<b>Conclusion</b>	<b>129</b>
<b>Bibliographie</b>	<b>140</b>



# Introduction

Les matériaux composites thermostrostructuraux ouvrent de nouvelles perspectives aux motoristes et aux avionneurs. Les propriétés mécaniques et thermiques des composites à matrice céramique (CMC) permettent d'envisager leur emploi dans les parties chaudes des moteurs d'avions comme alternative aux solutions métalliques. Ces matériaux CMC plus légers autoriseraient des gains de masse de l'ordre de 30 à 50 % par rapport aux pièces métalliques qu'ils ont vocation à remplacer. Ces gains de poids réduiraient les coûts de transport (consommation et pollution) qui sont devenus des enjeux stratégiques et environnementaux majeurs.

Herakles (groupe SAFRAN) développe des composites tissés à fibre et matrice en Carbure de Silicium (SiC), permettant ce gain de masse et capables de résister à des températures allant de 1000 à 1500 °C. Ainsi, ces CMC sont particulièrement adaptés pour des pièces exposées à la chaleur des moteurs. Depuis quelques années, ce nouveau type de matériau composite tissé 3D intéresse de plus en plus les industriels de l'aéronautique car, il offre aussi une meilleure tenue à l'impact en réduisant de manière significative le délaminage [Greenhalgh et Hiley (2002)]. De plus, ces matériaux permettent de réaliser des structures complexes en un nombre d'opérations limité réduisant ainsi les coûts de fabrication [Mouritz *et al.* (1999)].



FIGURE 1 – Cône central d'éjection en CMC testé en 2012 sur CFM56 en vol sur avion Airbus © Anne Jolivet / Equivox / Safran.



FIGURE 2 – Avion de combat Rafale équipé de ses volets en composite à matrice céramique.

« Comme toute technologie de rupture, celle-ci nécessite une vision à très long terme. Nous avons commencé à explorer la piste de l'aéronautique civile (figure 1) afin de pouvoir produire en série des pièces qui pourraient équiper la prochaine génération de moteurs LEAP, ainsi que les nouveaux moteurs que développera Safran à l'horizon 2020-2030 » explique le chef de programme "Échappement CMC" chez Herakles [Richard (2013)].

Contrairement au domaine militaire, où le nombre d'heures de vol des appareils est limité, les moteurs d'avions civils sont extrêmement sollicités. En plus d'une forte résistance aux très hautes températures, les pièces doivent pouvoir afficher une durée de vie de plusieurs dizaines d'années. « *Pour les moteurs militaires, nous utilisons des matériaux thermostructuraux à base de fibres de carbone (figure 2). Ils ont cependant tendance à s'oxyder au cours du temps. Afin de répondre aux attentes du secteur de l'aéronautique civile, nous utilisons une fibre inoxydate en carbure de silicium. Nous avons également ajouté à ces matériaux une nouvelle spécificité : l'auto-réparation. Si des microfissures se forment dans la pièce, l'oxygène présent dans l'air va activer des molécules permettant à la pièce de s'auto-cicatriser en temps réel. Cette propriété est essentielle pour atteindre les 100 000 heures de fonctionnement requises par une pièce de moteur civil.* »

L'ouverture au secteur civil des composites thermostructuraux génère deux **problématiques** principales : l'utilisation de nouveaux constituants (fibre et matrice) et de nouvelles méthodes d'élaboration (modes d'infiltration et chemin de tissage) dans le but de réduire les coûts de production et d'atteindre des durées de fonctionnement conséquentes.

L'association de constituants fragiles ( $SiC$ ) conduit à des composites possédant des propriétés nouvelles. Il est théoriquement possible d'atteindre le matériau idéal pour une application donnée. Le comportement d'un composite est directement piloté par le choix de la composition des fibres, de la matrice, de l'interface fibre-matrice, de l'orientation et de la proportion des fibres par rapport à la charge (figure 3).

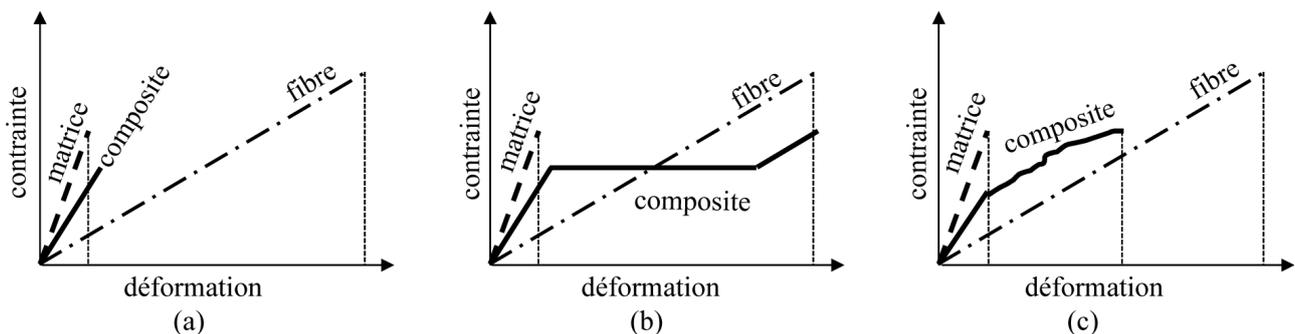


FIGURE 3 – Représentation schématique des courbes contrainte-déformation en traction de matériaux composites de type  $SiC/SiC$  à renfort unidirectionnel selon l'intensité du couplage fibre-matrice : a) forte ; b) faible ; c) intermédiaire.

Ainsi l'optimisation d'un composite répondant aux attentes d'une application industrielle (avion civil) est un véritable challenge scientifique et technique. Actuellement, cette optimisation du matériau vis-à-vis des critères de tenue mécanique est menée presque uniquement à l'aide d'essais. De plus, l'utilisation des matériaux CMC tissés 3D reste encore limitée par le déficit de méthodes de dimensionnement appropriées. Le manque de confiance dans les modèles actuels conduit à de forts sur-dimensionnements, minimisant les gains de masse et conduisant à d'importants surcoûts expérimentaux de validation [Couégnat (2008)].

Ainsi, trois thèmes majeurs de recherche ont été identifiés pour ces nouveaux matériaux : la modélisation de leur comportement mécanique complexe, l'amélioration de la connaissance de leur comportement mécanique soumis à des sollicitations mécaniques variées, et l'élaboration d'un processus de conception numérique optimisé [Tranquart (2012)].

---

Parmi les nombreuses combinaisons fibres-matrices possibles en vue d'obtenir un matériau composite performant, nous étudierons un composite SiC/SiC tissé 3D issu d'un procédé de fabrication hybride voie gazeuse (CVI)-voie liquide (CVL). Celui-ci est constitué ainsi d'une matrice multi-séquentée [Si - B - C] et d'une matrice sous forme de blocs de carbure de silicium (SiC) renforçant toutes deux, un tissu guipex 3D de fibres SiC.

La microstructure de ce composite tissé est de nature multi-échelle. On distingue : l'échelle de la fibre d'un diamètre d'une dizaine de microns, l'échelle du fil formé d'un ensemble de fibres et l'échelle de la préforme résultant de l'entrelacement des différents fils. Comme la microstructure, l'endommagement est de nature multi-échelle, les mécanismes élémentaires de rupture se produisant aux différentes échelles.

Différentes descriptions du comportement mécanique des composites à matrice céramique ont été proposées. Deux familles principales se distinguent selon les échelles considérées : micro ou macroscopique. Les modèles phénoménologiques (ou macroscopiques) [Maire et Lesne (1998) ; Camus (2000) ; Chaboche et Maire (2002)] sont basés sur la mécanique continue de l'endommagement dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversibles. Ils décrivent principalement le comportement moyen du matériau à l'échelle de l'élément de volume. La microfissuration, phénomène micromécanique, est traduite au niveau macromécanique par une variable interne. La définition de ces variables internes d'endommagement varie suivant les auteurs : on distingue les choix scalaire [Camus (2000)], vectoriel [Talreja (1985)] ou tensoriel d'ordre 2 [Kachanov (1980) ; Cordebois et Sidoroff (1982) ; Murakami et Imaizumi (1982)] par leur nombre de variables à identifier. En effet, la difficulté principale de ces modèles reste l'identification expérimentale des cinétiques d'évolution de ces variables d'endommagement. Les effets des hétérogénéités et des phénomènes d'endommagement à l'échelle locale ne sont généralement pas pris en compte. Ces modèles sont très efficaces pour le calcul des structures mais se révèlent souvent pauvres en sens "physique" : le choix d'un milieu continu ne permet ni la compréhension des mécanismes de microfissuration, ni celle de leur effet macroscopique sur le comportement des composites.

Les approches micromécaniques conduisent à décrire les phénomènes macroscopiques à partir de l'analyse des phénomènes microscopiques [Eshelby (1957)]. Les modèles micromécaniques complètent les modèles macroscopiques en tenant compte des hétérogénéités de contrainte à l'échelle microscopique [Axelsen (1995) ; Vaughan et McCarthy (2010)]. La microfissuration des CMC est souvent introduite par des approches probabilistes [Calard (1998) ; Pineau (2010)]. Les micro-défauts sont définis par leurs paramètres géométriques. Les propriétés du milieu continu endommagé équivalent sont déterminées par le biais d'un calcul d'homogénéisation. Cependant, l'échelle de la microstructure apparaît mal adaptée à la modélisation du comportement global d'un matériau réel dans lequel les microfissures présentent une géométrie souvent complexe et tridimensionnelle.

Les approches purement macroscopiques [Chaboche (1992) ; Maire (1992) ; Marcin (2010)] sont aujourd'hui couplées à des analyses micromécaniques [Allix *et al.* (1993) ; Couégnat (2008)]. Elles conduisent à l'identification d'un nombre limité de variables internes ayant une signification physique claire. C'est dans ce cadre d'approche mixte, c'est-à-dire multi-échelle, que se situent ces travaux.

Pour rendre compte du comportement mécanique tridimensionnel complexe de ce composite à matrice céramique SiC/SiC tissé 3D, le tenseur de rigidité est choisi comme variable d'endommagement [Baste et Audoin (1991)]. La croissance des réseaux de microfissuration a un effet sur chacune de ses composantes. La mesure ultrasonore de ce tenseur au cours d'un essai de traction donne alors accès à l'évolution macroscopique volumique de l'endommagement.

Les caractérisations ultrasonores 3D sont favorablement confrontées à une analyse micromécanique de l'endommagement. Cette approche mixte multi-échelle est propice au développement de modèles analytiques ou numériques permettant une compréhension des mécanismes "physiques" de microfissuration lors d'essai de traction simple ou hors-axes [Morvan (1997) ; El Bouazzaoui (1994) ; Aristégui (1997) ; Barret (1999)]. Une analyse numérique semble nécessaire dans le cas d'une microstructure complexe telle que celle présentée par le composite SiC/SiC tissé 3D. Grâce aux observations micrographiques, trois régions distinctes du matériau sont identifiées comme étant le lieu de développement des réseaux de fissuration : la matrice inter-fils, les fils transversaux et les fils longitudinaux. La confrontation de mesures ultrasonores et d'analyses micrographiques, aux prédictions issues d'une modélisation multi-échelle, confirmera l'orientation des réseaux de microfissuration, leur évolution ainsi que leur effet sur les propriétés mécaniques du matériau.

Le **chapitre 1** présente le matériau composite à matrice céramique SiC/SiC tissé 3D et les essais autorisant sa caractérisation. Une attention particulière est portée sur les courbes contrainte-déformation en traction monotone et cyclée.

Le **chapitre 2** introduit la méthode ultrasonore d'identification du tenseur de rigidité. Les principes et les exigences expérimentales sont détaillés. La caractérisation du composite SiC/SiC tissé 3D a nécessité le développement d'un algorithme d'optimisation génétique, robuste au mélange prononcé des modes acoustiques.

Le **chapitre 3** fait l'inventaire des résultats de caractérisation ultrasonore du composite SiC/SiC tissé 3D sous sollicitation de traction monotone et cyclée. Deux modes de rupture ont été identifiés : les fissures matricielles orientées perpendiculairement à la direction du chargement et les décohésions interfaciales. Le mécanisme de déformation lié aux ouvertures de fissures a été souligné.

Le **chapitre 4** détaille les régions de microfissuration observées sur micrographies. Les cinétiques des densités de fissuration des réseaux matriciels inter-fils, intra-fils transversaux et intra-fils longitudinaux, sont mesurées. Le comportement "typique" moyen est dégagé par une mise en relation des résultats de caractérisation ultrasonore et micrographique. L'accent est mis sur les perspectives d'un modèle macroscopique basé sur le choix de variables internes "cohérentes", intégrant toutes les spécificités du composite.

Le **chapitre 5** est consacré à la modélisation du matériau. Compte tenu de sa microstructure multi-échelle, la description du matériau est menée à ces différentes échelles en établissant un lien direct par homogénéisation entre celles-ci. À partir de la connaissance des propriétés mécaniques des constituants, de la séquence de tissage de la préforme et des mesures ultrasonores, les propriétés mécaniques initiales d'une cellule élémentaire représentative sont déterminées. L'introduction discrète des mécanismes et cinétiques d'endommagement observés expérimentalement dans la représentation par éléments finis du matériau, permet de retrouver les variations des tenseurs de rigidité mesurées, et donc de valider les interprétations et la compréhension de leur influence sur la réponse mécanique du matériau.

# Chapitre 1

## Comportement mécanique et endommagement des matériaux SiC/SiC tissés 3D

*Ce chapitre décrit les principales caractéristiques des matériaux composites à matrice céramique SiC/SiC, leur microstructure complexe et leur comportement mécanique non-linéaire induit par des mécanismes de fissuration.*

### Sommaire

---

<b>1.1 Composite à matrice céramique : application, intérêt, particularité et microstructure . . .</b>	<b>6</b>
1.1.1 Les matériaux composites à matrice céramique pour l'aéronautique . . . . .	6
1.1.2 Composites tissés 3D . . . . .	7
1.1.3 Élaboration et microstructure multi-échelle . . . . .	8
<b>1.2 Comportement macroscopique sous sollicitation mécanique . . . . .</b>	<b>10</b>
1.2.1 Traction monotone : problématique du premier endommagement et de la reproductibilité du comportement mécanique . . . . .	11
1.2.2 Traction cyclée : déformations résiduelles et boucles d'hystérésis . . . . .	12
<b>1.3 Autres essais de caractérisation . . . . .</b>	<b>15</b>
1.3.1 Caractérisation du comportement hors-plan d'un tissu 3D . . . . .	15
1.3.2 Caractérisation ultrasonore . . . . .	16

---

## 1.1 Composite à matrice céramique : application, intérêt, particularité et microstructure

### 1.1.1 Les matériaux composites à matrice céramique pour l'aéronautique

Les composites thermostructuraux sont naturellement destinés aux applications à haute température et sous fortes contraintes mécaniques. Les premiers composites à matrice céramique (CMC) furent des composites C/C (matrice et fibres en carbone) pour des applications de propulsion spatiale, de freinage avionique et automobile [Fantozzi *et al.* (2013)]. Mais, au-delà d'une température de 450 °C, ces composites subissant des dégradations dues à l'oxydation du carbone, les CMC SiC/SiC (fibres et matrice en carbure de silicium) ont alors été privilégiés.

Herakles (groupe SAFRAN) développe un CMC SiC/SiC comme alternative aux solutions métalliques pour son futur moteur d'avion civil. Malgré le caractère fragile de ses constituants, un CMC SiC/SiC bien conçu conserve, aux hautes températures, ses propriétés thermomécaniques remarquables (faible masse, ténacité élevée, bonne tenue en fatigue, ...) [Bernhart *et al.* (1985) ; Naslain (1993)] qui sont nécessaires à l'augmentation du rendement thermodynamique des moteurs.

L'application envisagée pour ces CMC concerne les parties les plus chaudes, en particulier, les aubes de turbine situées en sortie de chambre de combustion (figure 1.1). La turbine aspire et comprime l'air pour l'amener à des vitesses, pressions et températures optimales en sortie de réacteur. Les aubes (en forme d'ailette) sont rattachées aux parties mobiles de la turbine. Elles sont sujettes à de forts gradients de température, de fortes vibrations et hautes pressions. Leur profil (figure 1.2) est conçu pour optimiser le rendement du moteur et présente un gradient d'épaisseur entre le pied et l'extrémité de l'aube.

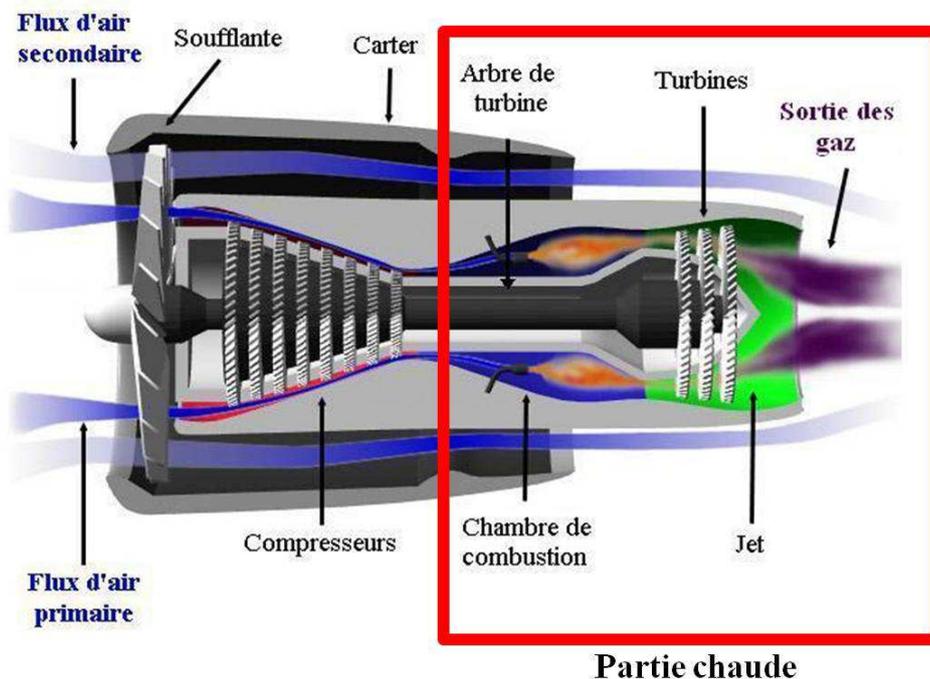


FIGURE 1.1 – Schéma de principe d'un turbo-réacteur à double flux.

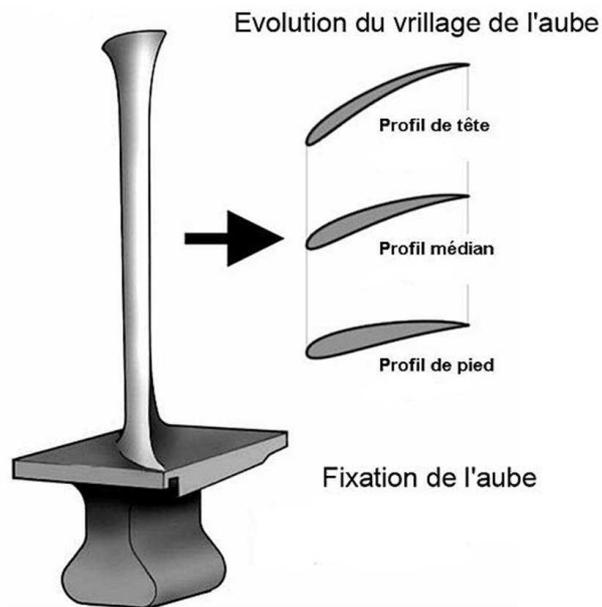


FIGURE 1.2 – Forme et profil d'une aube de turbine.

### 1.1.2 Composites tissés 3D

La microstructure des composites textiles présente plusieurs échelles caractéristiques : la plus petite est celle de la fibre d'un diamètre d'une dizaine de microns, l'échelle suivante est celle du fil formé de l'assemblage d'environ cinq cent fibres enfin, l'échelle supérieure est celle de la préforme résultant de l'entrelacement des différents fils (figure 1.3).

Les composites tissés 3D, par rapport aux stratifiés formés d'empilement de tissu ou de plis unidirectionnels, possèdent une meilleure tenue aux sollicitations hors-plan<sup>1</sup> et une meilleure tolérance aux défauts [Lapeyronnie (2010)]. Cette plus grande déformation à rupture et cette sensibilité réduite aux délaminages expliquent, en partie, la bonne tenue de ce type de matériau en présence de singularités [Herb *et al.* (2012)]. Mais, la complexité structurale de ces matériaux a une influence sur la complexité des mécanismes d'endommagement [Morscher *et al.* (2010) ; Xu *et al.* (2002)] et rend la compréhension de leur comportement mécanique plus difficile.

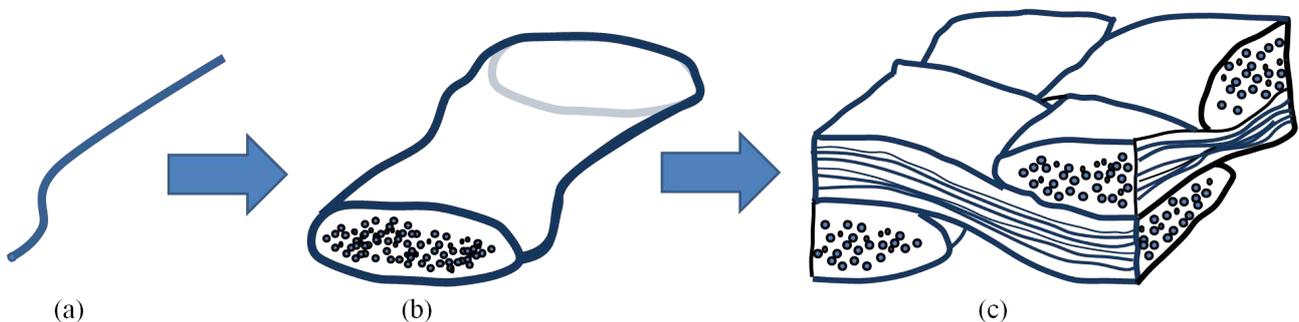


FIGURE 1.3 – Les différentes échelles d'un matériau composite tissé : (a) la fibre, (b) un fil et (c) la préforme.

1. En dehors du plan chaîne-trame.

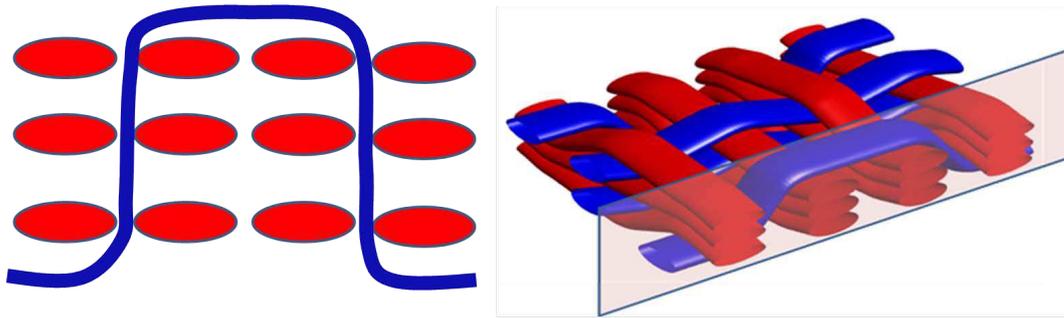


FIGURE 1.4 – Exemple de préforme tridimensionnelle avec le plan de tissage associé.

En fonction de l'enchevêtrement des fils, les composites tissés 3D sont divisés en plusieurs familles. Suivant la classification de Boussu *et al.* (2007), le composite étudié est un tissé interlocks d'angle de liaison couche-à-couche (multi-satin). Lorsqu'un matériau composite est tissé selon une préforme tridimensionnelle, le nombre de couches que le renfort hors-plan pénètre peut être variable. La figure 1.4 en présente un exemple. Cette configuration 3D conduit à une reprise des efforts dans les trois directions de l'espace.

L'avantage essentiel des composites tissés à renfort tridimensionnel est la réalisation d'architectures complexes en un nombre limité d'opérations. Des procédés issus du savoir faire de l'industrie textile réduisent les coûts de fabrication. De plus, la conception de pièces en un seul bloc évite les jonctions (boulonnées ou collées) qui constituent une source d'affaiblissement de la tenue mécanique de la structure finale.

### 1.1.3 Élaboration et microstructure multi-échelle

Le matériau SiC/SiC tissé 3D (Cerasep® A40C [Bouillon *et al.* (2004)]) est un composite tissé à fibres et matrice en carbure de silicium (*SiC*), élaboré par Herakles (groupe SAFRAN). Il est notamment caractérisé par la répartition spatiale et les fractions volumiques de ces constituants au sein des fils et de la préforme. La figure 1.5 représente l'orientation des éprouvettes polies de l'analyse microstructurale.

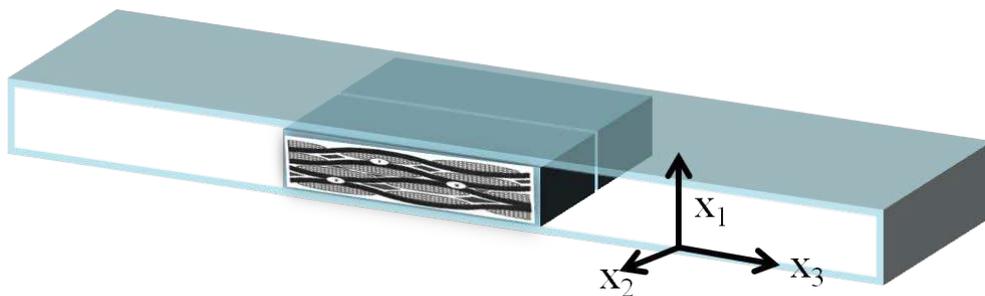


FIGURE 1.5 – Orientation des échantillons de l'analyse microscopique.

Le composite SiC/SiC tissé 3D est fabriqué à partir de fibres Nicalon NL 207. Ces fibres haute résistance à base de *SiC* ont un diamètre moyen de  $14 \mu\text{m}$  [Fréty (1991); Munier (1994); Puyoo (2012)]. Elles sont rassemblées pour former un fil d'environ cinq cent fibres. Ces fils ont une section transversale moyenne de géométrie ellipsoïdale de grand rayon  $570 \mu\text{m}$  et de petit rayon  $80 \mu\text{m}$ . Le volume des fibres est égal à 54 %, celui de la matrice à 40 % et le volume des porosités à 6 %.

Ces fils sont tissés pour obtenir une préforme. Le matériau possède une répartition entre les fils chaîne-trame respectivement de 54 % et 46 %. Le motif du tissage élémentaire comprend 10×10 fils dans le plan chaîne-trame et 10 fils dans la direction hors-plan. Les figures 1.6 et 1.7 représentent les différents constituants de cette préforme.

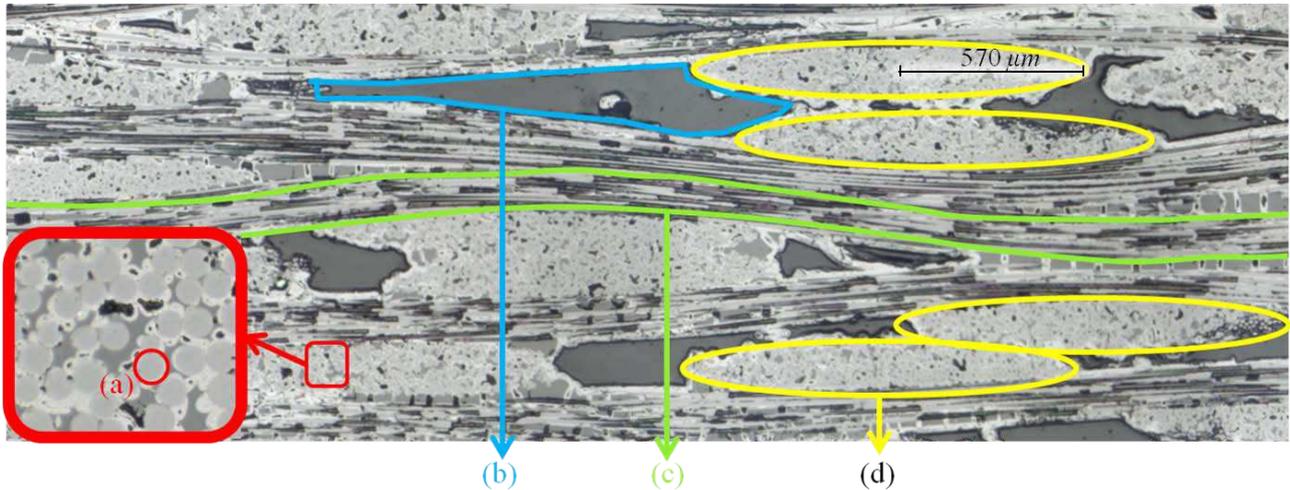


FIGURE 1.6 – Coupe transversale représentant la microstructure du composite SiC/SiC tissé 3D : (a) les fibres, (b) une macro-porosité, (c) un fil longitudinal (sens chaîne) et (d) les fils transversaux (sens trame).

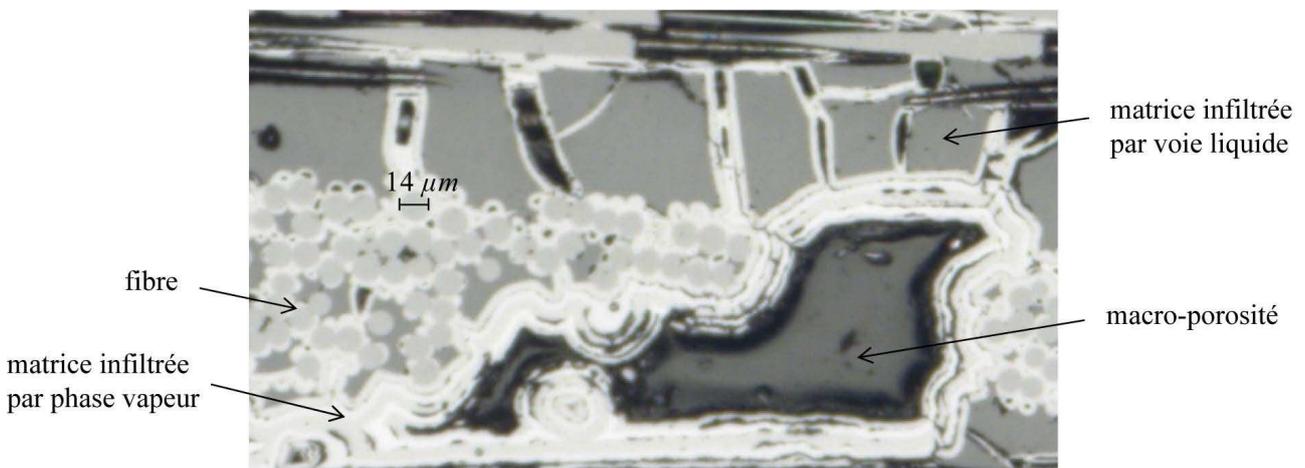


FIGURE 1.7 – Matrice inter-fils en bord de porosité : en blanc la matrice infiltrée par phase vapeur (CVI), en gris foncé la matrice infiltrée par voie liquide (CVL).

La matrice, infiltrée dans la préforme, lie les fils tissés entre eux et répartit les efforts. Elle joue aussi un rôle de protection du renfort fibreux vis-à-vis de l'environnement. La préforme est d'abord imprégnée par un précurseur liquide, lequel est ensuite converti en céramique par pyrolyse. Plusieurs cycles d'imprégnation-pyrolyse sont nécessaires pour densifier la préforme. Dans le cas d'une élaboration par voie mixte (gazeuse et liquide), les porosités créées par le retrait de la matrice infiltrée par voie liquide lors de la pyrolyse sont remplies en grande partie par le dépôt de matrice par voie gazeuse.

La matrice *SiC* déposée par infiltration chimique en phase vapeur (CVI), est également appelée matrice multi-séquencée [Christin (2005)]. Elle correspond à une alternance de couche de déviateur (Pyrocarbone) et de couche de phases céramiques (*SiC* et [*Si-B-C*]). Lorsque celle-ci est déposée en surface du matériau, elle est dénommée *sealcoat*. Dans le cas du CMC SiC/SiC tissé 3D, son épaisseur est de  $100\ \mu\text{m}$  [Dupin *et al.* (2013)]. La matrice infiltrée par voie liquide (CVL) est présente au sein du matériau sous forme de "bloc". Ces deux types de matrice (figure 1.7) jouent chacune un rôle dans la déviation des fissures et la protection du matériau contre l'oxydation [Lamouroux *et al.* (2000)]. Cette Matrice est "Auto-Cicatrisante" (MAC) : en température lors de l'apparition d'une fissure, la formation d'un verre ralentit l'accès de l'oxygène aux fibres.

Après élaboration, le matériau présente une porosité résiduelle globale de 10 % à 15 %. Cette porosité, inhérente au mode d'élaboration, se traduit alors à l'échelle du matériau par la présence de macropores représentant environ 9 % de porosité (figure 1.7) et à l'échelle du fil, par la présence de micropores représentant environ 6 % de porosité (figure 1.6 (a)).

## 1.2 Comportement macroscopique sous sollicitation mécanique

La déformation à rupture des fibres *SiC* (égale à 1.4 %) est supérieure à la déformation de la matrice comprise entre 0.035 et 0.25 % suivant la nature des constituants *SiC* et [*Si-B-C*]. Le module d'Young des fibres est inférieur à celui des constituants de la matrice. La figure 1.8 schématise la réponse élastique endommageable de ces matériaux à une sollicitation de traction [Aubard (1991)]. Le comportement non fragile du composite est possible sous certaines conditions, c'est-à-dire, selon la proportion fibre-matrice et la nature des liaisons entre constituants (interphase) [Munier (1994)].

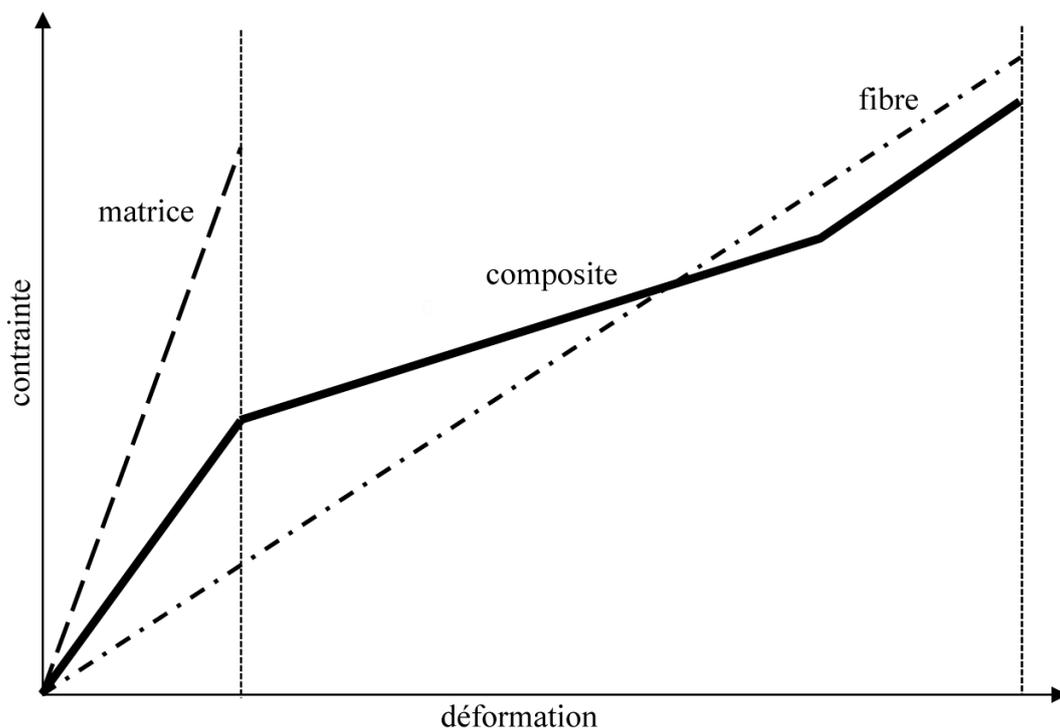


FIGURE 1.8 – Schéma de principe du comportement élastique endommageable d'un composite SiC/SiC.

### 1.2.1 Traction monotone : problématique du premier endommagement et de la reproductibilité du comportement mécanique

Le comportement mécanique d'un composite à matrice céramique sous charge est directement lié à sa capacité à se fissurer [Evans et Zok (1994)]. La courbe de traction "typique" du comportement d'un CMC SiC/SiC tissé 3D est représentée figure 1.9. La déformation à rupture de cette éprouvette sert à normer l'ensemble des autres courbes contrainte-déformation.

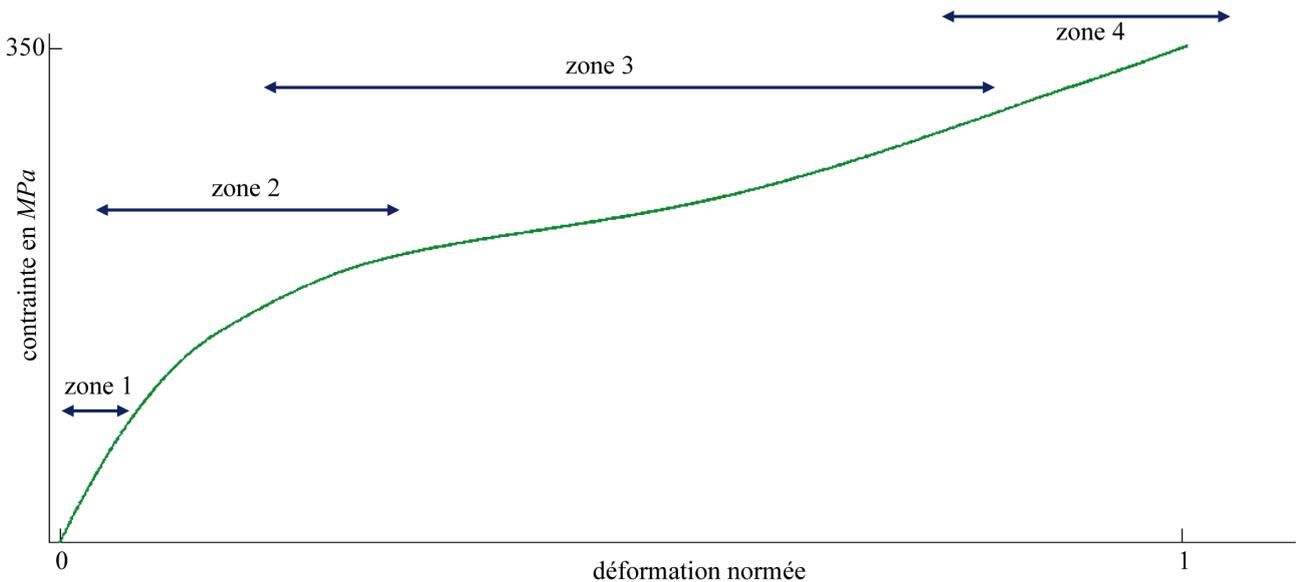


FIGURE 1.9 – Courbe contrainte-déformation "typique" normée<sup>2</sup> du comportement en traction d'un SiC/SiC.

On distingue un faible domaine linéaire dont la limite est associée à la résistance à rupture du constituant le plus faible (la matrice) et à l'apparition du premier endommagement. Cette première zone est suivie d'un "coude" où la "rigidité" du matériau diminue. Cette non-linéarité est en particulier induite par la fissuration matricielle inter-fils et intra-fils transversaux (chapitre 4, section 4.1.1 et 4.1.2) [Morvan (1997); Guillaumat (1994)]. Lorsque les fissurations de la matrice inter-fils et intra-fils transversaux atteignent un état de saturation, l'effort est transmis aux fils longitudinaux, zone 3 (chapitre 4, section 4.1.3) [Cutard (1993)]. Puis, lorsque la fissuration est suffisamment importante, la charge est reprise par les fibres, ce qui provoque le raidissement de la courbe avant rupture, zone 4. Les limites de ces quatre zones, matérialisées sur la courbe de la figure 1.9, ne sont pas clairement définies, ces différentes séquences d'endommagement se superposant.

Les essais de traction donnent accès à un nombre réduit de constantes de l'Ingénieur. On peut notamment mesurer, dans la partie linéaire de la courbe, le module d'Young  $E^3$  dans le sens de la traction. Ce module  $E$  décrit le comportement linéaire jusqu'à la limite élastique du matériau. Cette limite peut être difficile à déterminer pour le CMC SiC/SiC tissé 3D. La perte de la linéarité est le résultat du développement de l'endommagement au sein du composite : un certain nombre de fissures est nécessaire pour observer une chute notable de la rigidité globale [Munier (1994)]. L'émission acoustique semble être un moyen de détecter le seuil du premier endommagement. Des essais de traction sur composites instrumentés de capteurs acoustiques permettent de mesurer l'activité de la fissuration matricielle [Morscher (2003)] et confirment

2. Par rapport à la déformation à rupture.

3. Pente initiale de la courbe contrainte-déformation.

que pour les CMC SiC/SiC tissé 3D, des fissures apparaissent pour un faible niveau de contrainte [Morscher *et al.* (2005)]. La zone 1 est alors qualifiée de zone "quasi-linéaire".

Au delà de la problématique de la mesure du module d'Young et du premier endommagement, la reproductibilité du comportement mécanique des CMC, doit être évoquée. La figure 1.10 représente les résultats d'essais de traction obtenus lors d'une caractérisation ultrasonore<sup>4</sup> (section 1.3.2 et chapitre 3).

Les trois éprouvettes caractérisées sont de la même gamme de matériau mais proviennent de lots différents. Les zones quasi-linéaires (zone 1) et celles avant rupture (zone 4) sont similaires. Par contre, les formes (niveau de contrainte-déformation) des "plateaux" (zone 3) diffèrent. Cette zone témoigne d'un endommagement progressif du matériau [El Yagoubi (2011)]. On peut alors relier ces dispersions matériau :

- au mécanisme de déviation de fissures matricielles à l'interface (décohésion) [Evans *et al.* (1991)], assuré par l'interphase et permettant le transfert de charge fil-matrice ou fibre-matrice ;
- aux caractéristiques des constituants, matériaux fragiles, irréguliers et contenant un grand nombre de défauts participant à la dispersion élevée de leurs propriétés mécaniques [Lamon *et al.* (1993)].

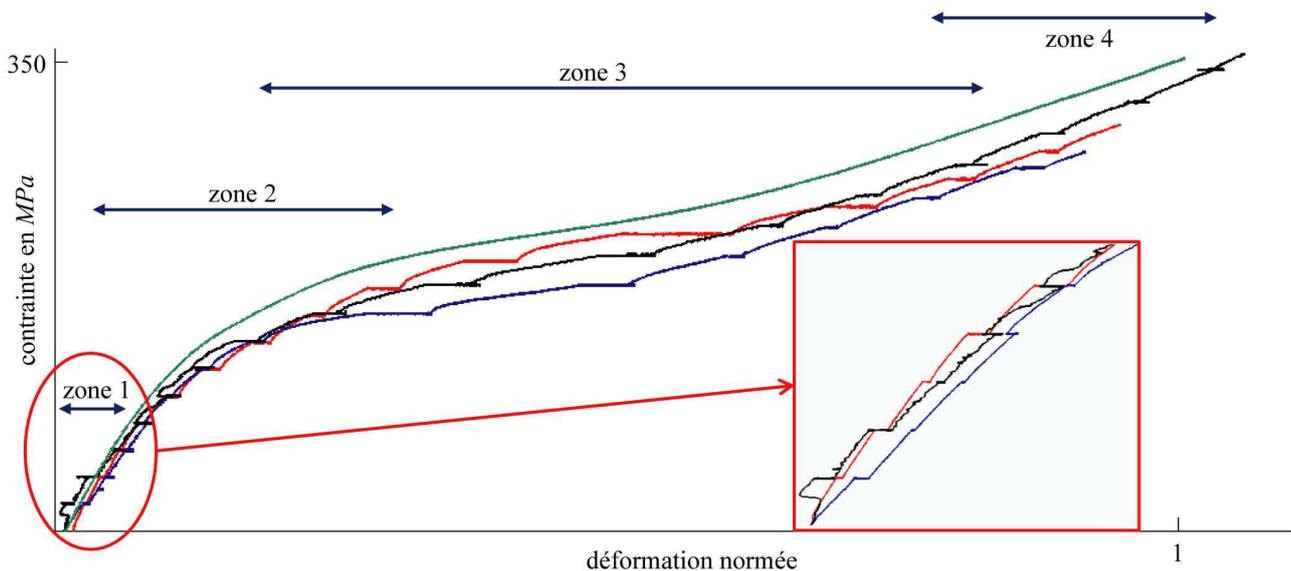


FIGURE 1.10 – Courbe contrainte-déformation normée<sup>5</sup> pour un essai de traction avec paliers de charge superposée à la courbe typique du comportement. Mise en avant des phénomènes de déformation à contrainte constante dès les premiers paliers de chargement.

### 1.2.2 Traction cyclée : déformations résiduelles et boucles d'hystérésis

La courbe de traction cyclée "typique" du comportement élastique endommageable d'un CMC SiC/SiC est représentée sur la figure 1.11. On observe la présence de déformations résiduelles et de boucles d'hystérésis. La forme et la taille des boucles d'hystérésis évoluent en fonction de la contrainte appliquée avant décharge. En sortie du domaine quasi-linéaire, les boucles sont fermées et la déformation résiduelle est faible. À plus fortes contraintes, les boucles sont ouvertes et la déformation résiduelle est non nulle.

4. Le chargement est piloté en contrainte, celle-ci est maintenue une vingtaine de minutes tous les 20 MPa jusqu'à rupture de l'éprouvette. Le maintien de la charge introduit des paliers de déformation à contrainte constante.

5. Par rapport à la déformation à rupture de la courbe de la figure 1.9.

L'ouverture des boucles peut être reliée au frottement des lèvres de fissures de décohésion interfaciale [Kotil *et al.* (1990) ; Hutchinson et Jensen (1990)]. La différence entre les déformations sous charge et en décharge est importante et liée à la fermeture d'un certain nombre de fissures lors du cycle. La déformation résiduelle, mesurée à contrainte nulle, s'explique classiquement par la rugosité de l'interphase empêchant la fermeture complète des fissures [Olivier (1998) ; Vanswijgenhoven et Biest (1997)].

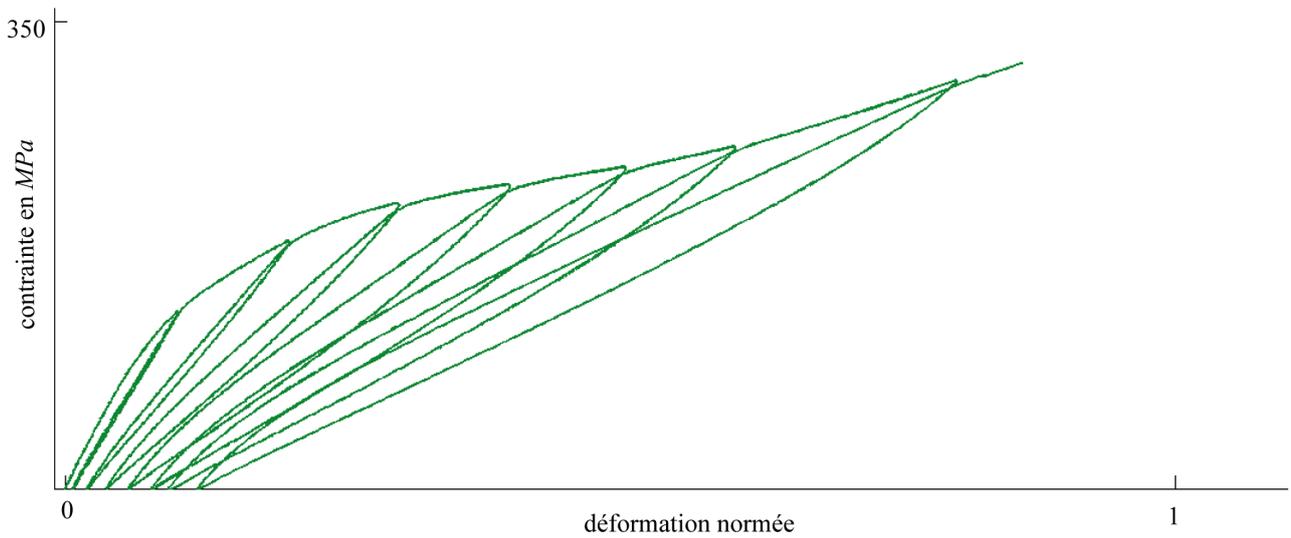


FIGURE 1.11 – Courbe contrainte-déformation normée<sup>5</sup> cyclée typique du CMC SiC/SiC avec présence de boucles d'hystérésis et déformations résiduelles.

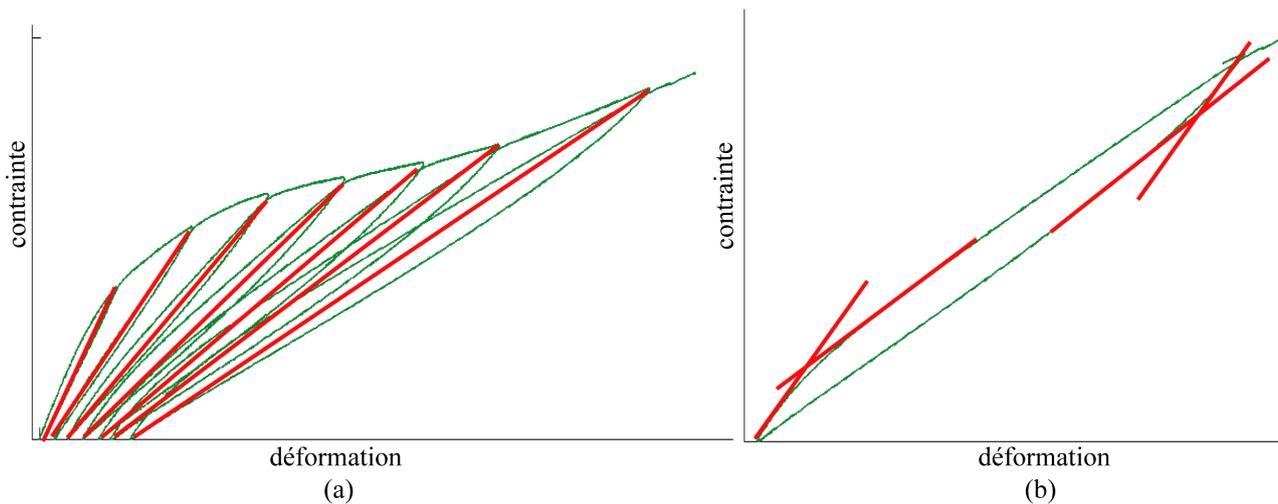


FIGURE 1.12 – Boucle d'hystérésis (a) variation de pentes "apparentes" entre différentes boucles et (b) variation de pentes lors d'une même boucle.

Les variations de pentes "apparentes" (figure 1.12 (a)) observées sur les cycles de charge-décharge sont induites par la création de fissures au cours de l'augmentation du chargement entre les différentes boucles. Les variations de pentes lors d'un même cycle de charge-décharge (figure 1.12 (b)) mettent en évidence l'effet des phénomènes de glissement et frottement aux interfaces [Evans *et al.* (1994a)] et traduisent l'existence de mécanismes de seuil d'ouverture-fermeture des fissures [Baste (1992)].

Ainsi, les essais cyclés permettent de séparer et d'identifier deux mécanismes de détérioration responsables du comportement non-linéaire des composites à matrice céramique :

- la microfissuration responsable de la chute de la rigidité du matériau,
- les phénomènes de glissement-frottement aux interfaces qui se traduisent par l'apparition de déformations réversibles et de boucles d'hystérésis.

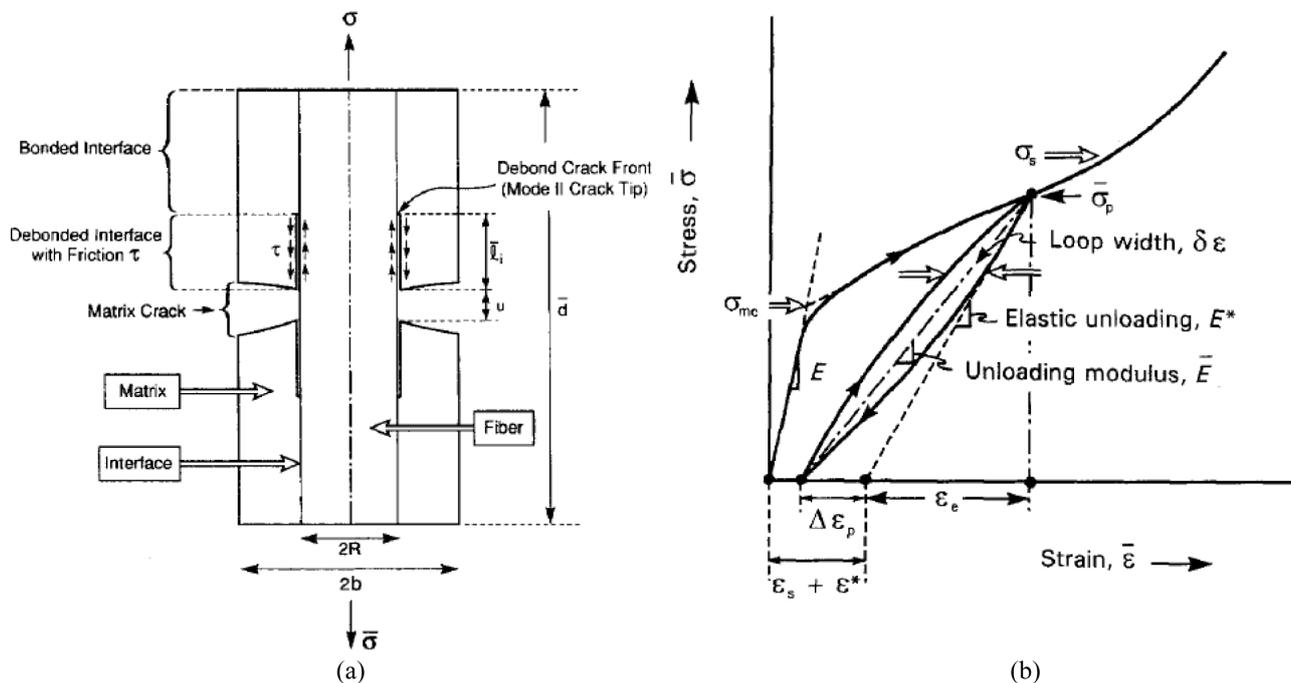


FIGURE 1.13 – Modèle d'interprétation des boucles d'hystérésis [Evans *et al.* (1994b)]. (a) Schématisation du comportement d'une fissure matricielle transverse avec décohésion associée, [Vagaggini *et al.* (1995)].  $u$  est le paramètre caractérisant l'ouverture de fissure,  $l_i$  représente la longueur de la décohésion et  $\tau$  est le coefficient de frottement. (b) Cycle "typique" de charge-décharge de CMC.  $E$  est le module d'Young initial,  $\bar{E}$  est le module "apparent" en cours de cycle et  $E^*$  est le module élastique.

Evans *et al.* (1994a) ont proposé un modèle unidirectionnel d'interprétation des phénomènes entrant en jeu au cours d'une boucle de charge-décharge, sur un composite unidirectionnel (figure 1.13). À partir d'une contrainte  $\sigma_p$ , on décharge le composite :

- le comportement de la boucle est initialement linéaire. La pente mesurée en début de décharge donne le module élastique de décharge  $E^*$  (figure 1.13 (b)), qui ne fait pas intervenir les propriétés de l'interface (glissement-frottement), puisque le comportement en début de décharge est élastique ;
- puis, l'évolution de la courbe n'est plus linéaire, les phénomènes de glissement et frottement aux interfaces interviennent permettant la fermeture partielle des fissures.

Arrivé à contrainte nulle, on recharge alors le matériau :

- le comportement est initialement linéaire et la pente est à nouveau égale à  $E^*$  ;

- 
- puis, les glissements et frottements aux interfaces entrent en jeu, les fissures s’ouvrent. À la fin de la recharge, on revient au point de départ de la courbe contrainte-déformation.

La largeur à mi-hauteur  $\delta\varepsilon$  de la boucle dépend de l’énergie dissipée par frottement aux interfaces. L’augmentation de la déformation permanente est associée à l’ouverture  $u$  des fissures. Une déformation élastique relative au cycle  $\varepsilon_e = E^* \sigma_p$  est alors calculée.

## 1.3 Autres essais de caractérisation

La présence de renforts dans l’épaisseur liant les différentes couches entre elles, conduit à une bien meilleure tenue du composite aux sollicitations hors-plan. Le comportement hors-plan est naturellement différent de celui des deux autres directions principales et doit donc être caractérisé.

### 1.3.1 Caractérisation du comportement hors-plan d’un tissé 3D

Les essais mécaniques classiques proposent des tractions hors-plan et des essais de cisaillement (torsion et flexion de poutres courtes) utilisant des géométries d’éprouvettes particulières. L’adaptation de ces essais au cas des composites tissés est assez délicate [Ogasawara *et al.* (2005)]. En effet, les épaisseurs des composites sont souvent limitées. La conception des éprouvettes demande un soin particulier pour assurer un champ de contraintes uniforme [Marcin (2010)]. De plus, leurs dimensions sont relativement petites par rapport à celles des éprouvettes utilisées pour caractériser le comportement dans le plan du matériau. Cette différence induit des difficultés de manipulation et de représentativité [Daniel *et al.* (2008) ; Lodeiro *et al.* (1998)].

La liste suivante, non exhaustive, des différentes méthodes proposées dans la littérature pour la caractérisation hors-plan, associe à chaque essai les propriétés qu’elles rendent accessible expérimentalement ainsi que leurs inconvénients inhérents [Schneider *et al.* (2009)].

- La traction sur éprouvette Diabolo autorise la mesure du module d’Young hors-plan. Les dimensions de l’éprouvette ne sont pas forcément représentatives du Volume Élémentaire Représentatif (VER) du matériau. L’usinage circulaire de l’éprouvette crée un affaiblissement local.
- La traction sur éprouvettes Queue d’Aronde (QA) autorise la mesure du module d’Young hors-plan. La géométrie de l’éprouvette entraîne de fortes concentrations de contraintes qui génèrent une rupture prématurée.
- La torsion de barreaux autorise la mesure couplée de deux modules de cisaillement. Dans le cas des composites tissés 3D, les hypothèses que tous les éléments de la section équidistante de l’axe de torsion subissent des contraintes égales et que le vecteur contrainte soit perpendiculaire au rayon correspondant, ne sont plus acceptables. Pour découpler les deux modules de cisaillement, plusieurs essais faisant intervenir des éprouvettes de dimensions variables, sont nécessaires [Barbero et Sonti (1995)].
- La flexion 3 points rapprochés autorise la mesure des modules de cisaillement. La théorie de l’élasticité préconise un rapport épaisseur/largeur égale à 1. Lorsque le VER est de grande taille, cette condition n’est pas satisfaite.

Ainsi, le couplage entre les différentes constantes de l’Ingénieur ou simplement la faible épaisseur des matériaux nécessitent la réalisation de plusieurs essais pour la détermination individuelle des constantes de l’Ingénieur hors-plan.

### 1.3.2 Caractérisation ultrasonore

Le CMC SiC/SiC tissé 3D a des propriétés mécaniques variables d'une direction à l'autre (sens chaîne, sens trame, direction du renfort). Les essais d'écroutissage classiques sont naturellement destructifs et ne donnent accès qu'à un nombre réduit de constantes de l'Ingénieur.

L'évaluation ultrasonore possède l'avantage d'une détermination de l'ensemble des composantes du tenseur de rigidité à partir d'une seule éprouvette sollicitée dans son domaine élastique<sup>6</sup> [Baste et Hosten (1990)]. L'inversion de ce tenseur permet d'obtenir l'ensemble des constantes de l'Ingénieur. Dans un matériau, la mesure des vitesses de propagation d'une onde élastique se propageant suivant de nombreuses directions conduit à l'identification, par méthode inverse, du tenseur de rigidité [Audoin (1991)].

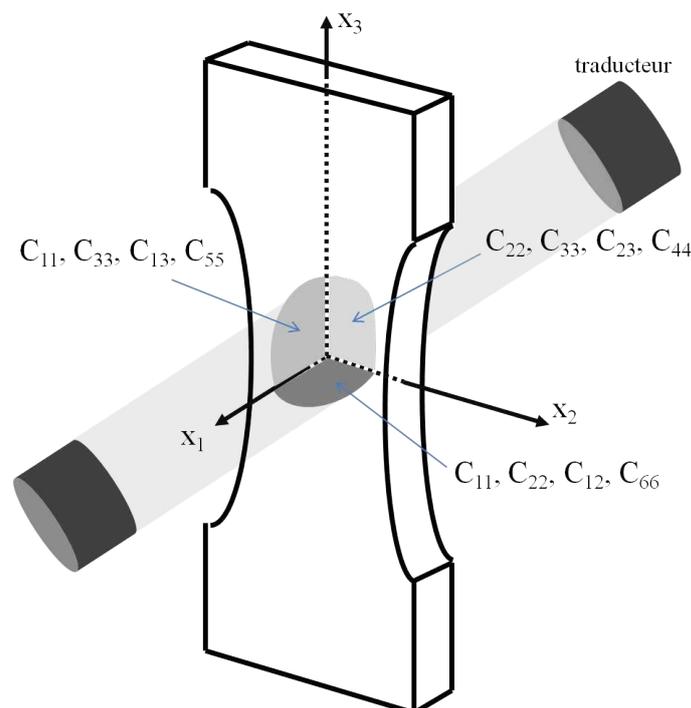


FIGURE 1.14 – Repère lié à l'éprouvette et identification des composantes du tenseur de rigidité dans chacun des trois plans d'acquisition.

L'échantillon à caractériser est une éprouvette à faces parallèles immergée dans une cuve remplie d'eau. En transmission (figure 1.14), deux traducteurs à immersion sont placés de part et d'autre de l'éprouvette. L'un assure le rôle d'émetteur du signal ultrasonore, l'autre, le rôle de récepteur. La comparaison des temps de parcours de l'onde dans l'eau et de l'onde traversant l'éprouvette à caractériser permet d'obtenir les vitesses de propagation.

Lorsque le matériau étudié est de symétrie orthotrope<sup>7</sup>, les vitesses mesurées dans trois plans d'acquisition sont suffisantes [Baste et Hosten (1990); Aristégui et Baste (1997a); Grippon *et al.* (2012)], chaque plan permettant d'identifier un nombre limité de composantes (figure 1.14).

6. Les ondes ultrasonore génèrent de très petits déplacements, ne perturbant pas l'état d'endommagement du matériau.

7. Un matériau de symétrie orthotrope possède trois plans de symétrie orthogonaux entre eux.

---

La validité des mesures ultrasonores impose de respecter les conditions suivantes :

- les dimensions des éprouvettes dépendent de celles des transducteurs utilisés,
- le choix de la fréquence centrale des transducteurs dépend de l'épaisseur et de la taille des hétérogénéités du matériau,
- la précision des mesures de temps de parcours de l'onde dans le matériau est relative à la technique du traitement du signal utilisée.

La faible épaisseur du composite SiC/SiC tissé 3D, les dimensions importantes des hétérogénéités et les caractéristiques des mesures ultrasonores relevées, tel que le mélange de modes, la dispersion des signaux, ..., peuvent perturber la convergence des procédures d'identification et conduire à des mesures de tenseur de rigidité erronées. Le comportement acoustique du CMC SiC/SiC tissé 3D a nécessité le développement<sup>8</sup> d'une méthode spécifique d'identification du tenseur de rigidité.

---

8. Ces travaux ont nécessité la mise à jour du banc de caractérisation ultrasonore du département APY de l'*I<sub>2</sub>M*. L'achat d'un contrôleur, d'un générateur de signaux et d'un oscilloscope ont permis la modernisation des essais expérimentaux. Le contrôle à distance et l'enregistrement automatique des données sont dorénavant faits à l'aide d'une interface utilisateur développée en LabVIEW©.



## Chapitre 2

# Détermination ultrasonore du tenseur de rigidité

*Ce deuxième chapitre présente les propriétés acoustiques du CMC SiC/SiC tissé 3D. Sa caractérisation par méthode ultrasonore demande une identification spécifique utilisant un algorithme génétique. La convergence et la robustesse de cette méthode sont validées à partir de vitesses de propagation simulées. La caractérisation du SiC/SiC tissé 3D illustre tout l'intérêt de cette approche.*

### Sommaire

---

<b>2.1 Identification du tenseur de rigidité par méthode ultrasonore</b> . . . . .	<b>20</b>
2.1.1 Formulation générale du problème . . . . .	20
2.1.2 Méthode et configuration expérimentales . . . . .	24
2.1.3 Exigences expérimentales . . . . .	26
<b>2.2 Motivation et choix d'un algorithme d'optimisation adapté au CMC SiC/SiC tissé 3D</b> . . . . .	<b>28</b>
2.2.1 Réponse acoustique du CMC SiC/SiC tissé 3D aux ondes de volume impulsionnelles . . . . .	28
2.2.2 Principe de l'algorithme génétique . . . . .	30
2.2.3 Intervalle de confiance . . . . .	34
<b>2.3 Validation de l'algorithme d'optimisation à partir de vitesses simulées</b> . . . . .	<b>35</b>
2.3.1 Validité pour différentes classes de symétrie de matériaux . . . . .	37
2.3.2 Sensibilité au choix des contraintes . . . . .	40
2.3.3 Comparaison avec une méthode d'optimisation de type Newton-Raphson . . . . .	41
<b>2.4 Caractérisation expérimentale du CMC SiC/SiC tissé 3D</b> . . . . .	<b>42</b>
2.4.1 Étude de la sensibilité au mélange de modes et au choix de la fréquence centrale . . . . .	42
2.4.2 Comparaison avec les valeurs matériau issues d'essais mécaniques . . . . .	45

---

## 2.1 Identification du tenseur de rigidité par méthode ultrasonore

La détermination des constantes de rigidité par méthode ultrasonore est connue depuis plusieurs décennies. De nombreux auteurs ont exploité les propriétés des ondes de volume au sein de matériaux anisotropes dans le but de les caractériser. Rokhlin et Wang (1992) ont établi une liste non exhaustive des participants à l'élaboration d'une méthode de caractérisation ultrasonore. En France, dès le début des années 80, B. Hosten, B. Castagnède et J. Roux proposèrent une méthode de détermination du tenseur de rigidité des matériaux à partir d'une technique de caractérisation automatisée, appelée interférométrie ultrasonore [Hosten *et al.* (1983) ; Hosten et Castagnède (1983) ; Castagnède (1984) ; Roux *et al.* (1985)]. Depuis ces années, des travaux ont visé à améliorer les traitements des signaux ultrasonores [Deschamps (1985) ; Audoin (1991) ; Jourdain-Baudouin (1996)], d'autres ont porté sur les méthodes de minimisation associées [Aristégui (1997) ; Mouchtachi *et al.* (2004)].

Les caractéristiques des mesures ultrasonores relevées sur les CMC SiC/SiC tissées 3D comme le mélange de modes quasi-longitudinaux et quasi-transversaux, le faible nombre de mesures de vitesses du mode quasi-longitudinal, la dispersion des signaux, ..., amènent à une très mauvaise convergence des algorithmes de minimisation classiquement utilisés. Un algorithme génétique a été adapté à ce problème. D'autres auteurs [Bodian (2011) ; Vishnuvardhan *et al.* (2006)] ont travaillé sur des algorithmes similaires.

### 2.1.1 Formulation générale du problème

Pour de faibles contraintes, les équations constitutives des matériaux élastiques peuvent être représentées par la loi de Hooke généralisée [Lemaitre et Chaboche (1985)] :

$$\sigma_i = C_{ij}\varepsilon_j \text{ avec } i, j \in [1\dots 6], \quad (2.1)$$

où  $\sigma_i$  représente les composantes du tenseur des contraintes,  $\varepsilon_j$  les composantes du tenseur des déformations et  $C_{ij}$  sont, en notations réduites, les composantes du tenseur de rigidité des matériaux. Ce tenseur est représenté par une matrice (6 × 6) symétrique à 21 composantes non nulles. Suivant le degré de symétrie intrinsèque aux matériaux, ce nombre peut être réduit. En effet, rappelons que le composite étudié possède une répartition entre les fils chaîne et trame de, respectivement, 54 % et 46 %. Ainsi, les éprouvettes étudiées sont de symétrie orthotrope, mais compte tenu de la faible différence de répartition entre les fils chaîne et trame, la symétrie apparente du CMC SiC/SiC tissé 3D se rapproche d'une symétrie quadratique.

Lors d'un essai hors-axe, du fait de l'endommagement induit, un matériau orthotrope devient monoclinique, les plans de symétrie perpendiculaires aux directions  $x_2$  et  $x_3$  devenant quelconques. Le tableau 2.1 présente trois classes de symétrie. Notons que l'épaisseur de l'éprouvette correspond à la direction  $x_1$ .

Le tenseur de rigidité est défini positif. Ses termes diagonaux et ses mineurs sont positifs. La relation réciproque, s'écrit en fonction du tenseur des souplesses ( $S_{ij} = (C_{ij})^{-1}$ ), vérifiant :

$$\varepsilon_i = S_{ij}\sigma_j. \quad (2.2)$$



$$\Gamma_{il} = C_{ijkl} n_j n_k \text{ avec } (i, j, k, l = 1, 2, 3). \quad (2.5)$$

L'équation (2.4) montre qu'il existe trois valeurs propres représentant trois modes susceptibles de se propager au sein du matériau selon des vitesses différentes et une même direction  $\vec{n}$  (figure 2.1). On définit ainsi un mode quasi-longitudinal  $QL$  et deux modes quasi-transversaux  $QT1$  et  $QT2$ , dont les déplacements particuliers associés sont soit quasi-parallèles, soit quasi-orthogonaux à la direction  $\vec{n}$ . Dans le cas général d'une onde insonante, sous l'angle d'incidence  $\theta_i$ , une lame à faces parallèles immergée (figure 2.1), le raccord de phase en tout point de chaque interface et à tout instant conduit à la relation de Snell-Descartes :

$$\frac{\sin \theta_i}{V_i} = \frac{\sin \theta_r}{V_r} = \frac{\sin \theta_t}{V_t}, \quad (2.6)$$

où  $\theta_r, \theta_t$ , sont respectivement les angles de réfraction dans la plaque et de transmission dans le fluide environnant,  $V_i, V_r, V_t$ , les vitesses des ondes incidentes, réfractées et transmises. Si le fluide est le même de part et d'autre de l'éprouvette alors  $\theta_i = \theta_t$  et  $V_i = V_t = V_0$ . Le liquide qui sert d'agent couplant est de l'eau. La vitesse  $V_0$  de l'onde ultrasonore dans l'eau est alors connue et dépend de la température  $T$  :

$$V_0(T) = a_1 + a_2 T - a_3 T^2 + a_4 T^3 \quad (2.7)$$

avec  $a_1 = 1406.2419$ ,  $a_2 = 4.91777$ ,  $a_3 = 5.304 \cdot 10^{-2}$ ,  $a_4 = 2.374 \cdot 10^{-4}$ ,  $V_0$  en  $m \cdot s^{-1}$ ,  $T$  en  $^{\circ}C$ .

Finalement, en combinant les relations (2.4) et (2.6), il apparaît qu'une onde insonant une lame anisotrope sous l'angle  $\theta_i$ , génère dans la lame trois ondes réfractées se propageant selon des directions différentes. Pour déterminer les composantes du tenseur de rigidité d'un matériau à partir de l'équation (2.4), il suffit de connaître les vitesses  $V_r$  et les directions de propagation  $\vec{n}$  de l'onde au sein du matériau puis, d'inverser le problème associé.

Lorsque l'onde incidente se propage dans un plan de symétrie, le mode ayant une polarisation hors-plan n'est pas généré. L'identification de l'ensemble des composantes du tenseur de rigidité ne peut être menées à partir d'un seul plan [Chu *et al.* (1994)]. La caractérisation repose alors sur le choix judicieux d'un ensemble de plans d'acquisition (figure 2.2). Pour des éprouvettes de faible épaisseur, le plan  $(x_2, x_3)$  n'est pas accessible à la mesure. Les plans d'acquisition sont alors définis à partir de la direction de l'épaisseur  $x_1$  et d'une direction décrite par l'angle azimutal<sup>1</sup>  $\psi$ . Pour caractériser les matériaux possédant au moins trois plans de symétrie orthogonaux (symétrie inférieure ou égale à l'orthotropie), les données expérimentales mesurées dans les trois plans  $(x_1, x_2)$ ,  $(x_1, x_3)$ ,  $(x_1, x_{\psi=45^{\circ}})$ , sont suffisantes [Baste et Hosten (1990)]. Pour un matériau monoclinique, le plan d'acquisition  $(x_1, x_{\psi=135^{\circ}})$  doit être ajouté [Aristégui (1997)].  $\psi$  est choisi comme étant égal à  $45^{\circ}$  et  $135^{\circ}$  de façon à ce que le facteur  $|\cos \psi \sin \psi|$ , intervenant dans le développement de l'équation (2.5), soit le plus important possible.

L'obtention d'un grand nombre de valeurs expérimentales conduit à un problème surdéterminé d'équations non linéaires, qui peut être résolu par une optimisation de type Newton-Raphson plan par plan. Dans le cas d'un matériau orthotrope, pour des raisons de convergence [Baste (1992)], les neuf composantes non nulles du tenseur de rigidité ne sont pas déterminées simultanément. L'optimisation dans les plans d'auscultation  $(x_1, x_2)$  et  $(x_1, x_3)$  permet d'obtenir, respectivement, les valeurs des composantes  $C_{11}$ ,  $C_{22}$ ,  $C_{66}$  et  $C_{12}$  et celles des composantes  $C_{11}$ ,  $C_{33}$ ,  $C_{55}$  et  $C_{13}$ . La connaissance de ces sept rigidités couplée aux mesures relevées dans le plan  $(x_1, x_{\psi=45^{\circ}})$  conduit à l'identification des composantes restantes  $C_{44}$  et  $C_{23}$ .

La détermination simultanée des neuf composantes du tenseur de rigidité d'un matériau présentant une symétrie orthotrope, à partir de l'acquisition des vitesses dans les trois plans  $(x_1, x_2)$ ,  $(x_1, x_3)$  et  $(x_1, x_{\psi=45^{\circ}})$  est néanmoins préférable [Aristégui (1997)].

1. Lorsque  $\psi = 0^{\circ}$ , il correspond à la direction  $x_2$ ; lorsque  $\psi = 90^{\circ}$ , il correspond à la direction  $x_3$ .

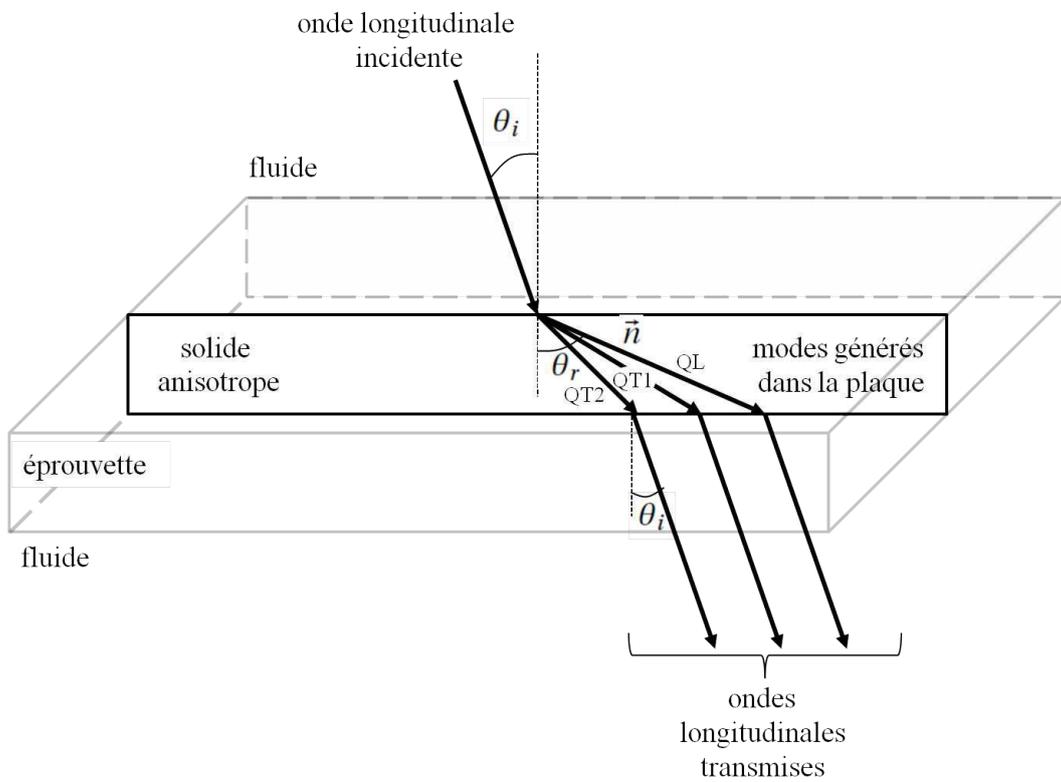


FIGURE 2.1 – Génération de trois modes dans une éprouvette à faces parallèles immergée.

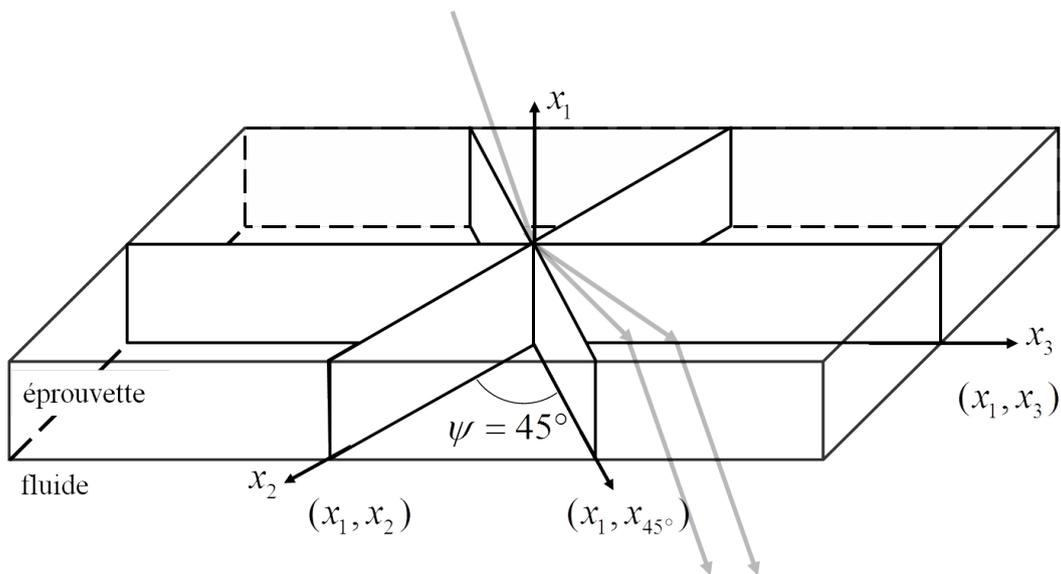


FIGURE 2.2 – Représentation des différents plans d'auscultation de l'éprouvette à faces parallèles, définis par l'angle azimutal  $\psi$ .

### 2.1.2 Méthode et configuration expérimentales

La détermination expérimentale des valeurs de vitesses  $V_r$  et des directions de propagation  $\vec{n}$  dépendant de l'angle de réfraction  $\theta_r$ , repose sur la mesure du décalage temporel  $\delta t$ , entre un signal ayant transité dans de l'eau, aux propriétés mécaniques connues, et un signal ayant traversé le matériau à caractériser. La vitesse de propagation de l'onde s'écrit alors :

$$V_r = \frac{V_0}{\sqrt{1 + \frac{V_0 \delta t}{e} \left( \frac{V_0 \delta t}{e} - 2 \cos \theta_i \right)}}, \quad (2.8)$$

où  $V_0$  représente la vitesse de propagation du son dans l'eau,  $e$  l'épaisseur de l'échantillon et  $\theta_i$  l'angle d'incidence. Le décalage temporel, autrement dit le "retard"  $\delta t$ , est mesuré par une technique de chronométrie considérant la transformée de Hilbert de la réponse impulsionnelle reliant le signal  $s(t)$  transmis dans la plaque et un signal  $r(t)$  de référence [Audoin et Roux (1990)]. La transformation de Hilbert a la propriété de transformer un retard pur  $\delta t$  en une branche hyperbolique d'asymptote verticale (figure 2.3). Dans la pratique, on calcule la transformée de Hilbert  $H_i\{h\}(f)$  telle que :

$$H_i\{h\}(t) = \mathcal{F}^{-1}(i \operatorname{sgn}(f) H(f)), \text{ avec } H(f) = \frac{S(f)}{R(f)}, \quad (2.9)$$

où la fonction signe est notée  $\operatorname{sgn}(f)$ ,  $f$  est la fréquence et  $\mathcal{F}^{-1}$  est la transformée de Fourier inverse.  $R(f)$  et  $S(f)$  désignent les spectres fréquentiels des signaux temporels  $s(t)$  et  $r(t)$ . La vitesse réfractée étant maintenant connue, les relations de Snell-Descartes (2.6) permettent de déterminer l'angle  $\theta_r$  et la direction de propagation dans le matériau  $\vec{n}(\theta_r)$ .

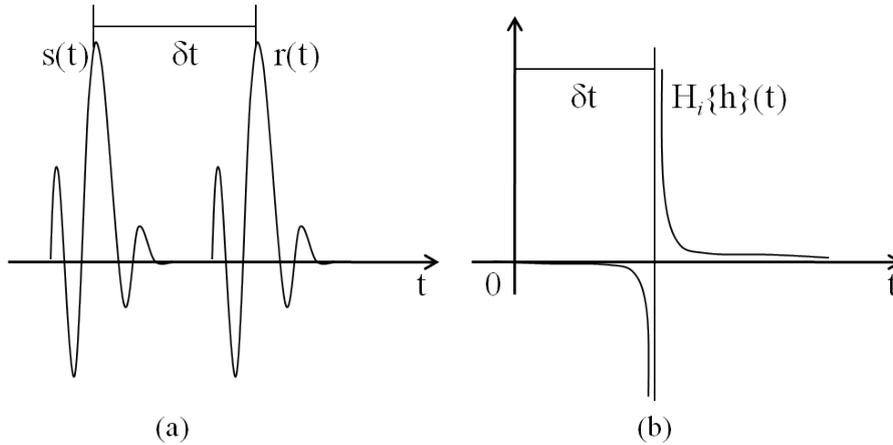


FIGURE 2.3 – (a) Représentation schématique de deux signaux  $r(t)$  et  $s(t)$  décalés d'un temps  $\delta t$  et (b) transformée de Hilbert de la réponse impulsionnelle  $h(t)$  telle que  $s(t) = (r * h)(t)$ .

Les valeurs de l'épaisseur et la masse volumique du matériau interviennent lors de l'évaluation des vitesses (équation 2.8) et des composantes du tenseur de rigidité (équation 2.4). Les rugosités et porosités liées au tissage affectent les mesures d'épaisseur et de masse volumique du matériau étudié. Pour le CMC SiC/SiC tissé 3D, la valeur de l'épaisseur retenue correspond à la moyenne de quatre mesures effectuées sur plaque à l'aide d'un palpeur par Herakles (groupe SAFRAN). Pour la mesure de la masse volumique, on utilise la relation suivante :

$$\rho = \frac{m_{sec}}{m_{hum} - m_{eau}} \times \rho_{eau}, \quad (2.10)$$

où  $m_{sec}$  est la masse de l'éprouvette sèche,  $m_{eau}$  est la masse de l'éprouvette immergée,  $m_{hum}$  est la masse de l'éprouvette saturée en eau et  $\rho_{eau}$  est la masse volumique de l'eau.

La représentation des vitesses expérimentales et des vitesses calculées à partir du tenseur de rigidité est présentée en figure 2.4. Dans chaque plan d'acquisition, les vitesses sont projetées dans le repère correspondant aux directions de propagation  $\vec{n}(\theta_r)$ . Les points d'intersection des courbes de vitesses avec les axes du repère, correspondent à des expressions analytiques de vitesses faisant intervenir la masse volumique et les composantes diagonales du tenseur de rigidité. Par exemple, l'intersection des vitesses de l'onde quasi-longitudinale avec l'axe des abscisses donne accès à la valeur du  $C_{11}$ . On rappelle qu'en raison de la faible épaisseur des éprouvettes caractérisées, aucune mesure n'est possible dans le plan  $(x_2, x_3)$ .

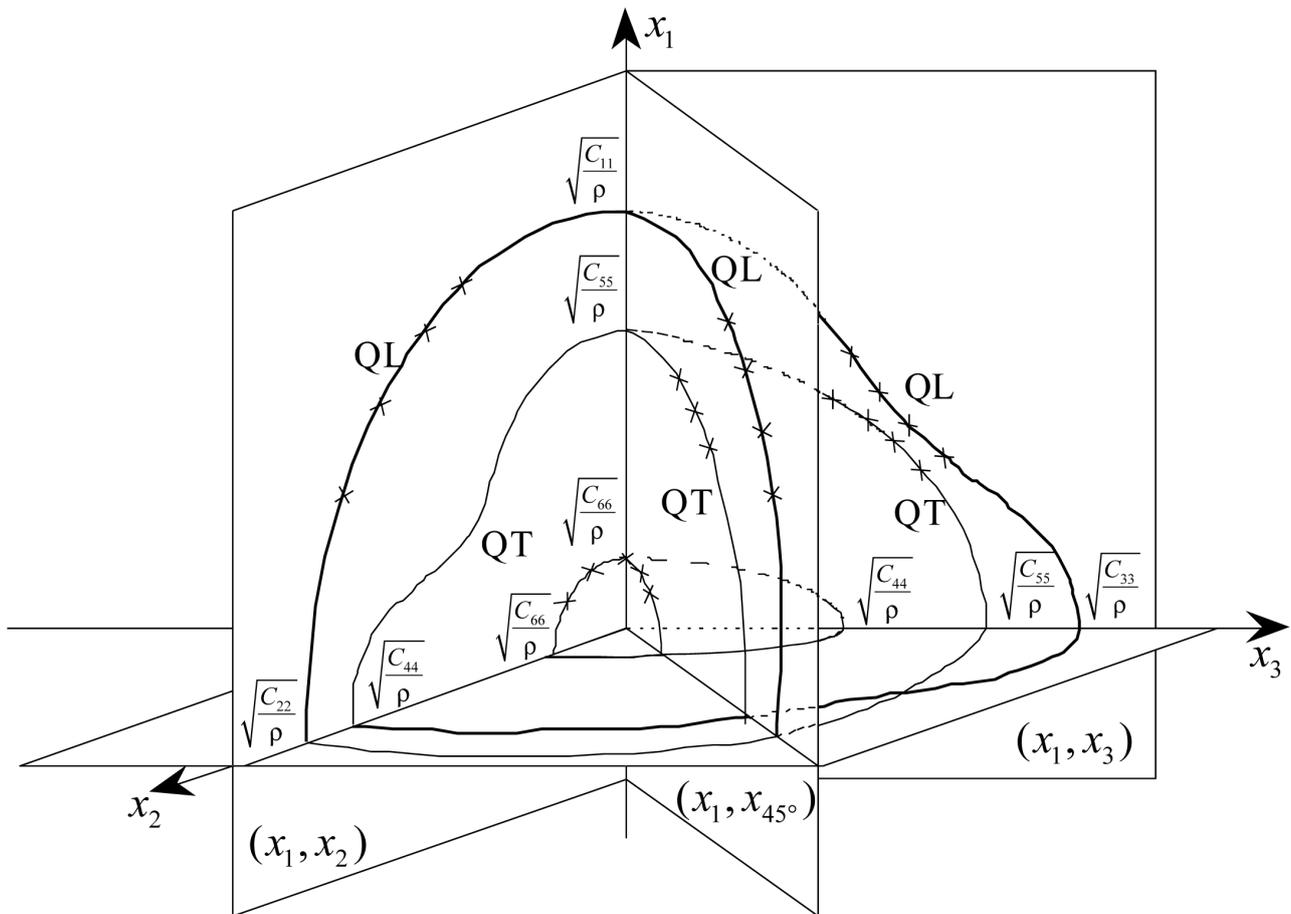


FIGURE 2.4 – Vitesses dans les plans  $(x_1, x_2)$ ,  $(x_1, x_3)$ ,  $(x_1, x_{\psi=45^\circ})$  et  $(x_2, x_3)$  d'un matériau à symétrie orthotrope. Les croix ("x") représentent les vitesses accessibles expérimentalement. Les courbes ont été calculées à partir du tenseur de rigidité optimisé [Aristégui (1997)].

L'utilisation d'un algorithme d'optimisation de type Newton-Raphson, pour la détermination du tenseur de rigidité à partir de l'ensemble des mesures de vitesses, nécessite des valeurs d'initialisation. Ces valeurs sont obtenues pour les composantes de la diagonale du tenseur de rigidité en utilisant des traducteurs au contact direct de l'éprouvette.

Le tableau 2.2 résume les couples direction de propagation-direction de polarisation<sup>2</sup> à imposer pour mesurer les six rigidités de la diagonale du tenseur. Les mesures au contact servent à définir des valeurs de contraintes sur les composantes de la diagonale du tenseur de rigidité de l'optimisation utilisant un algorithme génétique.

direction de propagation	direction de polarisation	composante mesurée
$\vec{n} = \vec{x}_1$ épaisseur	$\vec{x}_1$	$C_{11}$
	$\vec{x}_2$	$C_{66}$
	$\vec{x}_3$	$C_{55}$
$\vec{n} = \vec{x}_2$ largeur	$\vec{x}_1$	$C_{66}$
	$\vec{x}_2$	$C_{22}$
	$\vec{x}_3$	$C_{44}$
$\vec{n} = \vec{x}_3$ longueur	$\vec{x}_1$	$C_{55}$
	$\vec{x}_2$	$C_{44}$
	$\vec{x}_3$	$C_{33}$

TABLEAU 2.2 – Mesures au contact pour une éprouvette dans les axes liés au matériau (figure 2.2).

### 2.1.3 Exigences expérimentales

L'échantillon est une lame à faces parallèles immergée dans une cuve remplie d'eau. Deux transducteurs sont alors placés de part et d'autre de l'éprouvette. L'un assure le rôle d'émetteur du signal ultrasonore, l'autre le rôle de récepteur. Leur fréquence est choisie en fonction du matériau. Pour les composites, il est courant de travailler pour des gammes de fréquences comprises entre 0.5 et 5 MHz. Le choix d'une fréquence impose le diamètre des transducteurs, ce qui nécessite en retour une certaine largeur  $l$  d'éprouvette. Le diamètre d'un transducteur varie typiquement entre un demi-pouce et un pouce. L'échantillon doit être de dimension suffisante pour intercepter la totalité des ondes acoustiques quel que soit l'angle d'incidence et pour que l'hypothèse de milieu infini puisse être vérifiée, la longueur d'onde des échos générés sur les bords de celle-ci doivent être suffisamment petite. Bien que la méthode de caractérisation ultrasonore soit non destructrice, ces dimensions sont contraignantes dans le cas de matériaux coûteux tels que les CMC.

De façon à choisir la fréquence  $f$  de caractérisation du matériau, on raisonne en terme de longueur d'onde, telle que  $\lambda = \frac{V}{f}$ . Elle est choisie en fonction des longueurs caractéristiques du matériau. Une épaisseur d'échantillon  $e$  importante permettra une séparation des modes de propagation facilitée mais, celle-ci doit être limitée dans le cas de matériau absorbant. De plus, une des hypothèses de cette technique de caractérisation ultrasonore est de considérer le milieu comme homogène à l'échelle des longueurs d'onde utilisées. La plus petite d'entre elles doit être au moins supérieure à la plus grande taille des hétérogénéités du matériau. Le choix de la longueur d'onde, autrement dit de la fréquence, dépend alors de la vitesse des ondes dans le matériau, des dimensions  $e$  et  $l$  de l'éprouvette et de la taille des hétérogénéités de celui-ci.

2. Direction du déplacement particulière.

La réponse d'un matériau n'étant pas physiquement instantanée, les vitesses de propagation dépendent de la fréquence d'excitation. Cette dispersion est due à l'absorption dans les milieux viscoélastiques ou à la diffraction dans un milieu hétérogène [Leymarie (2002)]. Elle diminue la ressemblance entre le signal de référence et le signal se propageant dans le matériau et, rend la technique de chronométrie délicate. La figure 2.5 ( $a_2$ ) montre un exemple de signal dispersif.

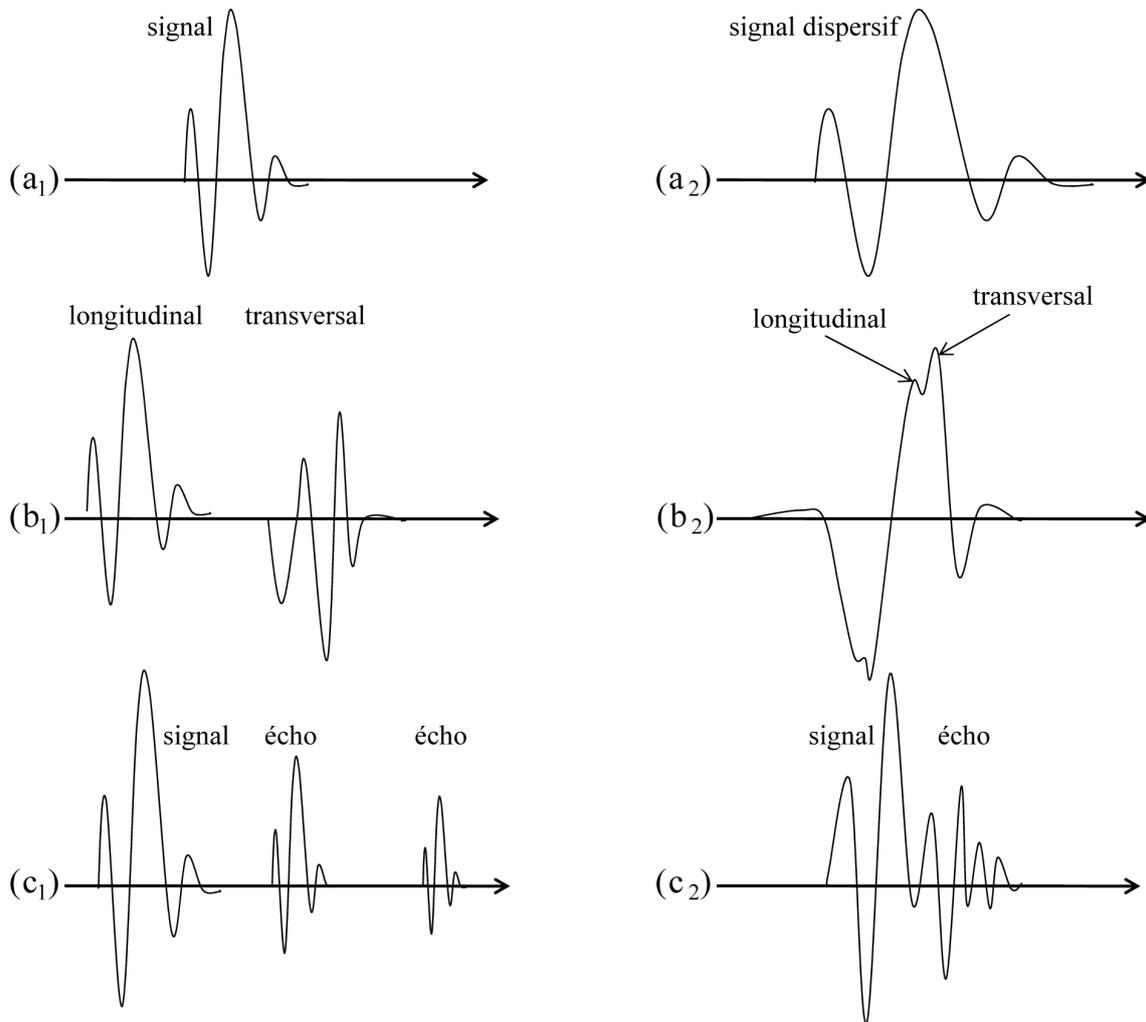


FIGURE 2.5 – ( $a_1$ ) Signal de référence, ( $a_2$ ) signal dispersif; ( $b_1$ ) signal multimodal, ( $b_2$ ) signal multimodal présentant une distinction délicate des modes; ( $c_1$ ) signal en présence d'échos dissociables, ( $c_2$ ) signal en présence d'échos mélangés.

La loi de Snell-Descartes, équation (2.6), montre l'existence d'angles d'incidence limites au delà desquels les modes réfractés ne se propagent pas au sein de la plaque<sup>3</sup> [Roux *et al.* (1985)]. De plus, on observe une plage angulaire où coexistent modes quasi-longitudinal et quasi-transversaux. Ces modes sont alors susceptibles de se superposer (figure 2.5 ( $b_2$ )). Ce mélange de modes ou encore la superposition de signaux induite par l'arrivée simultanée de signaux ayant parcouru un ou plusieurs aller-retour dans l'éprouvette (les échos) (figure 2.5 ( $c_2$ )) perturbent les mesures de retard par chronométrie. Les différents phénomènes décrits en figure 2.5 affectent la caractérisation des CMC.

3. Mode évanescent.

## 2.2 Motivation et choix d'un algorithme d'optimisation adapté au CMC SiC/SiC tissé 3D

### 2.2.1 Réponse acoustique du CMC SiC/SiC tissé 3D aux ondes de volume impulsionnelles

Les différentes étapes nécessaires à la caractérisation ultrasonore des composantes du tenseur de rigidité sont :

- les mesures au contact [Audoin (1991)] et, suivant la méthode d'optimisation utilisée, le choix des valeurs d'initialisation ou des domaines de contrainte des rigidités,
- l'acquisition des signaux en immersion suivie de la mesure des retards, du calcul des vitesses et des directions de propagation associées,
- le traitement des données expérimentales [Audoin (1991)],
- l'optimisation des rigidités représentatives des données mesurées *via* le modèle (2.4).

Selon les directions de propagation et de polarisation de l'onde ultrasonore au sein de l'éprouvette à caractériser, la précision **des mesures au contact** est variable (tableau 2.2). Pour la mesure suivant la direction hors-plan  $x_1$ , l'utilisation d'un couplant entre l'éprouvette et les transducteurs affecte la mesure de l'épaisseur et entache d'erreur la mesure des rigidités. Les mesures au contact suivant les directions de la largeur  $x_2$  et de la longueur  $x_3$  sont réalisées en disposant les transducteurs sur la tranche de l'éprouvette. Une partie réduite de la surface du transducteur étant utilisée, l'amplitude du signal transmis n'est pas optimale. Par contre, les distances de propagation des ondes étant relativement importantes<sup>4</sup>, l'épaisseur du couplant affecte peu la mesure du temps de parcours et par suite la rigidité associée. Dans cette configuration et pour un matériau de symétrie orthotrope, l'onde quasi-longitudinale se propageant suivant  $x_2$  ou  $x_3$  n'est plus volumique mais guidée par la plaque. La mesure des rigidités  $C_{22}$  et  $C_{33}$ , c'est-à-dire, les vitesses longitudinales mesurées dépendent alors des modules d'Young  $E_2$  et  $E_3$ .

**Les mesures des retards** et le **calcul des vitesses** dépendent de la qualité des signaux transmis par l'éprouvette. Trois paramètres les affectent (figure 2.5) : la superposition d'échos, le mélange de modes et la dispersion. Pour le CMC SiC/SiC tissé 3D, un mélange de modes prononcé et une forte dispersion sont observés. Le choix de la fréquence centrale des transducteurs est alors particulièrement important. Les valeurs des vitesses et la taille de hétérogénéités des éprouvettes autorisent un choix de fréquence entre 1 et 2.25 *MHz*. Le signal ayant une fréquence centrale la plus basse (et donc une longueur d'onde la plus importante) est moins sensible à la dispersion. Par contre, le signal ayant une fréquence centrale plus élevée et mettant en jeu des longueurs d'onde plus courtes, conduit à une meilleure séparation des modes, quasi-longitudinal et quasi-transversaux.

La figure 2.6 présente les signaux temporels et leurs spectres fréquentiels normés transmis dans l'eau (référence) et dans l'éprouvette pour les deux fréquences d'étude (1 et 2.25 *MHz*) et pour différentes directions de propagation du plan  $(x_1, x_2)$ . Ces directions sont choisies pour illustrer :

- l'onde longitudinale correspondant à l'incidence nulle,
- un exemple de signal affecté par le mélange de modes, pour un angle d'incidence voisin de  $7^\circ$ ,
- l'onde quasi-transversale pour un angle voisin de  $15^\circ$ ,
- un signal pour un angle d'incidence supérieur à  $30^\circ$ , angle proche de l'angle limite.

Les signaux émis à une fréquence centrale de 1 *MHz* sont moins sensibles à la dispersion, leur forme temporelle est alors similaire à celle du signal de référence (trait fin). Le mélange de modes est à peine visible à l'oeil nu, alors que les spectres associées soulignent ce phénomène de mélange.

4. Les éprouvettes caractérisées ont une largeur de 35 *mm*, une longueur de 200 *mm* et une épaisseur avoisinant 3.6 *mm*.

Les signaux émis à une fréquence centrale de  $2.25\text{ MHz}$  sont plus sensibles à la dispersion. L'éprouvette se comporte comme un filtre passe-bas, la fréquence centrale des signaux transmis étant inférieure à  $2.25\text{ MHz}$ , soit  $\approx 1\text{ MHz}$ . Les formes temporelles des signaux transmis et du signal de référence ne sont plus similaires. Le mélange de modes est clairement visible et la distinction entre les modes quasi-longitudinal et quasi-transversal est plus aisée.

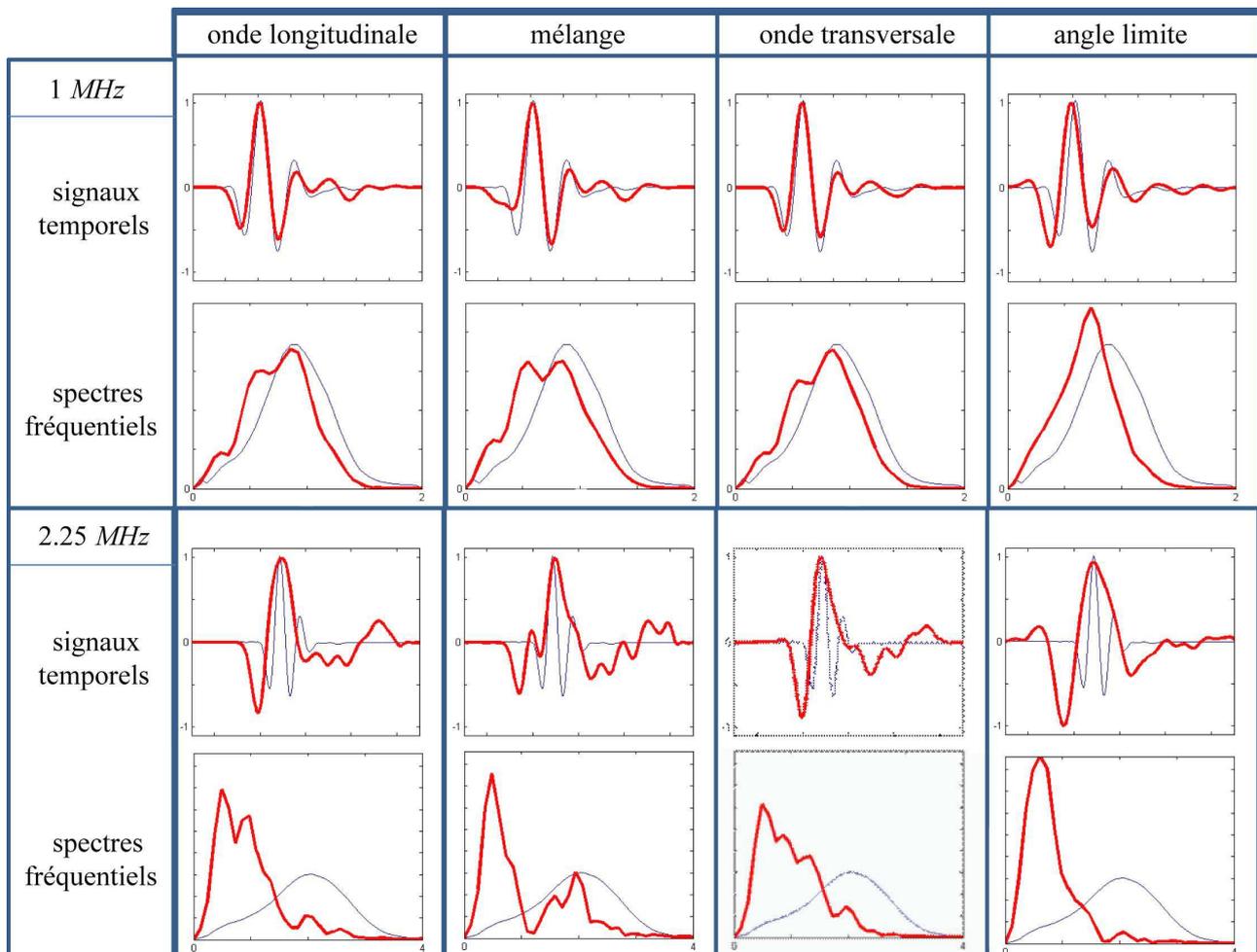


FIGURE 2.6 – Comparaison des signaux temporels normés et de leurs spectres fréquentiels pour des signaux émis à 1 et  $2.25\text{ MHz}$  et pour différentes directions de propagation dans le plan d'acquisition  $(x_1, x_2)$ . Les signaux en trait fin correspondent au signal de référence dans l'eau, les signaux en trait épais correspondent aux signaux transmis.

La figure 2.7 (a) présente les vitesses dans le plan d'acquisition  $(x_1, x_2)$  pour un signal émis à une fréquence centrale de  $1\text{ MHz}$  puis  $2.25\text{ MHz}$ . Sur chacune des courbes de vitesses, on observe des ensembles de mesures correspondant aux vitesses des ondes quasi-longitudinale et quasi-transversales, notées respectivement QL et QT. Les zones entourées en trait plein correspondent aux mesures de vitesses obtenues en présence de mélange de modes, celles entourées en trait pointillé aux incidences proches des angles limites, où les effets de bord sont importants. La figure 2.7 (b) présente le maximum des amplitudes des signaux en fonction de l'angle d'incidence. On retrouve les zones angulaires correspondant aux ondes quasi-longitudinales, au mélange de modes, aux ondes quasi-transversales et aux angles limites.

Les courbes de vitesses, correspondant à des signaux émis à une fréquence centrale de  $1\text{ MHz}$ , présentent une mauvaise séparation des modes quasi-longitudinal et quasi-transversal. Les vitesses longitudinales semblent fortement attirées vers les vitesses transversales. Les courbes de vitesses, correspondant à des signaux émis à une fréquence centrale de  $2.25\text{ MHz}$ , ne présentent pas de séparation nette entre les modes quasi-longitudinal et quasi-transversal. Mais, les mesures de vitesses de l'onde quasi-longitudinale sont beaucoup moins influencées par la présence de mélange de modes.

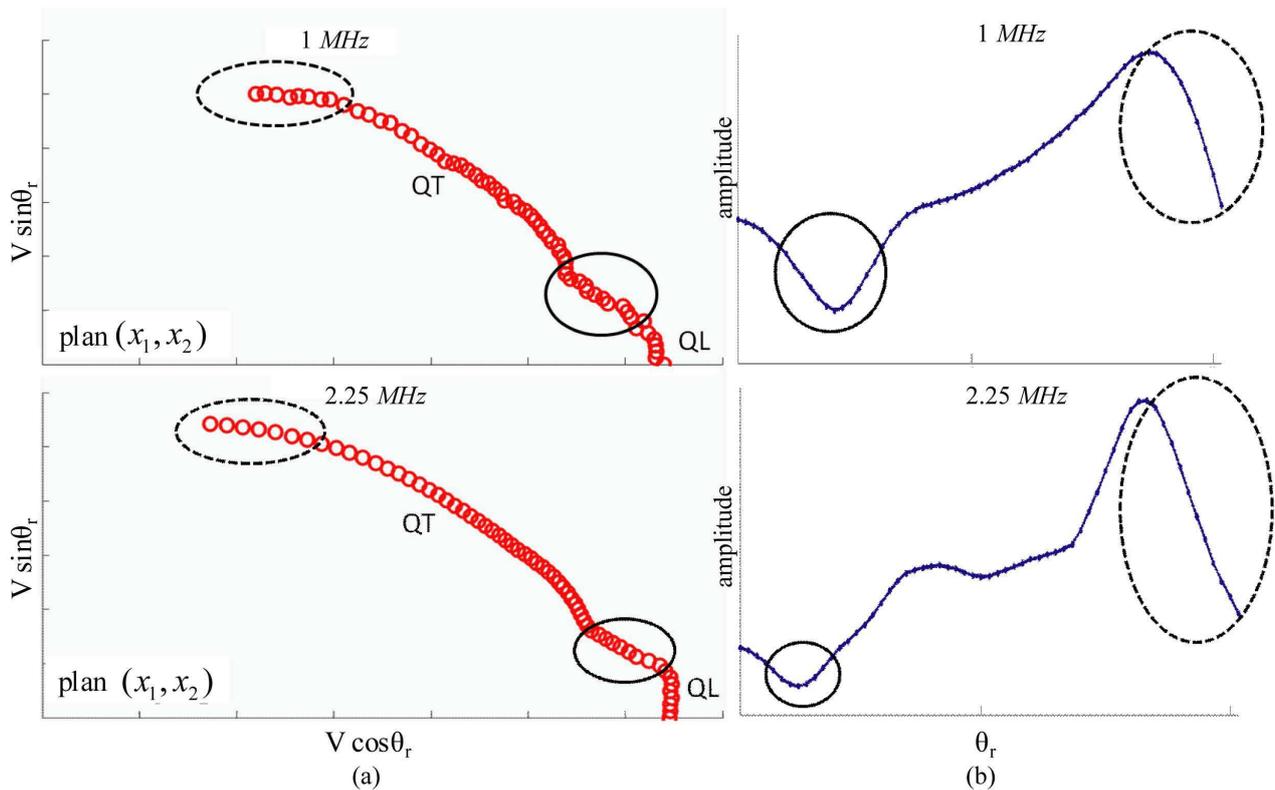


FIGURE 2.7 – (a) Vitesses quasi-longitudinales QL et quasi-transversales QT pour les signaux émis à une fréquence centrale de  $1\text{ MHz}$  et  $2.25\text{ MHz}$  et (b) amplitudes des signaux générés à une fréquence centrale de  $1\text{ MHz}$  et  $2.25\text{ MHz}$  en fonction de l'angle d'incidence.

Avant de procéder à l'évaluation du tenseur de rigidité du matériau par optimisation, les points de mesure, correspondant à du mélange de modes ou à des angles limites, sont retirés des fichiers de vitesses. **Ce traitement** se fait après une étude attentive des signaux et de leurs amplitudes (figures 2.6 et 2.7). On conserve alors moins de 10 points de mesure de vitesses longitudinales. L'information sur ce mode est alors très faible et une optimisation de type Newton-Raphson (ou plus généralement utilisant une méthode déterministe [Bodian (2011)]) peut ne pas converger vers des composantes du tenseur de rigidité ayant un sens physique. **Une optimisation** plus robuste et moins sensible au nombre de points a alors été développée pour l'étude des CMC.

## 2.2.2 Principe de l'algorithme génétique

Les vitesses de phase expérimentales sont acquises dans trois plans de l'éprouvette à caractériser : deux plans de symétrie  $(x_1, x_2)$  et  $(x_1, x_3)$  et un plan quelconque correspondant à un angle azimutal  $\psi = 45^\circ$ , noté  $(x_1, x_{\psi=45^\circ})$ . La direction  $x_{\psi=45^\circ}$  est choisie de façon à ce que la sensibilité des vitesses à la rigidité  $C_{23}$  soit

la plus forte possible. En effet, pour un matériau orthotrope, le tenseur de Christoffel s'exprime en fonction des neuf composantes du tenseur de rigidité et des directions de propagation (équation 2.11). Ces directions sont fonctions des angles de réfraction  $\theta_r$  et de l'angle azimutal  $\psi$  définissant le plan de propagation. Les composantes du tenseur de Christoffel (équation 2.5) s'écrivent alors :

$$\begin{aligned}
\Gamma_{11} &= C_{11} \cos^2 \theta_r + C_{66} \sin^2 \theta_r \cos^2 \psi + C_{55} \sin^2 \theta_r \sin^2 \psi, \\
\Gamma_{22} &= C_{66} \cos^2 \theta_r + C_{22} \sin^2 \theta_r \cos^2 \psi + C_{44} \sin^2 \theta_r \sin^2 \psi, \\
\Gamma_{33} &= C_{55} \cos^2 \theta_r + C_{44} \sin^2 \theta_r \cos^2 \psi + C_{33} \sin^2 \theta_r \sin^2 \psi, \\
\Gamma_{12} &= \Gamma_{21} = (C_{12} + C_{66}) \cos \theta_r \sin \theta_r \cos \psi, \\
\Gamma_{13} &= \Gamma_{31} = (C_{13} + C_{55}) \cos \theta_r \sin \theta_r \sin \psi, \\
\Gamma_{23} &= \Gamma_{32} = (C_{23} + C_{44}) \sin^2 \theta_r \sin \psi \cos \psi.
\end{aligned} \tag{2.11}$$

Le développement de l'équation de Christoffel (2.4) sous forme d'une fonctionnelle est tel que :

$$\begin{aligned}
f(\Gamma(C, \theta_r, \psi), \lambda(\rho, V_r)) &= -\lambda^3 + \lambda^2(\Gamma_{11} + \Gamma_{22} + \Gamma_{33}) + \lambda(\Gamma_{12}^2 + \Gamma_{13}^2 + \Gamma_{23}^2 - \Gamma_{11}\Gamma_{22} - \Gamma_{11}\Gamma_{33} - \Gamma_{22}\Gamma_{33}) \\
&\quad + \Gamma_{11}\Gamma_{22}\Gamma_{33} + 2\Gamma_{12}\Gamma_{23}\Gamma_{13} - \Gamma_{11}\Gamma_{23}^2 - \Gamma_{22}\Gamma_{13}^2 - \Gamma_{33}\Gamma_{12}^2,
\end{aligned} \tag{2.12}$$

où  $\lambda = \rho V_r^2$  sont les valeurs propres du tenseur de Christoffel. L'expression de la fonctionnelle (2.12) se simplifie en fonction de la symétrie du plan d'acquisition des vitesses. Les deux rigidités  $C_{23}$  et  $C_{44}$  n'apparaissent pas dans les plans  $(x_1, x_2)$  et  $(x_1, x_3)$  (équation 2.11).

Travaillant sur des fichiers expérimentaux, les erreurs ou le bruit inhérents à une mesure permettent de supposer qu'il n'existe pas de tenseur de rigidité satisfaisant parfaitement le modèle de propagation (2.4) et annulant la fonctionnelle (2.12). Autrement dit, seules des valeurs approximées des rigidités du matériau sont accessibles. On choisit d'utiliser une méthode globale qui permet d'approcher la solution dans un espace de recherche de grande taille. L'identification de l'ensemble des composantes  $C_{ij}$  du tenseur de rigidité, à partir des vitesses expérimentales, repose sur la minimisation du problème suivant :

$$\exists C \in \mathbb{M}_{6 \times 6}(\mathbb{R}) \text{ tel que } F(C) = \min_{C_{ij}} F(C_{ij}) \text{ avec } u_{ij} < C_{ij} < v_{ij}$$

où :

$$\begin{aligned}
F(C_{ij}) &= \sum_{p=1}^{N_1} |V_m^{\psi=0^\circ}(C_{ij}, \theta_r^p) - V_r^{\psi=0^\circ}(\theta_r^p)|^2 + \\
&\quad \sum_{p=1}^{N_2} |V_m^{\psi=90^\circ}(C_{ij}, \theta_r^p) - V_r^{\psi=90^\circ}(\theta_r^p)|^2 + \\
&\quad \sum_{p=1}^{N_3} |V_m^{\psi=45^\circ}(C_{ij}, \theta_r^p) - V_r^{\psi=45^\circ}(\theta_r^p)|^2, \tag{2.13}
\end{aligned}$$

et  $u_{ij}$  et  $v_{ij}$  sont les contraintes calculées à partir des mesures au contact (tableau 2.2) et imposées aux composantes du tenseur de rigidité. Dans l'équation (2.13),  $N_1$ ,  $N_2$  et  $N_3$  désignent le nombre total de mesures relevées respectivement dans les plans  $(x_1, x_2)$ ,  $(x_1, x_3)$  et  $(x_1, x_{45^\circ})$ .  $\theta_r^p$  correspond à un angle de réfraction dans la plaque pour une mesure  $p$  donnée avec  $p \in [1, N_j]$  et  $j = 1, 2, 3$ .

À partir d'un jeu de composantes du tenseur de rigidité  $C$  et d'angles d'incidence connus  $\theta_i^p$ , le système composé de la relation de Snell-Descartes (2.6) et de l'équation de Christoffel (2.4) permet de calculer les vitesses  $V^p(C_{ij}, \theta_i^p)$  et les angles de réfraction  $\theta^p$  associés. Ainsi, pour chaque angle d'incidence sont

déterminées trois vitesses et leur direction réfractée associée, ce jeu de données étant dépendant des composantes  $C_{ij}$ . Les réponses du modèle  $V_m(C_{ij}, \theta_r^p)$  sont ensuite obtenues à l'angle réfracté expérimental  $\theta_r^p$ , à l'aide d'une interpolation linéaire des vitesses  $V^p(C_{ij}, \theta_i^p)$  aux angles réfractés calculés  $\theta^p$  (figure 2.8) :

$$V_m(C_{ij}, \theta_r^p) = V^p(C_{ij}, \theta_i^p) + (\theta_r^p - \theta^p) \cdot \frac{V^{p+1}(C_{ij}, \theta_i^{p+1}) - V^p(C_{ij}, \theta_i^p)}{\theta^{p+1} - \theta^p}, \quad (2.14)$$

avec  $\theta_r^p \in [\theta^p, \theta^{p+1}]$ .

Cette interpolation permet, au sein de la fonctionnelle (2.13), de constituer des couples de vitesses expérimentales et réponses du modèle définis pour un même angle réfracté. Elle permet ainsi de prendre en compte un éventuel bruit de mesure (figure 2.8) ou encore une imprécision dans le contrôle des angles d'incidence expérimentaux. On remarque que la réponse du modèle  $V_m$  ainsi calculée ne satisfait l'équation de Christoffel (2.4) que si le bruit est nul,  $(\theta_r^p - \theta^p) = 0$  et  $V_m = V^p$ .

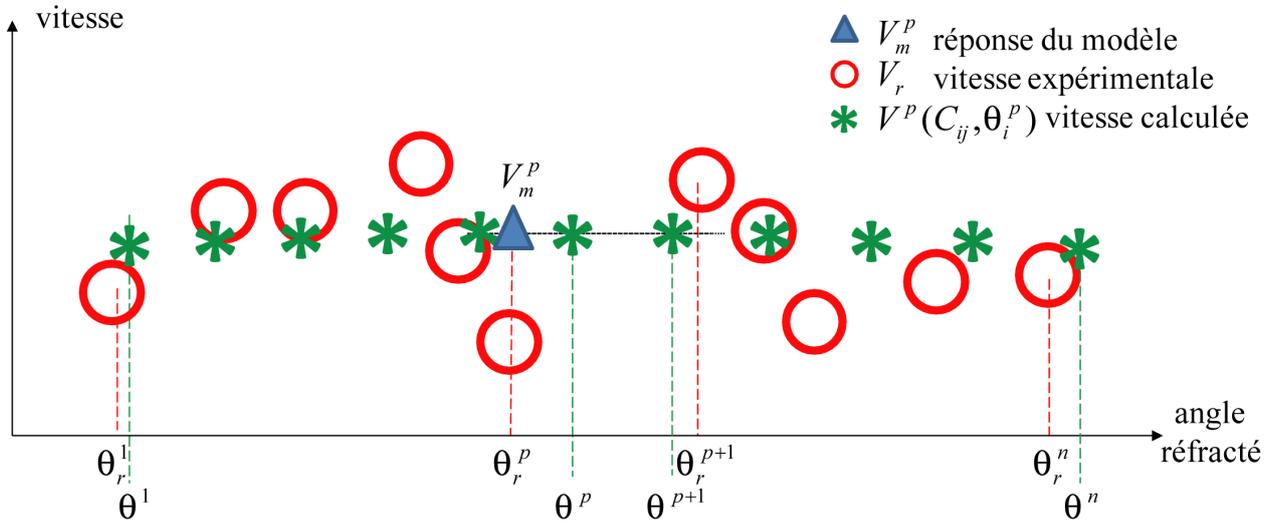


FIGURE 2.8 – Schématisation du calcul de  $V_m^p$  à l'angle réfracté  $\theta_r^p$  par interpolation linéaire des vitesses  $V_p$  calculées aux angles réfractés  $\theta_p$ .

De façon à minimiser la fonctionnelle (2.13), on utilise un algorithme génétique. C'est un algorithme stochastique itératif dont le principe consiste à simuler des mécanismes d'évolution génétique et de sélection naturelle. Le processus se déroule en plusieurs étapes :

- **l'initialisation** : on génère une population initiale de  $k$  individus. Chaque individu correspond à une composante du tenseur de rigidité  $C_{ij}$  et satisfait les contraintes associées  $u_{ij} < C_{ij} < v_{ij}$ . Le choix du nombre d'individus  $k$  de la population initiale est guidé par le nombre  $n$  de paramètres. Dans le cas d'un matériau orthotrope,  $n$  est égal à 9. La population initiale est alors constituée de  $k/n$  groupes d'individus (c'est-à-dire  $k/n$  tenseurs de rigidité). Le choix des contraintes  $u_{ij}$  et  $v_{ij}$  est guidé par les valeurs obtenues préalablement par mesure au contact (tableau 2.2).
- **l'évaluation et la sélection** : on évalue la fonctionnelle pour chaque groupe d'individus, c'est-à-dire pour  $k/n$  tenseurs de rigidité. Une mesure de la qualité de la solution qu'ils représentent est attribuée à chacun d'eux. Chaque individu  $C_{ij}$  du meilleur groupe a alors une probabilité plus importante d'être sélectionné pour la mise en place de la génération suivante.
- **la reproduction, le croisement et la mutation** : les meilleurs individus se reproduisent pour donner une nouvelle génération, autrement dit pour donner  $k/n$  nouveaux tenseurs de rigidité. La proportion

des caractères des meilleurs individus, les  $C_{ij}$ , est alors supérieure à la génération précédente.

Au cours de cette reproduction, des croisements ou des mutations peuvent s'effectuer afin d'enrichir la diversité de la population et ainsi d'explorer de façon efficace l'ensemble de l'espace de recherche de solutions prometteuses [Couégnat (2004)]. Les groupes d'individus ( $k/n$  tenseurs) d'une génération sont composés d'un mélange des meilleurs individus ( $k$  rigidités  $C_{ij}$ ) de la génération précédente. On évite ainsi la convergence vers un minimum local de la fonctionnelle.

À la suite de l'étape de mutation, l'évaluation a de nouveau lieu, et ainsi de suite jusqu'à convergence vers un état stationnaire minimal ou à atteindre un nombre maximal d'itérations. La figure 2.9 résume ces différentes étapes.

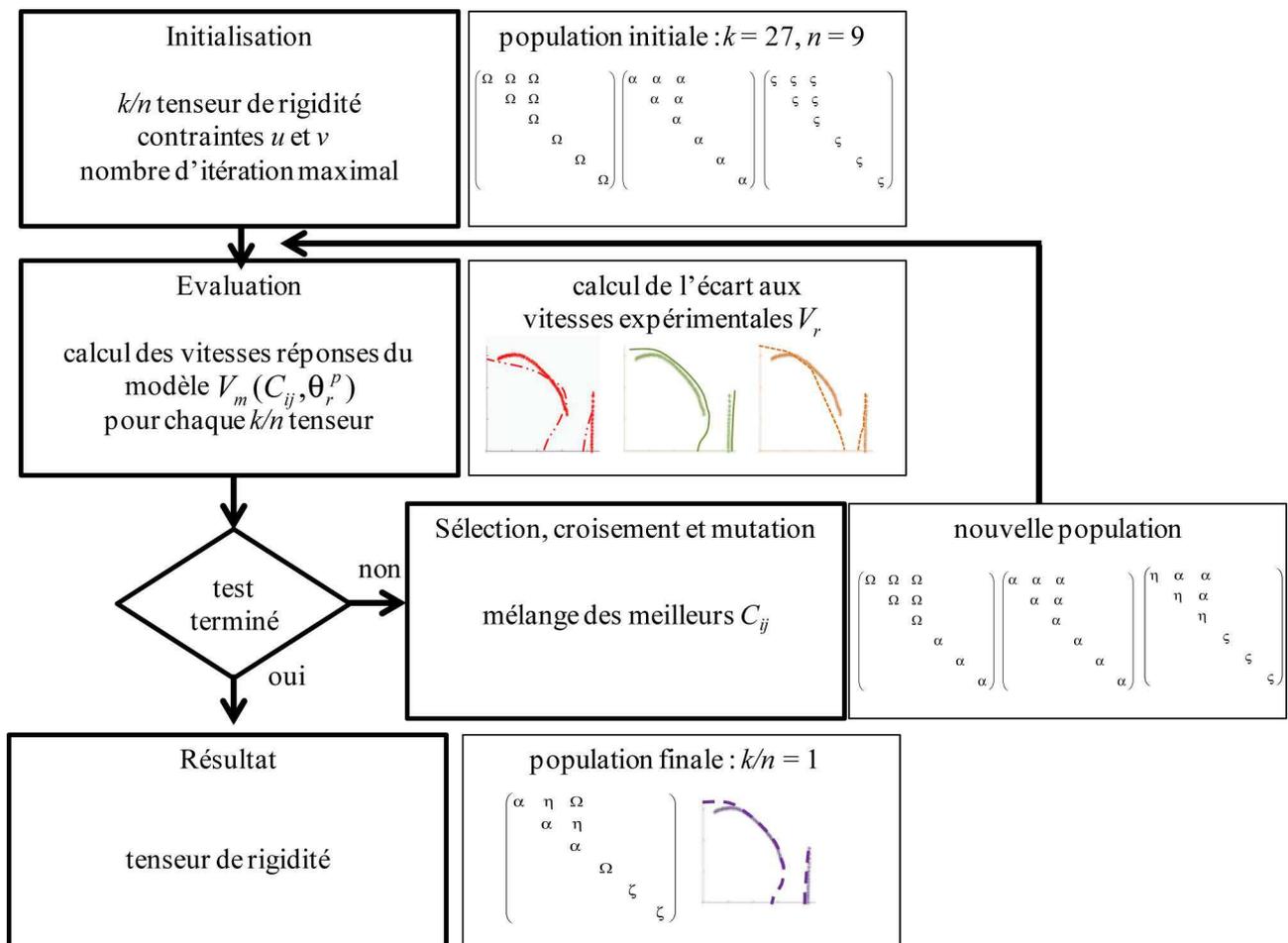


FIGURE 2.9 – Principe de l'algorithme génétique.

Avant toute optimisation, trois paramètres doivent être fixés par l'utilisateur : le nombre d'itérations (ou nombre de générations), le nombre d'individus dans la population initiale et les valeurs des contraintes. Les choix du nombre d'itérations et d'individus sont des problèmes classiques d'optimisation nécessitant de trouver le bon compromis entre la rapidité de convergence et l'étendue du domaine de recherche. Le critère définissant un état stationnaire dépend de chaque éprouvette caractérisée. On choisit alors la condition d'arrêt correspondant au nombre d'itérations *a priori* fixé.

Dans la littérature, on note souvent l'utilisation d'algorithmes hybrides couplant un algorithme génétique à une méthode de descente locale. Cette solution n'est pas adaptée à l'étude du CMC SiC/SiC tissé 3D, car le faible nombre de points de mesure de vitesses longitudinales entraîne l'attraction des méthodes de descente classiques vers des minima locaux. Les problèmes de non-convexité de la fonctionnelle (2.12) sont exposés en section 2.3.1.

Le choix des contraintes conditionne quant à lui la qualité de l'optimisation. Les contraintes, sur les composantes de la diagonale du tenseur, sont définies à partir des valeurs mesurées au contact. Celles sur les composantes hors-diagonales sont, dans un premier temps, choisies de façon à ce que les mineurs du tenseur de rigidité soient positifs (par exemple,  $C_{11}C_{22} - C_{12}^2 > 0$ ).

Une étude de reproductibilité et de dispersion des mesures au contact en fonction de la fréquence centrale des traducteurs et de la position sur l'éprouvette a montré qu'il est approprié de choisir les contraintes comme étant égales à  $\pm 30\%$  des valeurs mesurées au contact. On peut alors imaginer un cas critique où des erreurs de mesure au contact des rigidités entraîneraient une mauvaise définition des contraintes. Ce cas critique testé en section 2.3.2, a permis de valider cette définition de contrainte.

### 2.2.3 Intervalle de confiance

Chaque étape du processus d'identification des constantes de rigidité d'un matériau, est susceptible d'induire une erreur sur les résultats. Une liste non exhaustive des causes d'erreurs systématiques est établie :

- la précision et l'arrondi liés aux appareils de mesure utilisés,
- l'incertitude sur la position des traducteurs correspondant à une incertitude sur l'angle d'incidence,
- le comportement de l'algorithme d'optimisation en présence de dispersion ou de mélange de modes,
- le nombre de données expérimentales ...

Il est délicat de quantifier l'influence de chacune de ces causes d'erreurs potentielles. Le calcul d'un intervalle de confiance, associé à chaque constante de rigidité identifiée à partir d'une méthode de minimisation locale de la fonctionnelle (2.12), a alors été proposé par Audoin (1991). Il s'obtient à partir de l'évaluation du gradient et de la Hessienne de cette fonctionnelle. Il ne prend pas en compte l'ensemble des facteurs d'erreurs énumérés précédemment, mais fait figure de baromètre quant à la confiance que l'on peut attribuer aux valeurs obtenues. Il constitue un très bon indicateur de la pertinence de l'optimisation et de la cohérence des vitesses expérimentales par rapport à celle-ci.

Le choix d'un algorithme génétique pour la détermination du tenseur de rigidité ne permet pas d'utiliser ce type de calcul d'intervalle de confiance. En effet, les intervalles associés à chacune des rigidités identifiées sont trop importants pour être représentatif de la qualité de l'optimisation. Ce phénomène s'explique d'une part, par la définition de la fonctionnelle (2.13) et d'autre part, par la définition de la condition d'arrêt.

De façon à définir un nouveau intervalle de confiance représentatif de l'incertitude sur les rigidités  $C_{ij}$  identifiées, on choisit de faire une série de dix calculs consécutifs avec les mêmes données et paramètres (vitesses expérimentales, contraintes, nombre d'itérations...). Le résultat final correspond à la moyenne de ces 10 calculs. Puis, on utilise les propriétés de l'écart-type  $\sigma$ , qui permet de comparer deux séries de même nature : celle qui a l'écart-type le plus faible est la moins dispersée. De plus, lorsque l'écart type fait référence à une série statistique satisfaisant une loi normale, on peut considérer par exemple, que 68 % des données de moyenne  $\bar{x}$  sont comprises dans l'intervalle défini par :  $\bar{x} - \sigma$  et  $\bar{x} + \sigma$ . Pour une série statistique qui ne suit pas cette loi et qui n'est pas trop dissymétrique, cette propriété est approximativement vérifiée.

On suppose alors, que pour un nombre important de calculs d'optimisation génétique consécutifs, la loi statistique obtenue se rapproche d'une loi normale sur chaque  $C_{ij}$  optimisé. Étant donné qu'on ne rai-

sonne que sur 10 identifications consécutives (pour des raisons de temps de calcul), il est alors difficile de connaître la valeur exacte de l'écart type. Choisisant  $\sigma \cong S' / \sqrt{n}$ , on calcule l'intervalle de confiance d'après la définition d'un intervalle de Student [Savy (2006)] :

$$\overline{C_{ij}} - t_{1-\alpha}^{n-1} \frac{S'}{\sqrt{n}} \leq C_{ij} \leq \overline{C_{ij}} + t_{1-\alpha}^{n-1} \frac{S'}{\sqrt{n}} \quad (2.15)$$

avec :

$$S'^2 = \frac{1}{n-1} \sum_k (C_{ij}^k - \overline{C_{ij}})^2,$$

où  $\overline{C_{ij}}$  représente la moyenne de la rigidité  $C_{ij}$  sur le nombre total de calculs  $n$  (ici 10),  $C_{ij}^k$  est sa valeur pour un calcul  $k$  donné,  $C_{ij}$  représentant la valeur exacte des composantes du tenseur de rigidité et  $t$  le coefficient de Student. Ce coefficient dépend de la probabilité  $\alpha$  d'être dépassée en module (figure 2.10). À partir d'observation de disparités sur des calculs de simulation, la valeur du paramètre  $\alpha$  est choisie égale à 0.7.

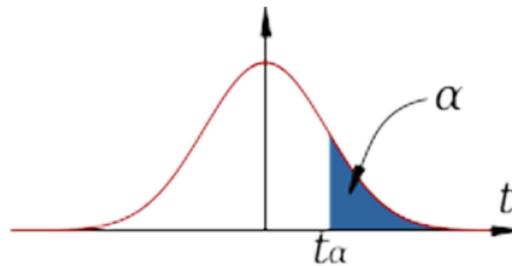


FIGURE 2.10 – Valeur de la variable  $t$  ayant la probabilité  $\alpha$  d'être dépassée en module.

Chaque souplesse ou constante de l'Ingénieur est définie à partir d'un ensemble de rigidités. L'avantage de cette méthode est qu'elle permet par le même processus, d'établir un intervalle de confiance pour chaque souplesse et constante de l'Ingénieur. Les intervalles de confiance sont notés entre parenthèses pour les distinguer des calculs d'erreur.

### 2.3 Validation de l'algorithme d'optimisation à partir de vitesses simulées

Plusieurs phénomènes sont susceptibles de perturber l'identification du tenseur de rigidité du CMC SiC/SiC tissé 3D :

- la symétrie du matériau : quadratique, orthotrope ou monoclinique,
- le nombre de mesures accessibles,
- les choix des contraintes appliquées aux composantes du tenseur de rigidité.

Le comportement de l'algorithme génétique est testé sur des fichiers simulés représentatifs d'essais expérimentaux. On impose d'une part, qu'à un angle d'incidence donné ne correspond qu'une seule vitesse simulée, longitudinale ou transversale ; et d'autre part, les vitesses correspondant au mode quasi-transversal polarisé hors-plan ont été retirées des fichiers de simulation. La figure 2.11 présente les vitesses simulées.

Les fichiers de simulation sont obtenus à partir d'un jeu de constantes de rigidité connues, notées "valeurs de simulation". Les vitesses et directions de propagation dans le CMC sont calculées pour un angle d'incidence donné, à partir de l'équation de Christoffel (2.4) et de la relation de Snell-Descartes (2.6). On ajoute ensuite sur chacune de ces vitesses une perturbation dont le niveau de bruit est fixé à un pourcentage

donné de la vitesse du mode longitudinal à incidence normale. La prise en compte dans l'algorithme de résolution de l'ensemble des vitesses perturbées conduit à un jeu de composantes  $\hat{C}_{ij}$  estimées. Les faisceaux de courbes de la figure 2.11 correspondent aux 10 calculs d'optimisation consécutifs pour un matériau de symétrie orthotrope.

Le nombre de mesures de vitesses longitudinales considéré lors de la caractérisation ultrasonore du CMC SiC/SiC tissé 3D est très faible. Les amplitudes non nulles des ondes quasi-transversales générées pour des angles d'incidence remarquablement faibles interdisent des mesures correctes de vitesses de l'onde quasi-longitudinale (mélange de modes). Pour quantifier l'influence de ce phénomène, une première identification réalisée à partir d'un fichier de simulation possédant un ensemble important de vitesses longitudinales sert de référence (haut de la figure 2.11). L'identification rendant compte des performances de l'algorithme est ensuite menée à partir d'un fichier de vitesses caractéristique du CMC SiC/SiC tissé 3D, c'est-à-dire avec un nombre restreint de vitesses longitudinales.

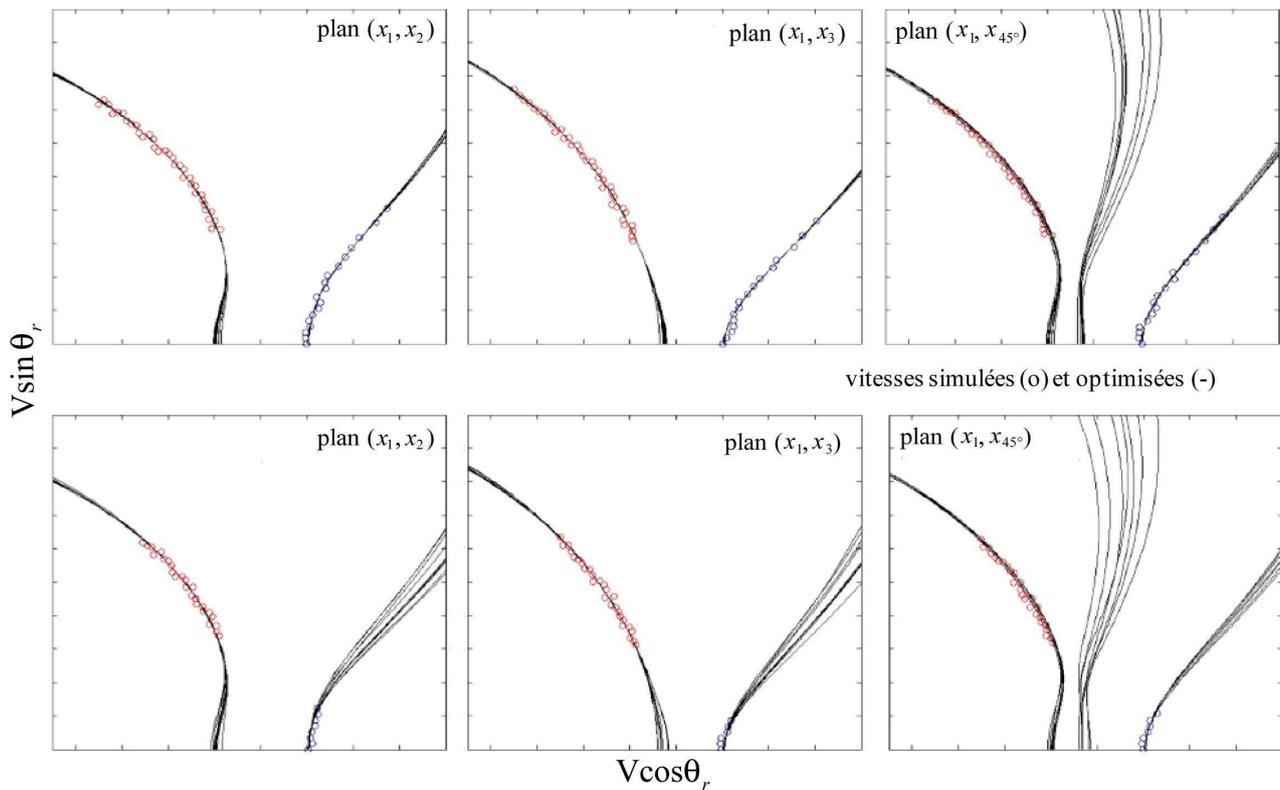


FIGURE 2.11 – Vitesses de phase  $V$  dans l'ensemble des trois plans nécessaires à la caractérisation d'un matériau orthotrope.  $\theta_r$  désigne l'angle réfracté au sein du matériau pour l'ensemble des modes identifiés. En haut : vitesses pour un nombre important de points longitudinaux, servant de référence. En bas : vitesses pour un nombre de points longitudinaux restreint par le mélange de modes typique du SiC/SiC tissé 3D.

---

### 2.3.1 Validité pour différentes classes de symétrie de matériaux

Afin de tester les performances de l'algorithme génétique, les identifications des tenseurs de rigidité de matériaux possédant trois symétries différentes, ont été réalisées : la symétrie orthotrope correspondant à l'hypothèse faite sur le CMC SiC/SiC tissé 3D, la symétrie quadratique et la symétrie monoclinique.

La répartition de fils chaîne-trame étant quasi-similaire, la symétrie du CMC SiC/SiC tissé 3D est proche de la symétrie quadratique. Néanmoins, l'hypothèse d'une symétrie moins restrictive, l'orthotropie, est retenue. Ainsi, l'algorithme génétique détermine indépendamment les neuf composantes non nulles du tenseur de rigidité. Les relations entre ces composantes permettent *a posteriori* d'identifier une symétrie de matériau comportent éventuellement plus de plans de symétrie que la symétrie orthotrope, par exemple, la symétrie quadratique.

Lorsque l'on travaille avec des matériaux de symétrie quadratique, le mode quasi-transversal polarisé perpendiculairement au plan de propagation n'est pas généré dans le plan  $(x_1, x_{45^\circ})$ , qui est un plan de symétrie. Les directions  $x_2$  et  $x_3$  sont équivalentes. L'équation (2.12) se factorise :

$$f(\Gamma(C, \theta_r, \psi), \lambda(\rho, V)) = (\lambda + \Gamma_{23} - \Gamma_{22}) (\lambda^2 - \lambda(\Gamma_{11} + \Gamma_{22} + \Gamma_{23}) + \Gamma_{11}(\Gamma_{22} + \Gamma_{23}) - 2\Gamma_{12}^2). \quad (2.16)$$

On ne possède alors aucune information sur le mode quasi-transversal polarisé hors-plan, pour lequel  $\lambda = \Gamma_{22} - \Gamma_{23}$ . Les constantes  $C_{23}$  et  $C_{44}$  ne peuvent pas être déterminées indépendamment. En effet le développement du second facteur de l'équation (2.16), fait apparaître une combinaison linéaire  $C^* = C_{23} + 2C_{44}$  [Hosten (1992)]. Lorsque l'on utilise une méthode d'identification du tenseur de rigidité de type Newton-Raphson, la mesure du  $C_{44}$  accessible au contact, permet de rompre la combinaison  $C^*$  et autorise alors l'évaluation de l'intégralité du tenseur de rigidité. L'inconvénient est que l'on attribue alors une importance toute particulière à cette mesure au contact rendant caduque le calcul de l'intervalle de confiance associé à cette composante  $C_{44}$ .

Il est important de noter que les mesures expérimentales sont entachées d'erreurs (présence de bruit, de mélange de modes, d'incertitude sur la position des pièces mécaniques, ...). Ainsi on ne cherche pas un tenseur de rigidité annulant la fonctionnelle mais des valeurs de rigidité minimisant l'écart entre les vitesses expérimentales et les vitesses prédites. Les intervalles de confiance associés sont alors essentiels pour appréhender la qualité de l'identification. Il n'est donc pas judicieux d'attribuer un poids trop important à la mesure au contact de la composante  $C_{44}$ .

Le fait d'utiliser l'interpolation (2.14) lors de la minimisation de la fonctionnelle (2.13) permet de lever, en partie, l'indétermination liée à la combinaison linéaire  $C^*$ . En effet, on ne travaille plus directement avec la fonctionnelle couplée. Les composantes  $C_{23}$  et  $C_{44}$  sont alors identifiées indépendamment, la valeur du  $C_{44}$  mesurée au contact n'est pas imposée et des intervalles de confiance peuvent leur être associés.

Pour les symétries orthotrope et monoclinique ne faisant pas intervenir la combinaison  $C^*$ , la mesure au contact du  $C_{44}$  reste appréciable [Vorel *et al.* (2013)]. De même, les points de mesure correspondant à des ondes se propageant dans le plan  $(x_1, x_{45^\circ})$  suivant une direction proche de l'angle réfracté  $\theta_r = 45^\circ$ , augmentent la sensibilité de la fonctionnelle aux paramètres  $C_{23}$  et  $C_{44}$ , et donc la qualité de leur identification.

Afin de confirmer la capacité de l'algorithme génétique à déterminer le tenseur de rigidité du CMC SiC/SiC tissé 3D, des identifications ont été menées à partir de vitesses simulées. Les tableaux 2.3, 2.4 et 2.5 présentent des résultats de simulation pour différentes symétries matérielles. Les rigidités sont normées par rapport à la composante  $C_{33}$  du matériau de symétrie orthotrope.

	$C_{11}$	$C_{22}$	$C_{33}$	$C_{44}$	$C_{55}$	$C_{66}$	$C_{12}$	$C_{13}$	$C_{23}$
valeurs de simulation	12.9	100	100	35.5	9.7	9.7	5.1	5.1	16.1
identification pour un nombre de vitesses longitudinales servant de référence	12.9 (0)	101.0 (3)	99.4 (3)	35.0 (4)	9.7 (0.2)	9.8 (0.2)	5.2 (0.2)	5.2 (0.3)	29.3 (14)
identification pour un nombre de vitesses longitudinales restreint à la configuration expérimentale	12.6 (0)	103.8 (15)	102.7 (10)	35.8 (6)	9.6 (0.3)	9.7 (0.2)	5.5 (2)	5.4 (1)	30.8 (15)

TABLEAU 2.3 – Valeurs des rigidités (normées<sup>5</sup> × 100) d'un matériau de symétrie **quadratique** identifiées à partir de vitesses simulées. Les valeurs entre parenthèses correspondent aux intervalles de confiance associés à chaque rigidité.

	$C_{11}$	$C_{22}$	$C_{33}$	$C_{44}$	$C_{55}$	$C_{66}$	$C_{12}$	$C_{13}$	$C_{23}$
valeurs de simulation	12.9	90	100	35.5	10.2	8.9	5.1	6.4	16.1
identification pour un nombre de vitesses longitudinales servant de référence	12.9 (0)	91.8 (2)	100 (2)	35.1 (3)	10.3 (0.1)	8.9 (0.2)	5.1 (0.2)	6.2 (0.2)	21.5 (13)
identification pour un nombre de vitesses longitudinales restreint à la configuration expérimentale	12.9 (0)	98.5 (12)	89.2 (12)	35.1 (5)	10.2 (0.3)	8.9 (0.2)	5.8 (1)	5.4 (1)	26.0 (9)

TABLEAU 2.4 – Valeurs des rigidités (normées<sup>5</sup> × 100) d'un matériau de symétrie **orthotrope** identifiées à partir de vitesses simulées. Les valeurs entre parenthèses correspondent aux intervalles de confiance associés à chaque rigidité.

	$C_{11}$	$C_{22}$	$C_{33}$	$C_{44}$	$C_{55}$	$C_{66}$	$C_{12}$	$C_{13}$	$C_{23}$	$C_{14}$	$C_{24}$	$C_{34}$	$C_{56}$
valeurs de simulation	12.9	89.5	94.5	38.5	9.9	9.2	5.4	6.1	19.1	0.6	0.5	3.9	0.6
nombre de vitesses longi. servant de référence	12.9 (1)	89.9 (9)	99.2 (8)	39.7 (4)	9.9 (1)	9.2 (1)	4.6 (1)	5.7 (2)	34.7 (7)	1.6 (3)	1.1 (7)	0.9 (7)	0.5 (2)
nombre de vitesses longi. restreint à la configuration expérimentale	12.9 (0.1)	87.3 (8)	93.3 (10)	42.4 (5)	9.3 (0.2)	9.1 (0.3)	4.6 (1)	5.3 (1)	32.5 (7)	0.6 (2)	0.1 (3)	0.3 (4)	-0.1 (1)

TABLEAU 2.5 – Valeurs des rigidités (normées<sup>5</sup> × 100) d'un matériau de symétrie **monoclinique** identifiées à partir de vitesses simulées. Les valeurs entre parenthèses correspondent aux intervalles de confiance associés à chaque rigidité.

5. Les rigidités sont normées par rapport à la composante  $C_{33}$  du matériau de symétrie orthotrope (tableau 2.4).

---

Les valeurs des composantes du tenseur de rigidité ont été choisies similaires à celles du CMC SiC/SiC tissé 3D. Elles sont reportées sur les deuxièmes lignes des tableaux. Sur les troisièmes lignes, sont reportées les rigidités identifiées à partir de fichiers de simulation possédant un nombre relativement important de vitesses longitudinales. Les quatrièmes lignes des tableaux comportent des résultats obtenus pour des configurations se rapprochant des conditions expérimentales (mélange de modes). La comparaison des rigidités des troisièmes et quatrièmes lignes permet de quantifier l'influence du nombre de points de mesure sur l'identification du tenseur de rigidité.

On constate pour l'ensemble des symétries une très bonne concordance entre l'identification des composantes diagonales du tenseur de rigidité et les valeurs de simulation. Pour l'ensemble des composantes diagonales, lorsque le nombre de vitesses longitudinales est réduit, les erreurs augmentent (quatrième ligne des tableaux). On observe notamment une dégradation de l'identification des composantes  $C_{22}$  et  $C_{33}$ , qui sont particulièrement sensibles aux vitesses longitudinales. Les erreurs n'excèdent pas 10 % et les intervalles de confiance associés augmentent en conséquence. Les intervalles de confiance constituent donc de bons indicateurs de la qualité de la caractérisation.

Pour l'ensemble des symétries, l'identification de la composante hors-diagonale  $C_{23}$  semble plus délicate et reste peu sensible au nombre de vitesses longitudinales. La qualité de l'identification des autres composantes hors-diagonales est propre à chacune des symétries.

Les tableaux 2.3 et 2.4 présentent les résultats obtenus pour des matériaux de symétrie quadratique et orthotrope. De façon à comparer les performances de l'algorithme pour ces symétries, nous avons conservé des similitudes entre les tenseurs de rigidité utilisés pour les simulations.

Les résultats obtenus pour un matériau de symétrie orthotrope sont similaires à ceux relatifs au matériau de symétrie quadratique. Cela confirme que l'indétermination liée à la combinaison  $C^*$  entre  $C_{23}$  et  $C_{44}$  est bien levée lors de l'identification du tenseur de rigidité d'un matériau de symétrie quadratique à l'aide de l'algorithme génétique.

Lorsqu'un CMC est sollicité en dehors des axes principaux du matériau, des réseaux de fissuration orientés perpendiculairement à cette sollicitation sont susceptibles de se développer [Aristégui et Baste (1997a); Couégnat (2008)]. La symétrie du matériau (initialement orthotrope) devient monoclinique. Les capacités de l'algorithme génétique, à identifier le tenseur de rigidité dans ce cas, ont été testées. Le problème de minimisation concerne la fonctionnelle (2.13), à laquelle sont incorporées les vitesses prédites et mesurées, dans le plan  $(x_1, x_{135^\circ})$  [Aristégui et Baste (1997b)].

Le tableau 2.5 présente les résultats de simulation pour un matériau de symétrie monoclinique. Les valeurs de simulation choisies correspondent à une rotation de  $30^\circ$  autour de la normale  $x_1$  du tenseur de rigidité du matériau de symétrie orthotrope du tableau 2.4. On obtient alors un tenseur à treize composantes non-nulles. Les valeurs des nouvelles composantes non nulles sont très faibles. Leur influence sur la fonctionnelle à minimiser est moins importante et leurs valeurs sont donc d'autant plus difficiles à identifier.

L'algorithme génétique donne de bons résultats pour l'ensemble des composantes diagonales. Les composantes  $C_{12}$  et  $C_{13}$  sont également correctement identifiées. Les erreurs sur les autres composantes sont plus importantes mais, à l'exception de la composantes  $C_{23}$ , les valeurs des composantes de simulation sont comprises dans les intervalles définis par les intervalles de confiance.

En résumé, l'utilisation d'un algorithme génétique lors de l'identification du tenseur de rigidité de matériau de symétrie quadratique, orthotrope et monoclinique est validée. De plus, le critère choisi pour définir les intervalles de confiance associés à chaque rigidité semble satisfaisant.

### 2.3.2 Sensibilité au choix des contraintes

Une minimisation de la fonctionnelle (2.12) par une méthode itérative de type Newton-Raphson nécessite la définition de valeurs d'initialisation. Des valeurs d'initialisation proches des valeurs des composantes du tenseur de rigidité conditionnent leur bonne identification. Lorsque l'on utilise un algorithme génétique, le problème lié au choix des valeurs d'initialisation est remplacé par la définition moins exigeante de contraintes.

On rappelle que pour les composantes diagonales du tenseur de rigidité, les contraintes imposées  $u_{ii}$  et  $v_{ii}$  sont choisies égales  $\pm 30\%$  des valeurs obtenues préalablement par mesure au contact de l'éprouvette (tableau 2.2). Les contraintes sur les composantes hors-diagonales sont dans un premier temps choisies de façon à ce que les mineurs du tenseur de rigidité soient positifs.

On peut imaginer un cas critique où les erreurs sur les mesures au contact entraîneraient une mauvaise définition des contraintes  $u_{ij}$  et  $v_{ij}$ . Les capacités de l'algorithme ont été testées face au cas critique où les valeurs des rigidités de l'éprouvette testée correspondent à une borne de l'intervalle défini par :  $C_{ij}^{éprouvette} \in [C_{ij}^{contact} \pm 30\%]$ . De façon à quantifier l'effet d'une mauvaise définition des contraintes, nous avons utilisé le tenseur de rigidité du matériau de symétrie orthotrope (tableau 2.4). Le bruit et le nombre de points sont les mêmes que pour la simulation précédente, seules les valeurs considérées comme valeurs mesurées au contact changent (tableau 2.6).

Le tableau 2.7 présente les résultats de l'identification du tenseur de rigidité dans le cas critique étudié. On constate que, même pour un nombre important de vitesses longitudinales dans les fichiers de simulation, les erreurs sur l'ensemble du tenseur de rigidité sont plus importantes que pour des contraintes bien définies (tableau 2.4).

	$C_{11}$	$C_{22}$	$C_{33}$	$C_{44}$	$C_{55}$	$C_{66}$
valeurs de simulation	12.9	90	100	35.5	10.2	8.9
contacts erronés	mesuré	128	77	50.7	7.9	12.7
intervalle de contraintes	en immersion	[89.6;166.4]	[53.9;100.1]	[35.5;65.9]	[5.5;10.3]	[8.9;16.5]

TABLEAU 2.6 – Valeurs des rigidités (normées<sup>5</sup>  $\times 100$ ) d'un matériau de symétrie orthotrope et définition d'intervalles de contraintes associés à des mesures au contact erronées.

	$C_{11}$	$C_{22}$	$C_{33}$	$C_{44}$	$C_{55}$	$C_{66}$	$C_{12}$	$C_{13}$	$C_{23}$
valeurs de simulation	12.9	90	100	35.5	10.2	8.9	5.1	6.4	16.1
identification pour un nombre de vitesses longitudinales servant de référence	12.9 (0.1)	104.7 (8)	95.0 (6)	51.7 (4)	10.6 (0.3)	8.4 (0.4)	6.2 (1)	6.1 (1)	29.9 (13)
identification pour un nombre de vitesses longitudinales restreint à la configuration expérimentale	12.9 (0)	114.6 (15)	86.4 (17)	50.4 (6)	10.4 (1)	8.7 (0.1)	7.3 (1)	5.2 (2)	30.3 (13)

TABLEAU 2.7 – Valeurs des rigidités (normées<sup>5</sup>  $\times 100$ ) d'un matériau de symétrie orthotrope identifiées à partir de vitesses simulées dans un **cas critique de définition de contraintes**. Les valeurs entre parenthèses correspondent aux intervalles de confiance associés à chaque rigidité.

Les rigidités  $C_{55}$  et  $C_{66}$  sont peu sensibles aux valeurs des contraintes. La composante  $C_{44}$  est la plus affectée. Rappelons que cette composante ainsi que la composante  $C_{23}$  n'interviennent que dans le plan  $(x_1, x_{\psi=45^\circ})$ . La sensibilité de la fonctionnelle (2.13) à ces rigidités est alors moindre. Néanmoins dans le cas du CMC SiC/SiC tissé 3D, la mesure au contact du  $C_{44}$  sera d'autant plus fiable qu'elle correspond au signal le moins dispersé. On peut ainsi espérer expérimentalement ne jamais être confronté à ce cas de simulation extrême.

### 2.3.3 Comparaison avec une méthode d'optimisation de type Newton-Raphson

Une optimisation de type Newton-Raphson "plan par plan" [Roux *et al.* (1985)] est construite pour chacun des plans d'acquisition à partir du calcul du gradient et de la Hessienne de la fonctionnelle :

$$F(C_{ij}) = \sum_{p=1}^N \{f_p(\Gamma(C, \theta_r^p, \psi), \lambda(\rho, V))\}^2, \quad (2.17)$$

où  $f_p$  représente le développement de la fonctionnelle (2.12) dans un plan d'acquisition particulier pour une mesure  $p$  et  $N$  est le nombre total de mesures dans ce même plan. La minimisation de la fonctionnelle  $F$  dans le plan  $(x_1, x_2)$  donne accès aux composantes  $C_{11}$ ,  $C_{22}$ ,  $C_{66}$  et  $C_{12}$  ; dans le plan  $(x_1, x_3)$  aux composantes  $C_{11}$ ,  $C_{33}$ ,  $C_{55}$  et  $C_{13}$  ; et dans le plan  $(x_1, x_{\psi=45^\circ})$  aux composantes  $C_{44}$  et  $C_{23}$ . Cette méthode est exigeante vis-à-vis de l'initialisation. Pour améliorer la convergence, nous imposons la valeur du  $C_{44}$ .

De façon à comparer, dans le cas particulier des CMC étudiés, les performances de l'algorithme génétique et celles de la méthode itérative de type Newton-Raphson, on considère le tenseur de rigidité du matériau orthotrope de la section précédente (tableau 2.4). Le niveau de bruit et le nombre de points sont identiques à ceux de la simulation précédente. Les valeurs utilisées pour l'initialisation de l'identification "plan par plan" sont les valeurs de simulation.

	$C_{11}$	$C_{22}$	$C_{33}$	$C_{44}$	$C_{55}$	$C_{66}$	$C_{12}$	$C_{13}$	$C_{23}$
valeurs de simulation	12.9	90	100	35.5	10.2	8.9	5.1	6.4	16.1
identification pour un nombre de vitesses longitudinales servant de référence	13.0	78.3	94.2	-	10.0	9.2	4.5	6.0	-14.9
identification pour un nombre de vitesses longitudinales restreint à la configuration expérimentale	12.8	20.1	10.4	-	10.5	6.4	-6.4	-12.7	-3.2

TABLEAU 2.8 – Valeurs des rigidités (normées<sup>5</sup>  $\times 100$ ) d'un matériau de symétrie orthotrope, pour une identification à partir de vitesses simulées et pour une **minimisation de type Newton-Raphson**. Le calcul d'intervalles de confiance choisi n'est pas adapté à cette méthode d'optimisation. La composante  $C_{44}$  n'est pas identifiée.

On remarque une bonne identification du tenseur de rigidité dans la configuration présentée en troisième ligne du tableau 2.8, c'est-à-dire lorsque le nombre de points longitudinaux est suffisamment important. Dans cette configuration, l'optimisation de type Newton-Raphson présente l'intérêt d'être extrêmement rapide ; en seulement quelques itérations dans chacun des plans d'acquisition, les composantes du tenseur de rigidité sont déterminées. Dès que les fichiers de simulation se rapprochent de la configuration expérimentale du CMC SiC/SiC 3D (dernière ligne du tableau), l'intérêt d'utiliser un algorithme génétique apparaît clairement.

## Conclusion

L'intérêt de l'algorithme génétique lors de l'identification ultrasonore du tenseur de rigidité a été montré. Cette méthode d'optimisation peut être appliquée à différentes symétries matérielles. Elle est notamment adaptée à l'étude des CMC de symétrie orthotrope possédant 9 composantes non-nulles et indépendantes. Les CMC SiC/SiC tissé 3D ont la particularité acoustique d'induire un nombre très limité de mesures de vitesses de l'onde quasi-longitudinale du au mélange de modes. Cette caractéristique rend difficile la bonne convergence des algorithmes de type Newton-Raphson. De plus, ces méthodes itératives classiques sont exigeantes vis-à-vis des valeurs d'initialisation. L'un des intérêts de l'algorithme génétique est qu'il remplace la définition de ces valeurs d'initialisation par la définition moins exigeante de contraintes. Le poids attribué aux valeurs au contact est alors moindre. L'étude du choix de la définition des contraintes montre l'importance d'une bonne mesure au contact de la rigidité de cisaillement  $C_{44}$ . Même en présence d'un faible nombre de vitesses longitudinales, la minimisation par algorithme génétique conduit à des valeurs *a priori* convenables et associées à des intervalles de confiance permettant d'appréhender la qualité de l'identification.

La composante non diagonale  $C_{23}$  est la moins bien identifiée. Des mesures au contact sur des éprouvettes découpées à 45° par rapport à l'orientation des fibres conduisent à des valeurs comprises entre 20 et 60 *GPa*. Cet intervalle permet de réduire la contrainte appliquée à la composante  $C_{23}$  lors de l'identification expérimentale du tenseur de rigidité.

## 2.4 Caractérisation expérimentale du CMC SiC/SiC tissé 3D

L'algorithme génétique est appliqué à l'identification du tenseur de rigidité de deux éprouvettes CMC SiC/SiC tissé 3D. C'est l'occasion de quantifier l'influence des choix des paramètres expérimentaux. La qualité de l'identification des composantes du tenseur de rigidité dépend naturellement de la qualité des vitesses mesurées. La mesure des temps de retard et le calcul des vitesses dépendent, quant à eux, de la qualité des signaux transmis au sein de l'éprouvette. Les mesures sont affectées par le mélange de modes et la dispersion. Le choix de la fréquence d'étude est alors crucial. Les valeurs des vitesses et la taille des hétérogénéités des éprouvettes étudiées autorisent à travailler aux fréquences de 1 et 2.25 *MHz*. Le signal ayant une fréquence centrale la plus basse est moins sensible aux phénomènes de dispersion, alors, qu'un signal ayant une fréquence centrale plus élevée permet une meilleure séparation des modes quasi-longitudinal et quasi-transversaux (mélange de modes) (figure 2.6). De plus, le choix du signal de référence utilisé pour calculer les retards affecte les résultats. En effet, la mesure du retard par chronométrie, entre un signal de référence et un signal s'étant propagé dans le matériau, suppose une certaine ressemblance des formes d'onde, autrement dit l'absence ou la faible présence de dispersion et d'atténuation entre les signaux.

### 2.4.1 Étude de la sensibilité au mélange de modes et au choix de la fréquence centrale

Les mesures portent sur deux éprouvettes issues de la même plaque. La comparaison des résultats de leur caractérisation permet à la fois de rendre compte de la dispersion du matériau et de la reproductibilité de la méthode. L'impact du choix de la fréquence centrale des traducteurs (1 ou 2.25 *MHz*) est mise en évidence lors de la caractérisation de la première éprouvette. Les effets du mélange de modes et du choix du signal de référence sont analysés lors de l'étude de la seconde éprouvette. Les deux éprouvettes ont la forme de plaques à faces parallèles de 200×35 *mm*. La première est moins épaisse,  $e = 3.7$  *mm*, et moins dense,  $\rho = 2.23$  *g.cm*<sup>-3</sup>, que la seconde,  $e = 3.8$  *mm* et  $\rho = 2.24$  *g.cm*<sup>-3</sup>. Ces mesures d'épaisseur et de masse

volumique montrent une certaine hétérogénéité du matériau, qui peut notamment provenir d'un gradient de densification de l'éprouvette suivant sa position au sein de la plaque (extrémité ou coeur).

Les mesures au contact réalisées sur les deux éprouvettes sont similaires (tableau 2.9). Lors de l'optimisation, les contraintes imposées sur les composantes du tenseur de rigidité sont donc identiques et n'affectent pas les résultats d'identification.

	$C_{11}$	$C_{22}$	$C_{33}$	$C_{44}$	$C_{55}$	$C_{66}$
première éprouvette	24.6	99.8	108.0	34.8	14.4	14.8
seconde éprouvette	22.4	100.7	106.7	35.6	13.9	14.2

TABLEAU 2.9 – Valeurs des rigidités (normées<sup>6</sup>  $\times 100$ ) obtenues par mesures au contact.

Le tableau 2.10 présente le tenseur de rigidité de la première éprouvette, identifié pour des signaux émis à la fréquence centrale de 1 et de 2.25 MHz. Entre les deux caractérisations, la température est restée constante et l'éprouvette n'a pas été déplacée. Les éventuelles erreurs sur la position des traducteurs par rapport à l'incidence nulle et la valeur de la vitesse de propagation des signaux dans l'eau  $V_0$  sont alors communes aux deux acquisitions. Lors du calcul des retards, le signal s'étant propagé dans l'eau est choisi comme le signal de référence.

La dispersion des signaux ainsi que la séparation entre les différents modes (figures 2.6 et 2.7) dépendent fortement de la fréquence centrale des signaux des traducteurs (section 2.2.1). Malgré cela, on constate une très bonne concordance entre l'identification du tenseur de rigidité par algorithme génétique à ces deux fréquences. Ces résultats montrent la faible sensibilité de cet algorithme au mélange de modes.

	$C_{11}$	$C_{22}$	$C_{33}$	$C_{44}$	$C_{55}$	$C_{66}$	$C_{12}$	$C_{13}$	$C_{23}$
signal émis à la fréquence centrale 1 MHz	22.1 (0.1)	94.0 (19.6)	102.4 (20.4)	34.0 (8.5)	14.2 (0.1)	14.3 (0.1)	5.4 (2.5)	5.4 (2.3)	24.9 (25.8)
signal émis à la fréquence centrale 2.25 MHz	20.9 (0.1)	96.2 (25.4)	124.1 (16.0)	34.9 (8.8)	13.9 (0.1)	13.6 (0.1)	3.8 (2.9)	3.7 (1.4)	25.9 (31.2)

TABLEAU 2.10 – Valeurs des rigidités (normées<sup>6</sup>  $\times 100$ ) de la première éprouvette identifiées à des fréquences d'étude de 1 et 2.25 MHz. Le signal de référence correspond à un signal s'étant propagé dans l'eau à la vitesse  $V_0$ . Les valeurs entre parenthèses correspondent aux intervalles de confiance associés à chaque rigidité.

Les différences les plus significatives portent sur les composantes  $C_{22}$  et  $C_{33}$ . Ces rigidités, particulièrement dépendantes du mode quasi-longitudinal, sont affectées d'intervalles de confiance importants. Ceci est dû au faible nombre de mesures de vitesses longitudinales ainsi qu'à leur "forte attirance" vers les vitesses transversales (mélange de modes). Une des solutions proposées pour réduire ce phénomène, est de ne plus considérer le signal de référence comme le signal s'étant propagé dans l'eau mais, comme celui ayant traversé le matériau à incidence nulle (figure 2.6). La similitude entre les signaux à comparer étant plus forte, l'effet du mélange de modes sur des mesures de vitesses longitudinales diminue et le nombre de mesures de vitesses longitudinales augmente.

La figure 2.12 montre la superposition des vitesses obtenues à partir des deux signaux de référence. Les mesures correspondent aux vitesses des ondes quasi-longitudinale  $QL$  et quasi-transversales  $QT$ . Pour les vitesses mesurées avec la référence dans l'eau ("o"), la zone de transition entre les deux modes comporte les

6. Par rapport à la moyenne expérimentale de la composante  $C_{33}$  (tableau 5.7)

mesures de vitesses affectées par la présence de mélange de modes. Lors de l'identification du tenseur de rigidité, ces points de mélange sont retirés des fichiers de vitesses après une étude attentive des signaux et de leurs amplitudes. Pour les CMC SiC/SiC tissés 3D, moins de 10 points de mesures de vitesses longitudinales sont conservés. L'information sur ce mode est alors très faible et un algorithme d'optimisation converge difficilement vers des valeurs acceptables des composantes du tenseur de rigidité.

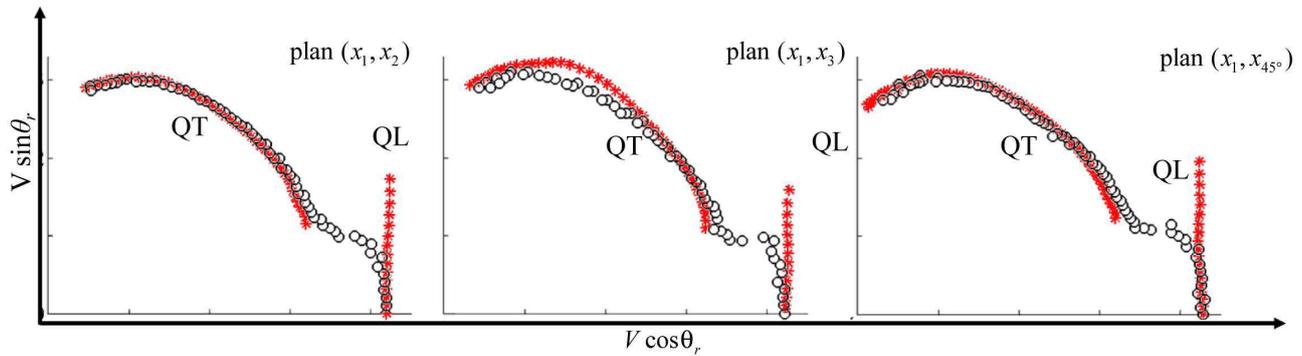


FIGURE 2.12 – Superposition des vitesses déterminées en prenant comme signal de référence, le signal transitant dans l'eau ("o") ou dans l'éprouvette à incidence nulle ("\*")

Le tableau 2.11 présente les résultats de la caractérisation de la seconde éprouvette. Ils montrent l'influence du choix du signal de référence et de celui du mélange de modes. Les rigidités reportées sur les deuxième et troisième lignes ont été identifiées en considérant le signal dans l'eau comme référence (points "o" de la figure 2.12), en présence ou non de mélange de modes. La quatrième ligne du tableau correspond à une identification du tenseur de rigidité réalisée en considérant le signal en incidence nulle comme référence. Cette configuration correspond aux vitesses expérimentales (en étoile "\*") de la figure 2.12.

	$C_{11}$	$C_{22}$	$C_{33}$	$C_{44}$	$C_{55}$	$C_{66}$	$C_{12}$	$C_{13}$	$C_{23}$
signal de référence dans l'eau <b>avec</b> mélange de modes	22.2 (0.1)	118.7 (33.3)	107.5 (23.6)	36.2 (16.4)	14.8 (0.3)	13.0 (0.2)	0.0 (-)	0.4 (1.2)	21.1 (29.2)
signal de référence dans l'eau <b>sans</b> mélange de modes	23.0 (0.4)	111.3 (33.7)	102.5 (24.1)	36.8 (11.9)	15.1 (0.1)	13.9 (0.1)	4.9 (3.9)	4.6 (2.9)	35.2 (28.0)
signal de référence à incidence nulle	23.2 (0.1)	97.4 (9.1)	94.9 (11.8)	34.4 (11.0)	15.2 (0.1)	13.9 (0.1)	3.4 (0.9)	4.4 (1.4)	24.9 (32.4)

TABLEAU 2.11 – Valeurs des rigidités (normées<sup>6</sup>  $\times 100$ ) de la seconde éprouvette, identifiées à la fréquence d'étude de 2.25 MHz, pour des signaux de référence différents. Les valeurs entre parenthèses correspondent aux intervalles de confiance associés à chaque rigidité.

La comparaison des résultats des lignes 2 et 3 permet de quantifier l'influence de la présence de mélange de modes sur l'identification. On peut répartir les résultats selon trois catégories :

- les composantes diagonales  $C_{22}$ ,  $C_{33}$  et  $C_{44}$  sont associées aux intervalles de confiance les plus grands. La confiance que l'on peut attribuer aux valeurs de ces composantes est quasiment identique à celle associée à leur mesure au contact ( $\pm 30\%$ ). Leur identification en immersion perd alors son intérêt.
- Les coefficients de cisaillement  $C_{55}$  et  $C_{66}$  sont déterminés dans les deux cas, avec une très bonne cer-

---

titude. Ils semblent très peu influencés par la présence de mélange de modes. Ceci s'explique par leur forte sensibilité aux vitesses transversales qui sont en grand nombre dans les fichiers expérimentaux.

- Les rigidités hors-diagonales, notamment les  $C_{12}$  et  $C_{13}$  ne sont pas identifiées en présence de points correspondant au mélange de modes. En effet, les valeurs identifiées proches de zéro correspondent à une borne de l'intervalle défini par les contraintes. Pour les fichiers où l'on a retiré les points de mélange, ces composantes sont mieux identifiées bien que les intervalles associés restent importants. Pour l'ensemble des cas étudiés, l'identification de la composante  $C_{23}$  reste délicate.

La comparaison des résultats des lignes 3 et 4 du tableau 2.11, permet de quantifier l'influence du choix du signal pris comme référence. On constate que pour la quatrième ligne, l'ensemble des intervalles de confiance diminue fortement. L'identification associée est donc beaucoup plus fiable. Le choix de la référence en incidence nulle sur les vitesses longitudinales est ainsi validé.

La comparaison des résultats des lignes 3 des tableaux 2.10 et 2.11 permet de quantifier la disparité de l'identification au sein d'une même plaque. Il faut remarquer que le phénomène de mélange de modes était plus important pour la seconde éprouvette. On constate que les intervalles de confiance associés à cette éprouvette sont naturellement plus importants.

Les résultats expérimentaux montrent la faible sensibilité de l'algorithme génétique à la présence de mélange de modes caractéristiques des CMC SiC/SiC tissé 3D. Ainsi le choix de la fréquence centrale entre 1 et 2.25 MHz est plus libre. De plus, l'alternative proposée sur l'utilisation du signal en incidence normale comme référence réduit considérablement les problèmes de dispersion et de mélange de modes, diminuant ainsi le temps consacré au traitement des vitesses expérimentales. Les améliorations apportées en terme de stabilité et de robustesse se font au détriment d'un temps d'identification plus long.

#### 2.4.2 Comparaison avec les valeurs matériau issues d'essais mécaniques

Le tableau 2.12 permet une comparaison suivant les méthodes de caractérisation, des ordres de grandeur des propriétés d'élasticité du CMC SiC/SiC tissé 3D. Les essais de traction et flexion ont été réalisés par C. Dupin au Laboratoire des Composite ThermoStructuraux. Les essais de torsion ont été réalisés par N. Tableau à l'Université de Technologie de Compiègne. Si l'on veut confronter les mesures ultrasonores de rigidités à celles effectuées lors d'essais d'écroutissage, deux précautions doivent être prises :

- l'inversion du tenseur de rigidité (équation 2.3) engendre l'accumulation des erreurs relatives à chaque rigidité. Les intervalles de confiance attribués aux coefficients de poisson sont notamment importants.
- il ne faut pas confondre incertitude des mesures et dispersion matériau. D'un essai à l'autre, les différences peuvent provenir des caractéristiques des éprouvettes issues de plaques différentes, dont les épaisseurs ou modes d'élaboration (température, usinage, temps d'infiltration) peuvent différer.

Le module d'Young  $E_2$  suivant la direction trame et le module d'Young  $E_3$  suivant la direction chaîne sont accessibles par mesure ultrasonore et lors d'essais de traction et flexion. Les moyennes des mesures ultrasonores semblent légèrement plus faibles que celles mesurées lors des tractions et flexions réalisés au Laboratoire des Composite ThermoStructuraux. Par contre, cette différence est comprise dans l'intervalle défini par le maximum et le minimum des mesures ultrasonores et ne permet pas de dire si elle provient de la méthode de mesure utilisée ou de la dispersion matériau. Lors des essais d'écroutissage, les mesures des cisaillements  $G_{12}$ ,  $G_{13}$  et  $G_{23}$  nécessitent l'utilisation de calcul de Résistance Des Matériaux et de plusieurs éprouvettes. La comparaison d'éprouvette à éprouvette n'est alors pas possible. On constate néanmoins une bonne concordance des propriétés d'élasticité mesurées par ces différentes méthodes. Le module d'Young  $E_1$  suivant la direction de l'épaisseur, les coefficients de Poisson  $\nu_{21}$  et  $\nu_{31}$  ne sont pas mesurables par essais de traction, flexion ou torsion.

type d'essai	nombre d'éprouvettes	nombre de plaques différentes	épaisseur (mm)	$E_1$	$E_2$	$E_3$	$G_{12}$	$G_{13}$	$G_{23}$	$\nu_{21}$	$\nu_{31}$	$\nu_{32}$
caractérisation ultrasonore	6	4	3.7	25.6	72.2	81.6	14.3	14.6	31.1	0.1	0.2	0.2
			3.5	18.7	76.9	97.9	11.7	11.7	33.3	0.1	0.1	0.2
			3.9	14.0	78.6	92.0	11.3	10.6	35.1	0.1	0.1	0.1
			4.1	13.1	83.4	91.1	10.2	12.0	36.3	0.1	0.0	0.2
			3.7	25.1	92.0	109.1	15.5	15.9	37.2	0.0	0.0	0.2
			3.8	23.0	102.5	92.0	13.9	15.2	35.6	0.1	0.1	0.1
traction sens 0°	4	1	3.6	-	-	104.3	-	-	-	-	-	0.1
			3.6	-	-	114.1	-	-	-	-	-	0.1
			3.6	-	-	117.1	-	-	-	-	-	-
			3.6	-	-	108.3	-	-	-	-	-	-
traction sens 90°	2	1	3.6	-	95.2	-	-	-	-	-	-	-
			3.6	-	94.3	-	-	-	-	-	-	-
traction sens 45°	1 <sup>a</sup>	1	3.6	-	-	-	-	-	32.4	-	-	0.1
flexion 4 points	4	1	3.5	-	-	104.4	-	-	-	-	-	-
			3.6	-	-	90.9	-	-	-	-	-	-
			3.6	-	-	92.7	-	-	-	-	-	-
			3.6	-	-	98.0	-	-	-	-	-	-
torsion sens 0°	8	3 <sup>b</sup>	4.2-4.4	-	-	-	-	15-17	39-40	-	-	-
torsion sens 90°	4	1 <sup>b</sup>	4.4-4.5	-	-	-	12-14	-	34-35	-	-	-

TABLEAU 2.12 – Propriétés mécaniques (normées<sup>6</sup> × 100) issues de différentes méthodes de caractérisation.

*a.* Calcul RDM nécessitant les modules  $E_2$  et  $E_3$  et le coefficient  $\nu_{32}$  d'autres éprouvettes.

*b.* Nuance de matériau différant par son tissage du SiC/SiC tissé 3D étudié.

## Chapitre 3

# Variation du tenseur de rigidité induite par l'endommagement

*Ce troisième chapitre présente la caractérisation ultrasonore sous charge. Le comportement élastique endommageable "typique" du CMC SiC/SiC tissé 3D est dégagé à partir des résultats de traction monotone. Les phénomènes d'ouverture-fermeture des fissures en cours de charge-décharge sont abordés pour décrire le comportement en traction cyclée.*

### Sommaire

---

<b>3.1 Banc de caractérisation ultrasonore de l'endommagement</b> . . . . .	<b>48</b>
3.1.1 Note sur les déformations à contrainte constante . . . . .	49
<b>3.2 Traction monotone</b> . . . . .	<b>51</b>
3.2.1 Comportement "typique" . . . . .	54
3.2.2 Comportement "atypique" . . . . .	60
3.2.3 Interprétation macroscopique du comportement en traction monotone . . . . .	65
<b>3.3 Traction cyclée</b> . . . . .	<b>69</b>
3.3.1 Comportement en chargement à contrainte croissante . . . . .	72
3.3.2 Comportement en cycle de décharge-recharge . . . . .	75
3.3.3 Interprétation macroscopique du comportement en traction cyclée . . . . .	78

---

La microfissuration est clairement identifiée comme étant responsable de la réponse macroscopique non-linéaire des composites à matrice fragile. La mécanique de l'endommagement continu trouve dans ces composites, un champ d'application privilégié : la fissuration (phénomène microscopique) est traduite au niveau macroscopique par une ou des variables internes au sens de la thermodynamique des processus irréversibles [Maire et Lesne (1998) ; Camus (2000) ; Chaboche et Maire (2002) ; Marcin (2010)].

Les mesures de l'endommagement vont alors être liées aux modifications des propriétés d'élasticité du composite. La généralisation tridimensionnelle de la mesure d'endommagement par variation du module d'Young, conduit naturellement à définir la variation du tenseur d'élasticité comme la variable d'endommagement. Pour un matériau de symétrie orthotrope, ce tenseur possède neuf composante, c'est-à-dire neuf variables. Cette formulation volumique se confronte à des difficultés d'identification : les possibilités métrologiques classiques (jauge, extensomètre, ...) conduisent par défaut, à la réduction de ce nombre de variables internes. On distingue ainsi les choix scalaire [Camus (2000)], vectoriel [Talreja (1985)] ou tensoriel d'ordre 2 [Kachanov (1980) ; Cordebois et Sidoroff (1982) ; Murakami et Imaizumi (1982)] par leur nombre de variables d'endommagement à identifier.

Les méthodes ultrasonores permettent une caractérisation complète du tenseur de rigidité du composite. Cette mesure s'accorde avec le choix le plus général du tenseur d'élasticité comme variable d'endommagement. Les composantes du tenseur de rigidité ont toutes une signification physique et forment un ensemble fini de données.

### 3.1 Banc de caractérisation ultrasonore de l'endommagement

Le dispositif de caractérisation ultrasonore sous charge [Audoin et Baste (1994)] est constitué d'un banc à immersion couplé à une machine de traction. L'échantillon est une lame à faces parallèles placée entre deux transducteurs ultrasonores portés par deux goniomètres induisant deux degrés de liberté [Audoin (1991)].

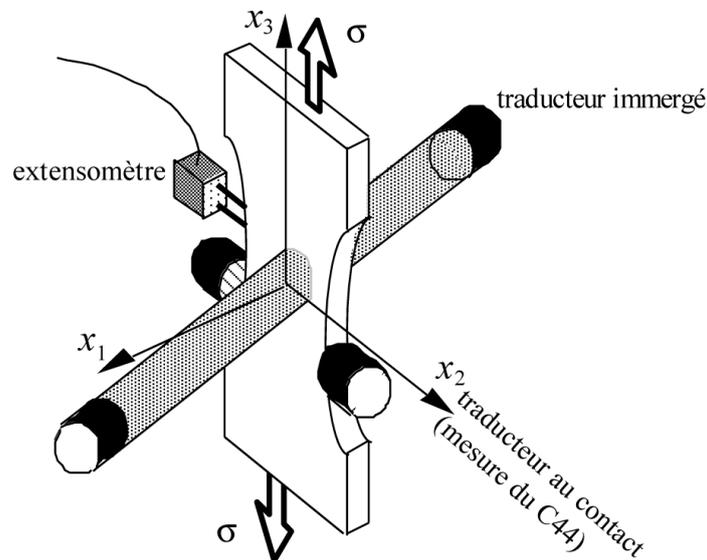


FIGURE 3.1 – Banc de caractérisation ultrasonore sous charge. L'éprouvette est instrumentée de transducteurs immergés portés par deux goniomètres induisant deux degrés de liberté, de transducteurs au contact pour une mesure directe du  $C_{44}$  et d'un extensomètre positionné sur la tranche.

Toutes les directions de l'espace sont alors accessibles expérimentalement, ce qui autorise l'identification de l'ensemble des composantes du tenseur de rigidité et de leur évolution en fonction de la contrainte appliquée. Une paire de traducteurs au contact permet la mesure directe de la rigidité de cisaillement  $C_{44}$  (figure 3.1). La courbe contrainte-déformation au cours de l'essai réalisé à température ambiante est obtenue à l'aide d'un extensomètre placé sur la tranche de l'éprouvette.

La traverse de la machine de traction est pilotée en contrainte par paliers tous les 20 MPa nécessaires à la caractérisation ultrasonore. Les acquisitions sont effectuées pour un état de chargement constant, la contrainte étant alors maintenue une vingtaine de minutes. À chaque palier, les vitesses des ondes de volume sont acquises pour différentes directions dans l'ensemble des trois plans accessibles de l'éprouvette ( $x_1, x_2$ ), ( $x_1, x_3$ ) et ( $x_1, x_{45^\circ}$ ). La direction  $x_1$  est colinéaire à l'épaisseur de l'éprouvette caractérisée et la direction  $x_3$  est la direction de sollicitation de traction (figure 3.1).

### 3.1.1 Note sur les déformations à contrainte constante

La figure 3.2 est représentative des courbes contrainte-déformation de CMC SiC/SiC tissé 3D lors d'essais de traction avec paliers. En (a), l'éprouvette est à l'air libre et n'a pas d'autre instrumentation que deux extensomètres, en (b) l'éprouvette est immergée dans de l'eau et les paliers de maintien de contrainte autorisent la caractérisation ultrasonore. Pendant ces paliers à contrainte constante, la déformation totale augmente avec une amplitude dépendant de la valeur de la contrainte imposée au palier. Quatre comportements différents, correspondants aux quatre zones d'endommagement typiques du CMC SiC/SiC tissé 3D, sont observés (figure 3.2 (b)).

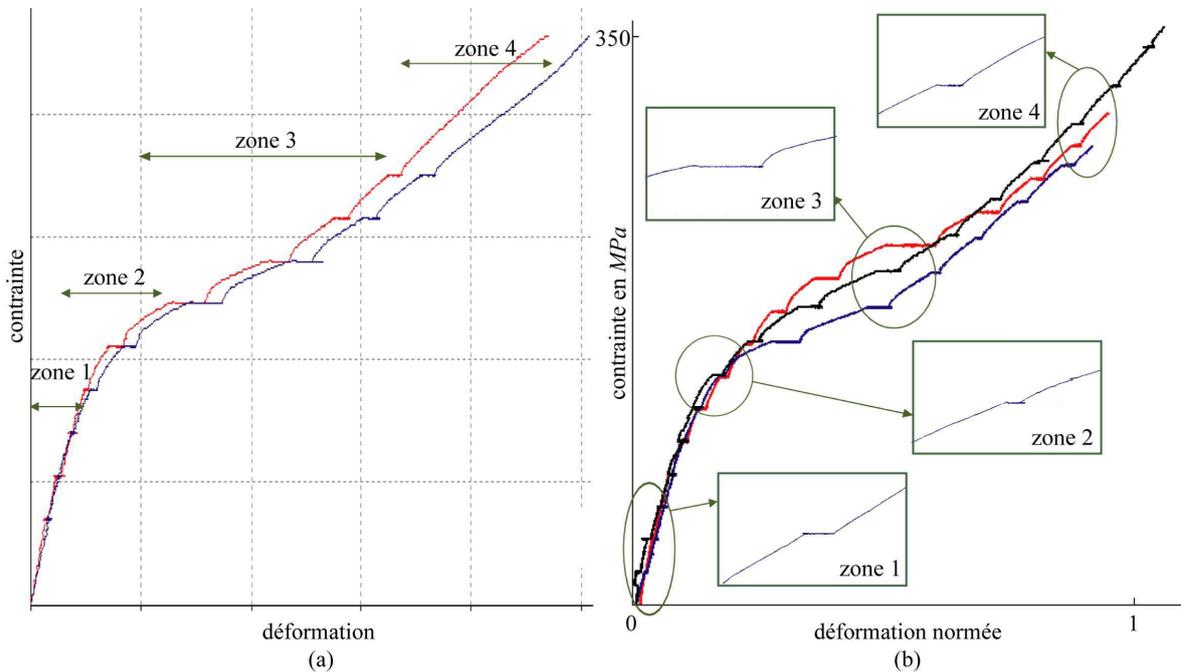


FIGURE 3.2 – Courbe contrainte-déformation (a) sans unité d'une éprouvette en traction avec paliers, réalisée par Herakles (groupe SAFRAN) et (b) normée<sup>1</sup> d'éprouvettes en traction avec paliers, caractérisées par méthode ultrasonore par incrément de contrainte de 20 MPa. Localisation des quatre paliers analysés aux figures 3.3 et 3.4 et situés dans les quatre zones d'endommagement typiques du comportement du SiC/SiC tissé 3D.

1. Par rapport à la déformation à rupture de la courbe de la figure 1.9.

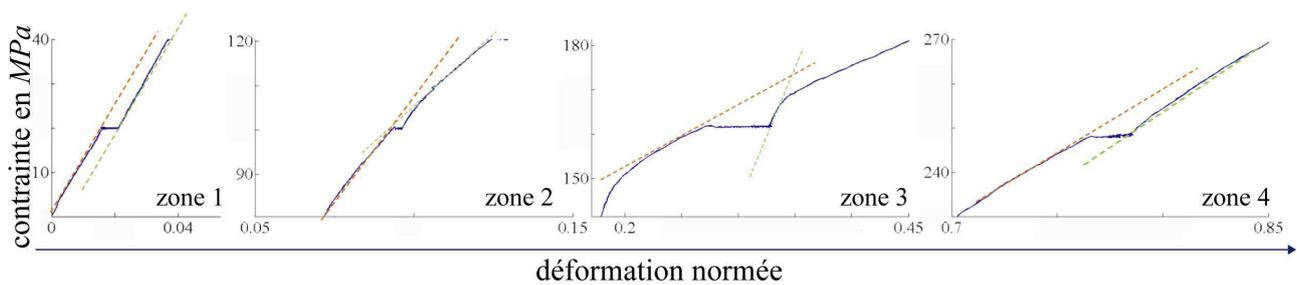


FIGURE 3.3 – Pentes de la courbe contrainte-déformation normée<sup>1</sup> enregistrées pendant l'accroissement de la contrainte appliquée avant et après chaque palier d'acquisition ultrasonore à contrainte constante : dans la zone 1 quasi-linéaire, la zone 2 relative au "coude", la zone 3 correspondant au "plateau" et pour le palier avant rupture.

La figure 3.3 compare les pentes de la courbe contrainte-déformation pendant l'accroissement de la contrainte appliquée avant et après les paliers d'auscultation ultrasonore à contrainte constante. Quatre paliers ont été sélectionnés, chacun étant représentatif d'une des quatre zones d'endommagement de la courbe contrainte-déformation.

Au cours du premier palier, la déformation augmente faiblement alors que la pente de part et d'autre dudit palier est quasi-identique. Le second type de palier se situe dans la zone du "coude" de la courbe contrainte-déformation. Si la largeur des paliers, c'est-à-dire la déformation à contrainte constante, est du même ordre que dans la zone 1 "quasi-linéaire", la pente après palier diminue nettement.

Le palier situé dans la troisième zone présente une largeur beaucoup plus grande. La pente de la courbe contrainte-déformation après palier est d'abord nettement plus raide que la pente avant ce palier. Puis, la courbe contrainte-déformation reprend une pente proche de celle mesurée au court de l'accroissement de contrainte précédent ce palier. Plus discret, ce phénomène est également observable en zone 2. Ces variations de pente bien particulières rappellent les changements de pente des boucles d'hystérésis des cycles de charge-décharge [Evans *et al.* (1994a)] (chapitre 1).

Enfin en zone 4, la largeur du palier avant rupture diminue. La pente de part et d'autre de ce palier est quasi-identique. Cette quatrième zone correspond à la saturation des mécanismes de fissuration transverse (formation et ouverture) et des décohésions.

Les paliers contrainte-déformation de la figure 3.3 sont superposés à l'évolution de la déformation en fonction du temps (figure 3.4). Quatre zones de comportement sont également distinguées. Dans la zone 1 (quasi-linéaire), la déformation à contrainte constante semble être proportionnelle au temps et ce mécanisme de déformation n'atteint pas un état de saturation à la fin du palier. Par contre, l'évolution parabolique de la déformation en fonction du temps au cours des paliers des zones 2 et 3 montre une certaine saturation de ce mécanisme de déformation pour un état de fissuration donné. Aux accroissements de contrainte suivant ces paliers, la courbe contrainte-déformation reprend la pente mesurée avant palier seulement lorsque de nouvelles fissures apparaissent (figure 3.3, zone 3). La transition, durant laquelle la courbe contrainte-déformation est plus raide, est associée à la saturation de la déformation à contrainte constante. Le raidissement est d'autant plus prononcé que la déformation à contrainte constante est importante.

La zone 4 apparaît comme une superposition du comportement de la déformation à contrainte constante des zones 1 et 3. En début de palier, la déformation augmente rapidement en fonction du temps puis, devient quasiment proportionnelle sans atteindre un état de saturation. Ainsi, comme dans la zone 1, les pentes avant et après palier sont pratiquement identiques.

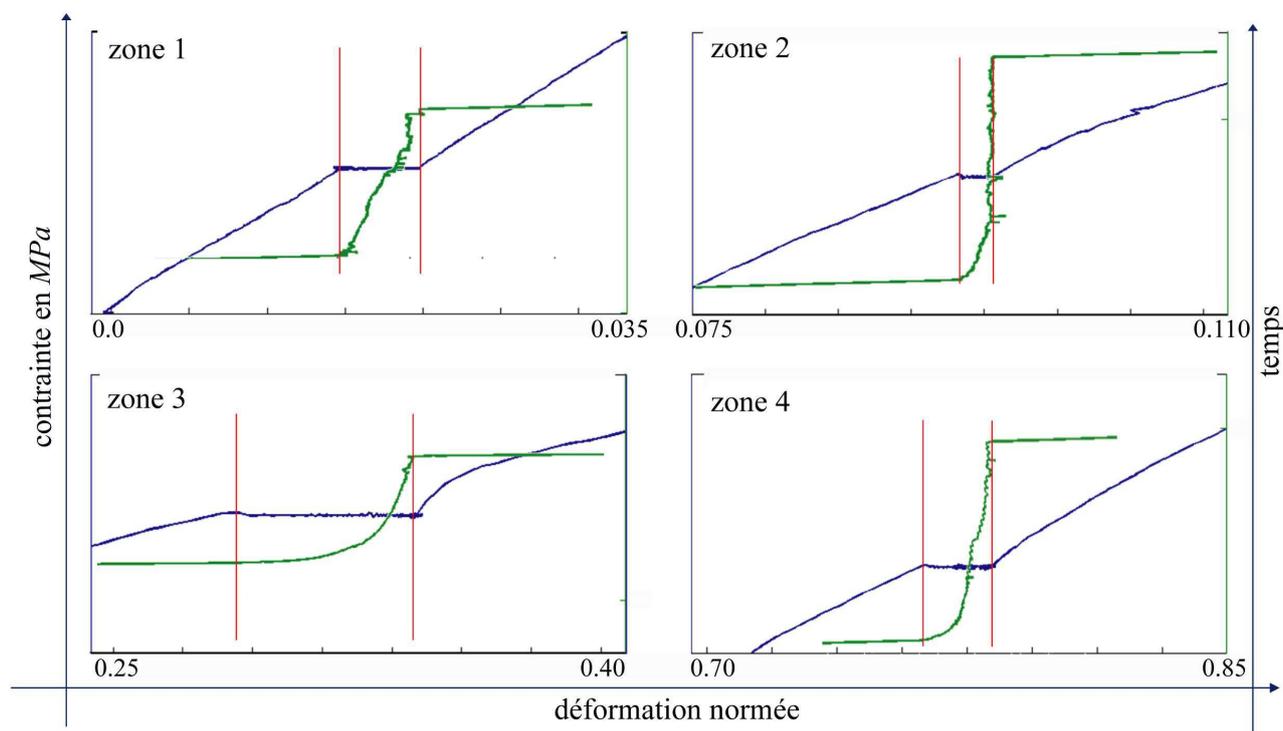


FIGURE 3.4 – Courbe contrainte-déformation normée<sup>1</sup> (bleu) et déformation normée<sup>1</sup> au cours du temps lors des paliers de contrainte constante d'une vingtaine de minutes (courbe verte entre intervalle rouge), dans les quatre zones d'endommagement.

Cette analyse (figures 3.3 et 3.4) montre que les paliers de déformation à contrainte constante sont liés à l'état d'endommagement du CMC. Une hypothèse relie ce mécanisme de déformation à l'ouverture des fissures transverses associées à la présence de décohésions sollicitées en mode II [Baste (1992)]. Il dépend alors fortement des propriétés de l'interface [Morvan et Baste (1998)].

### 3.2 Traction monotone

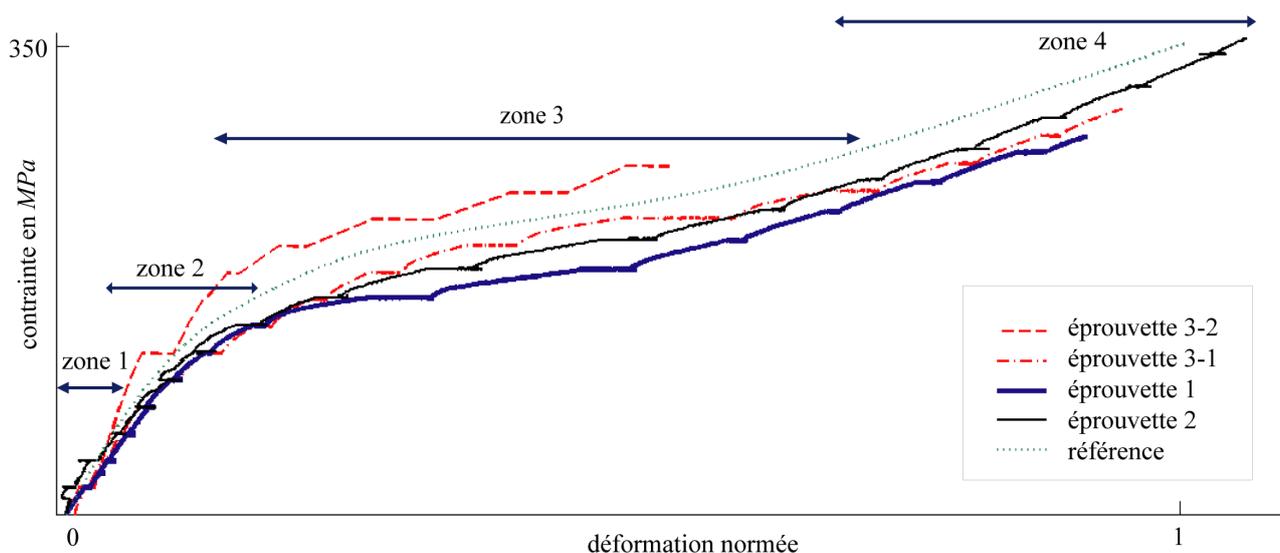
Quatre éprouvettes ont été sollicitées en traction à 0° (sens chaîne). Le tableau 3.1 présente les caractéristiques de chacune d'elle. La contrainte a été appliquée par palier de 20 MPa. À chaque palier, les vitesses de propagation des ondes de volume ont été mesurées suivant trois plans d'acquisition, permettant ainsi la détermination du tenseur de rigidité en fonction de la contrainte appliquée.

La figure 3.5 présente les courbes contrainte-déformation des quatre éprouvettes caractérisées. La courbe contrainte-déformation de la figure 1.9 étudiée au chapitre 1 sert de référence. L'éprouvette 3-2 a rompu prématurément. Pour un même niveau de déformation, cette éprouvette atteint des niveaux de contrainte bien plus élevés. De plus, on observe un important palier de déformation à contrainte constante dès la fin de la zone quasi-linéaire. Les trois autres éprouvettes ont un comportement similaire et "typique" des CMC SiC/SiC tissé 3D pour lequel, on distingue les quatre zones d'endommagement classiques :

- une zone quasi-linéaire,
- une zone en forme de "coude", où la raideur apparente du matériau semble diminuer fortement,
- une zone en forme de "plateau" correspondant à la reprise des efforts par les fils longitudinaux,
- une dernière zone lors de laquelle le matériau se raidit. L'effort est transmis aux fibres.

épreuve (n°)	lot (n°)	plaque (n°)	type	dimensions (mm × mm)	épaisseur (mm)	densité	porosité (%)
1	1	1	haltère	50 × 200	3.7	2.21	12.2
2	1	2	haltère	50 × 200	3.5	2.24	11.4
3-1	2	3	barreau	35 × 200	3.7	2.23	11.9
3-2	2	3	barreau	35 × 200	3.8	2.24	11.9

TABLEAU 3.1 – Éprouvettes sollicitées en traction à 0°.


 FIGURE 3.5 – Courbes contrainte-déformation normée<sup>2</sup> des éprouvettes sollicitées en traction et caractérisées par méthode ultrasonore. L'éprouvette non caractérisée par méthode ultrasonore sert de référence, cet essai s'est déroulé à vitesse de déformation constante sans palier de contrainte.

épreuve (n°)	contrainte à rupture (MPa)	déformation à rupture (normée <sup>2</sup> )	déformation cumulée pendant les paliers (% de la déformation à rupture)	nombre de paliers	module d'Young tangent initial (normé <sup>3</sup> × 100)	module d'Young "ultrasonore" (normé <sup>3</sup> × 100)
1	283	0.9	17	13	71-84	81 (8)
2	331	1.1	20	16	87.5-126.5	97.9 (19)
3-1	302	0.9	37	14	91-113	109 (11)
3-2	260	0.5	39	13	-	92 (6)

TABLEAU 3.2 – Caractéristiques des éprouvettes sollicitées en traction monotone à 0°.

2. Par rapport à la déformation à rupture de l'éprouvette de référence

 3. Par rapport à la moyenne expérimentale de la composante  $C_{33}$  (tableau 5.7)

Le tableau 3.2 résume le comportement en traction des éprouvettes. La présence de déformation à contrainte constante dès les premiers paliers de contrainte, rend difficile la mesure d'un module tangent initial<sup>4</sup>. Ainsi, seule une estimation de celui-ci est proposée : une interpolation linéaire de la courbe contrainte-déformation jusqu'au premier palier et jusqu'au troisième palier permet de définir un intervalle attribué à ce module. Le module d'Young "ultrasonore" est le résultat de l'inversion du tenseur de rigidité identifié par méthode ultrasonore. L'intervalle de confiance associé à ce module (valeur entre parenthèses) est calculé de la même façon que les intervalles de confiance de chacune des neuf composantes du tenseur de rigidité (chapitre 2). Les modules "ultrasonores" sont compris dans les intervalles estimés des modules d'Young tangents initiaux.

Pour chaque éprouvette, la forme des courbes de vitesses dans les différents plans d'acquisition est étudiée. Puis, les identifications de l'ensemble des tenseurs de rigidité au cours de la sollicitation sont présentées. Ces résultats sont interprétés en utilisant les approximations par méthode autocohérente de fissure "plane" de Laws [Laws (1985) ; Laws *et al.* (1983)]. On peut alors traduire l'effet d'une fissure sur le tenseur de rigidité (figure 3.6). Une fissure perpendiculaire à la direction  $x_3$  induit une perte de rigidité de cinq composantes :

$$C_{33}, C_{44}, C_{55}, C_{13} \text{ et } C_{23}.$$

Une fissure perpendiculaire à la direction  $x_2$  affecte cinq composantes :

$$C_{22}, C_{44}, C_{66}, C_{12} \text{ et } C_{23},$$

tandis qu'une fissure perpendiculaire à la direction  $x_1$  influe sur les composantes :

$$C_{11}, C_{55}, C_{66}, C_{12} \text{ et } C_{13}.$$

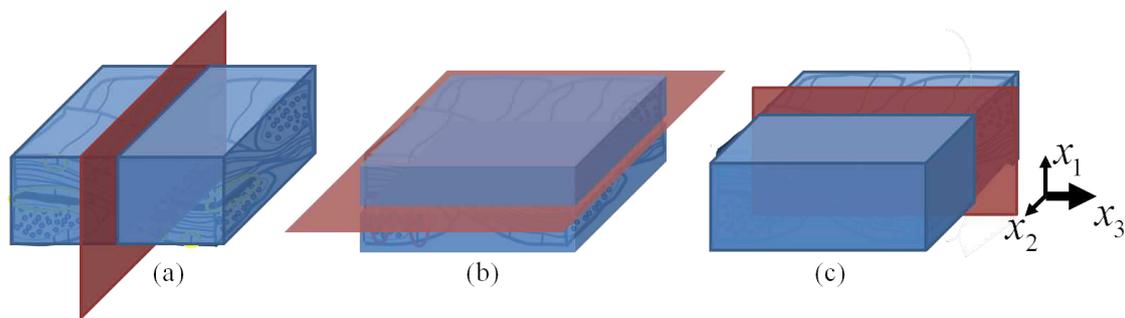


FIGURE 3.6 – Trois réseaux de fissuration perpendiculaires aux directions principales de l'éprouvette ( $x_1$ ,  $x_2$  et  $x_3$ ) : (a) fissure normale à l'axe de sollicitation, (b) et (c) fissures parallèles à l'axe de la sollicitation.

Pour une éprouvette sollicitée en traction sens  $0^\circ$  (sens chaîne), les fissures perpendiculaires à la direction  $x_3$  sont des fissures transverses, c'est-à-dire perpendiculaires au chargement. Les fissures perpendiculaires aux directions  $x_1$  et  $x_2$  sont des décohésions (ou fissures longitudinales parallèles à la sollicitation). Une fissure transverse s'accompagne toujours d'une décohésion dont l'on ne connaît *a priori* pas l'orientation  $x_1$  ou  $x_2$ . Chaque rigidité a une signification physique qui lui est propre (figure 3.7). Par exemple, la composante  $C_{12}$  correspond à une contrainte suivant la direction  $x_1$  provoquée par une déformation suivant la direction  $x_2$ .

4. Ce module est associé à la direction de sollicitation  $x_3$ .

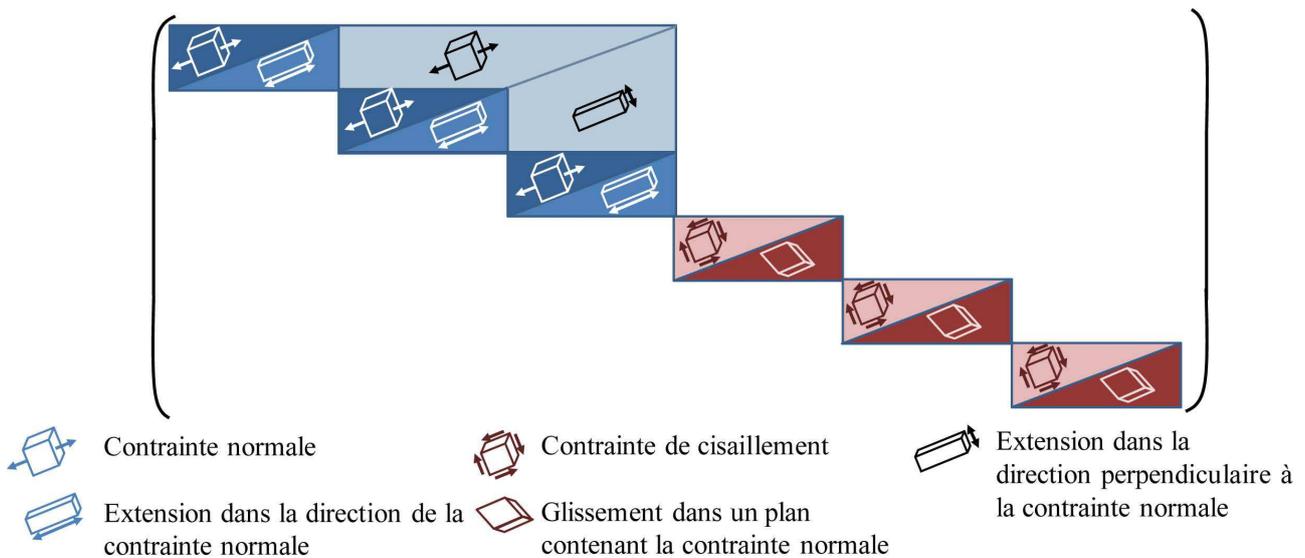


FIGURE 3.7 – Signification physique des composantes du tenseur de rigidité pour un matériau de symétrie orthotrope [Pouyet et Bacon (2000)].

### 3.2.1 Comportement "typique"

Les éprouvettes 1 et 2 (tableau 3.1) sont issues de deux plaques d'un même lot. Elles ont eu un comportement similaire et "typique" du CMC SiC/SiC tissé 3D (figure 3.5).

#### Éprouvette 1

À chaque palier de charge, les vitesses de propagation des ondes de volume sont mesurées. Leur tracé en fonction de l'angle réfracté, permet d'appréhender la sensibilité des ondes ultrasonores à l'endommagement du CMC SiC/SiC tissé 3D. Sur la figure 3.8, les vitesses correspondent à des niveaux de contraintes caractéristiques des quatre zones du comportement en traction du composite : à contrainte nulle, à la limite de la zone quasi-linéaire, en fin du "coude", en fin du "plateau" et au palier juste avant rupture. Suivant la contrainte appliquée, les courbes de vitesses évoluent différemment dans chacun des plans d'acquisition. Ceci traduit l'existence d'un endommagement anisotrope affectant chaque direction de l'espace de façon différente.

Dans l'ensemble des plans d'acquisition, entre l'état initial (cercle rouge) et la fin de la zone quasi-linéaire (croix orange), il y a peu de changement. Puis au passage du "coude" (rond violet), les valeurs et courbures des vitesses ont changé, notamment dans le plan  $(x_1, x_3)$ , confirmant ainsi la prédominance de la fissuration perpendiculaire à la direction  $x_3$  (direction de traction). Entre la sortie du "coude" (rond violet) et la fin du "plateau" (cercle bleu), on observe un saut de vitesse dans l'ensemble des plans d'acquisition confirmant à la fois que des fissures transverses continuent de se créer, et que la longueur totale des décohésions<sup>5</sup> augmente. Puis jusqu'à rupture (étoile bleue claire), les courbes de vitesses ne présentent plus de variation importante, attestant une certaine saturation des mécanismes de fissuration.

5. Pour aboutir à une même longueur de décohésion totale, deux configurations sont envisageables : soit chaque fissure transversale est associée à une certaine longueur de décohésion, entraînant une augmentation de la longueur totale des décohésions avec le nombre de fissures ; soit les longueurs des décohésions préexistantes augmentent.

À partir des observations des vitesses, on ne peut *a priori* pas conclure sur l'orientation privilégiée des décohésions colinéaires à  $x_1$  ou  $x_2$ . L'intersection des vitesses quasi-longitudinales (QL) et l'axe des abscisses correspond à la mesure directe du  $C_{11}$ . Entre le chargement initial et la sortie du "coude" (rond violet), cette rigidité augmente. Ce phénomène traduit une fermeture des porosités ou des fissures déjà existantes à l'état initial [Baste et Bouazzaoui (1996)].

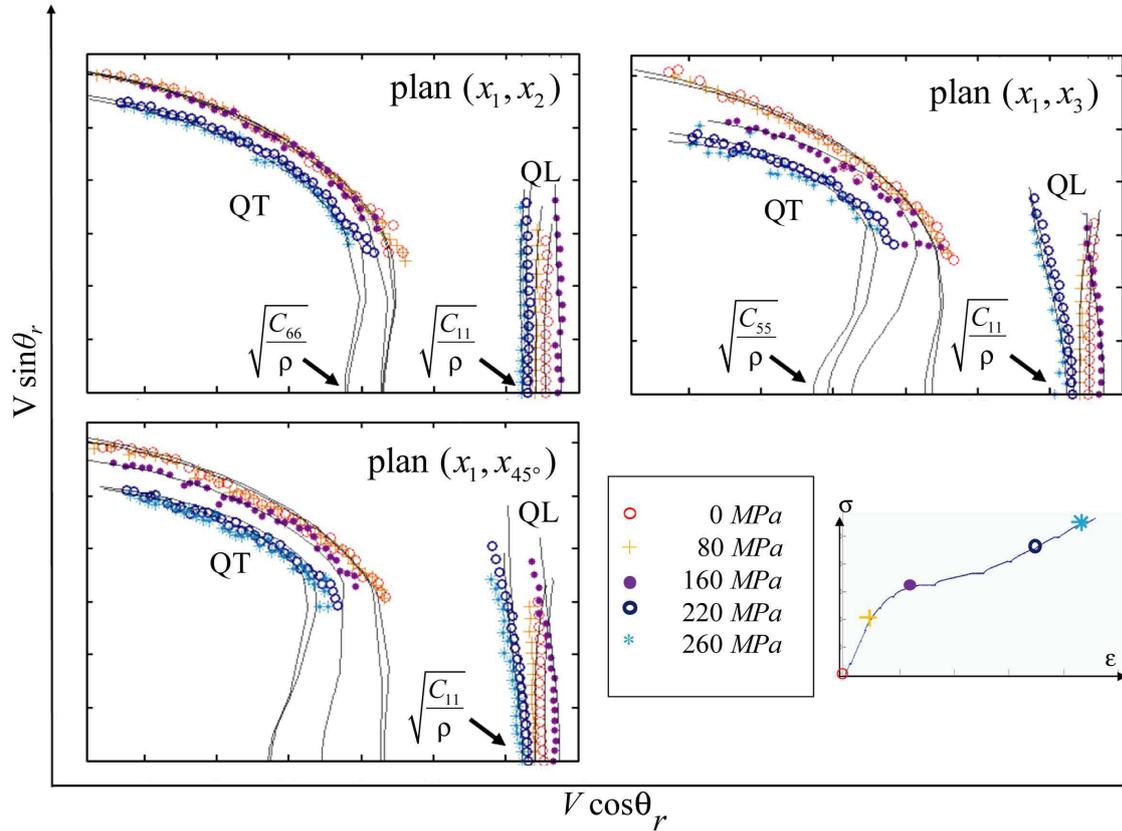


FIGURE 3.8 – Éprouvette 1 : vitesses de propagation en fonction de l'angle réfracté  $\theta_r$  dans les trois plans d'acquisition pour différents états de contrainte. QL : vitesse quasi-longitudinale ; QT : vitesse quasi-transversale.

À partir de la mesure des vitesses de propagation à chaque palier de charge, il est possible d'identifier le tenseur de rigidité. La figure 3.9 montre les variations des composantes de ce tenseur en fonction de la contrainte appliquée suivant la direction  $x_3$ . Le CMC SiC/SiC tissé 3D est de symétrie orthotrope et possède 9 composantes indépendantes et non nulles.

Les rigidités  $C_{11}$ ,  $C_{22}$  et  $C_{33}$  correspondent à une extension suivant la direction normale à la contrainte. La rigidité  $C_{33}$  est la plus dégradée, preuve de l'assouplissement du matériau lié à la création de fissures perpendiculaires à la direction  $x_3$ . Cette direction est également rattachée aux rigidités  $C_{44}$ ,  $C_{55}$ ,  $C_{13}$  et  $C_{23}$ . On constate que les variations des  $C_{33}$ ,  $C_{44}$  et  $C_{55}$  sont quasi-identiques. Les rigidités  $C_{44}$ ,  $C_{55}$  et  $C_{66}$  correspondent à des distorsions des plans de cisaillement. En fin de "coude", la rigidité  $C_{66}$  décroît, indiquant l'apparition d'un nouveau réseau de fissuration, que l'on peut associer à l'augmentation de la longueur totale des décohésions. Cette rigidité fait intervenir les directions  $x_1$  et  $x_2$ . Les microfissurations ne semblent pas affecter la rigidité  $C_{22}$ . Par contre, le  $C_{11}$  diminuant en fin de "coude", ces décohésions sont donc perpendiculaires à la direction  $x_1$ .

Les rigidités hors-diagonales  $C_{12}$ ,  $C_{13}$  et  $C_{23}$  correspondent à une extension dans la direction perpendiculaire à la contrainte appliquée. Ces composantes augmentent avec la contrainte. Au sens de la thermodynamique, cette augmentation est admissible tant que le mineur  $C_{ii}C_{jj} - C_{ij}^2$  (pour  $i$  et  $j = 1, 2$  et  $3$ ) reste positif [Audoin (1991)].

L'interprétation des variations des composantes hors-diagonales nécessite la prise en compte de mécanismes plus complexes que ceux considérés par la méthode autocohérente de fissure "plane" de Laws [Laws (1985) ; Laws *et al.* (1983)]. On rappelle simplement que le réseau de fissuration transverse affecte les variations des rigidités  $C_{13}$  et  $C_{23}$  alors que les décohésions perpendiculaires aux directions  $x_1$  et  $x_2$  affectent respectivement les couples de rigidité  $(C_{12}, C_{13})$  et  $(C_{12}, C_{23})$ .

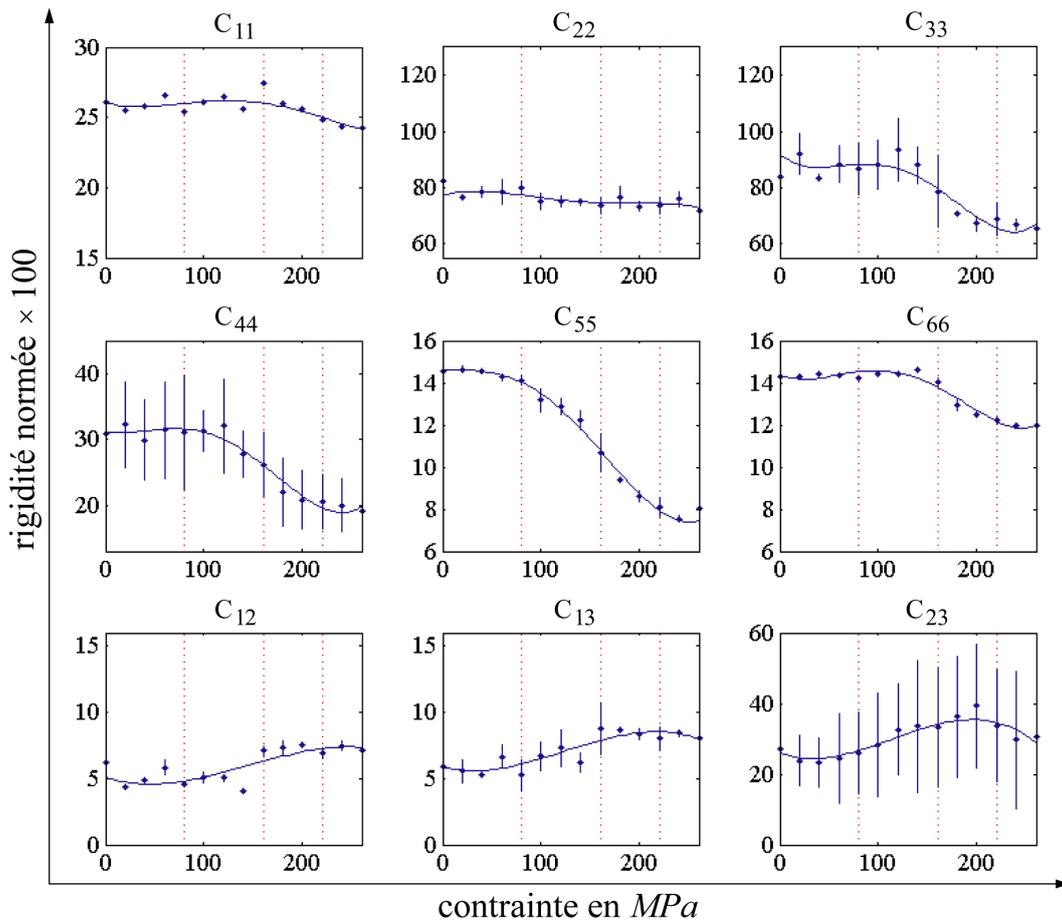


FIGURE 3.9 – Éprouvette 1 : variation des rigidités (normées<sup>3</sup> × 100) en fonction de la contrainte appliquée en *MPa*. Les points noirs sont les valeurs identifiées à chaque palier de contrainte et les lignes verticales noires correspondent aux intervalles de confiance. Les traits pointillés repèrent les quatre zones identifiées sur la courbe contrainte-déformation. Les courbes correspondent à une interpolation polynomiale de l'ensemble des valeurs identifiées.

## Éprouvette 2

Comme pour l'éprouvette précédente, nous avons tracé en fonction de l'angle réfracté, les vitesses mesurées dans les différents plans d'acquisition pour différentes valeurs de contrainte (figure 3.10). Dans l'ensemble des plans d'acquisition, entre l'état initial (cercle rouge) et la fin de la zone quasi-linéaire (croix

orange), il y a peu de changement. À la différence de l'éprouvette précédente, au passage du "coude" (rond violet), les valeurs et courbures des vitesses ont peu changé. Pour les deux éprouvettes, les vitesses sont tracées pour une contrainte de 160 MPa alors que pour cette valeur, l'éprouvette 2 présente un "coude" moins prononcé (figure 3.5) et est moins endommagée. Compte tenu de la dispersion matériau, les éprouvettes ne sont pas immédiatement comparables. Seule une tendance globale peut être soulignée. Pour les paliers suivants, les vitesses de l'éprouvette 2 sont tracées pour des contraintes supérieures à celles choisies pour l'éprouvette 1.

Entre la sortie du "coude" (rond violet) et le début de la reprise des efforts par les fibres (cercle bleu), on observe un saut de vitesse dans l'ensemble des plans attestant d'une microfissuration intense du matériau. Le changement de courbure est le plus prononcé dans le plan  $(x_1, x_3)$ , confirmant la prédominance des fissures perpendiculaires à la direction du chargement  $x_3$ . La diminution des valeurs de vitesses dans le plan  $(x_1, x_2)$  est plus marquée que pour l'éprouvette précédente. Une part provient de l'augmentation de la longueur totale des décohésions perpendiculaires à la direction  $x_1$ . Puis jusqu'à rupture (étoile bleue claire), les courbes de vitesses ne présentent pas de variation importante, attestant à nouveau d'une certaine saturation des mécanismes de fissuration.

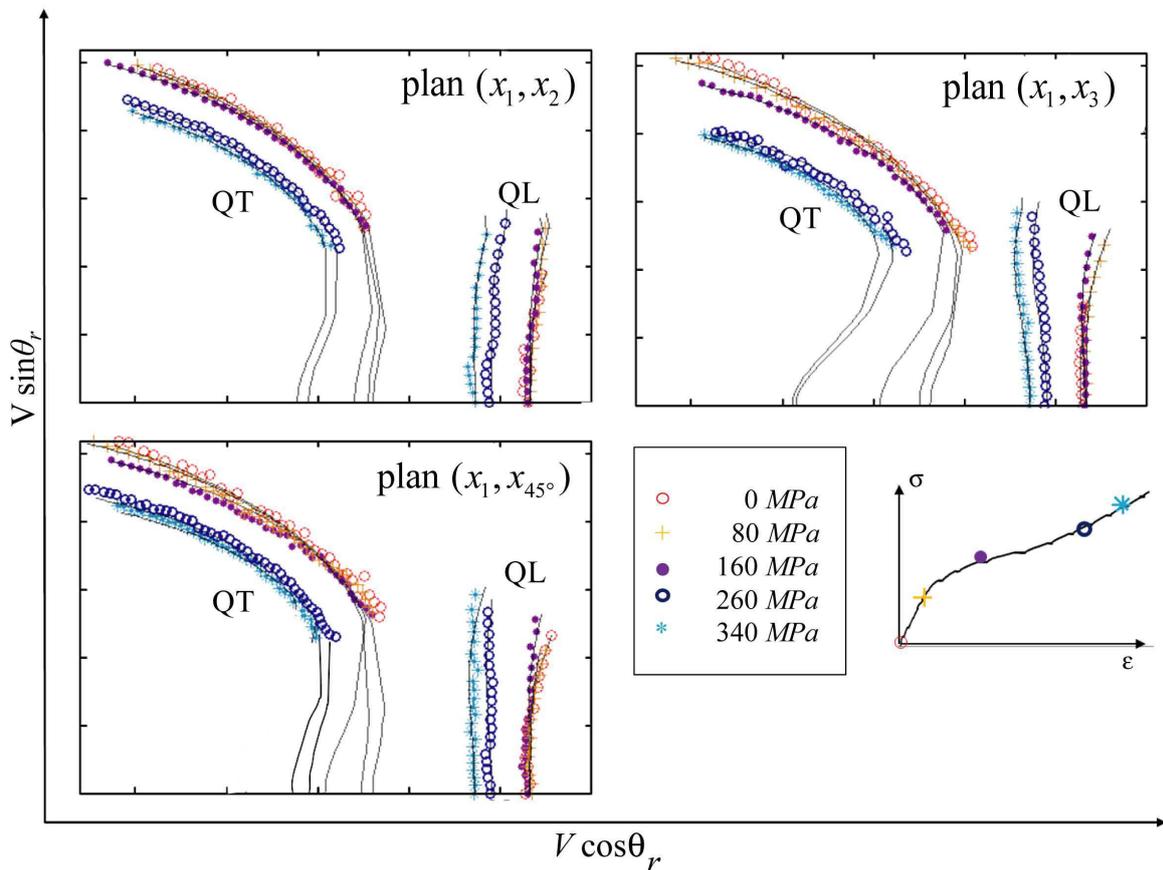


FIGURE 3.10 – Éprouvette 2 : vitesses de propagation en fonction de l'angle réfracté  $\theta_r$  dans les trois plans d'acquisition pour différents états de contrainte. QL : vitesse quasi-longitudinale ; QT : vitesse quasi-transversale.

À partir de la mesure des vitesses de propagation à chaque palier de charge, le tenseur de rigidité est identifié. On remarque que le tenseur de rigidité initial (à contrainte nulle) présente des rigidités  $C_{11}$ ,  $C_{55}$  et  $C_{66}$  plus faibles que celles de l'éprouvette précédente. La figure 3.11 montre les variations des composantes du tenseur de rigidité en fonction de la contrainte appliquée.

De même que pour l'éprouvette précédente, nous analysons les variations des rigidités et leur signification physique (figure 3.7). Parmi les rigidités de la diagonale supérieure, la composante  $C_{33}$  est la plus dégradée, preuve de l'assouplissement du matériau lié à la création de fissures perpendiculaires à la direction  $x_3$ . Cette direction est également rattachée aux rigidités  $C_{44}$ ,  $C_{55}$ ,  $C_{13}$ ,  $C_{23}$ . On constate que les variations des  $C_{33}$ ,  $C_{44}$  et  $C_{55}$  sont quasi-identiques. En comparaison avec l'éprouvette précédente, la rigidité  $C_{66}$  décroît dès la fin de la zone quasi-linéaire, la décroissance s'accélère à la fin du "coude" (après 160 MPa). On rappelle que cette rigidité fait intervenir les directions  $x_1$  et  $x_2$ . Les microfissurations semblent peu affecter la rigidité  $C_{22}$ . Par contre le  $C_{11}$  décroît également après 160 MPa, ce qui peut être rattaché à l'augmentation de la longueur totale des décohésions. Tout comme l'éprouvette précédente, les rigidités hors-diagonales augmentent. Néanmoins, la précision sur la composante  $C_{23}$  ne permet pas de conclure sur ses variations.

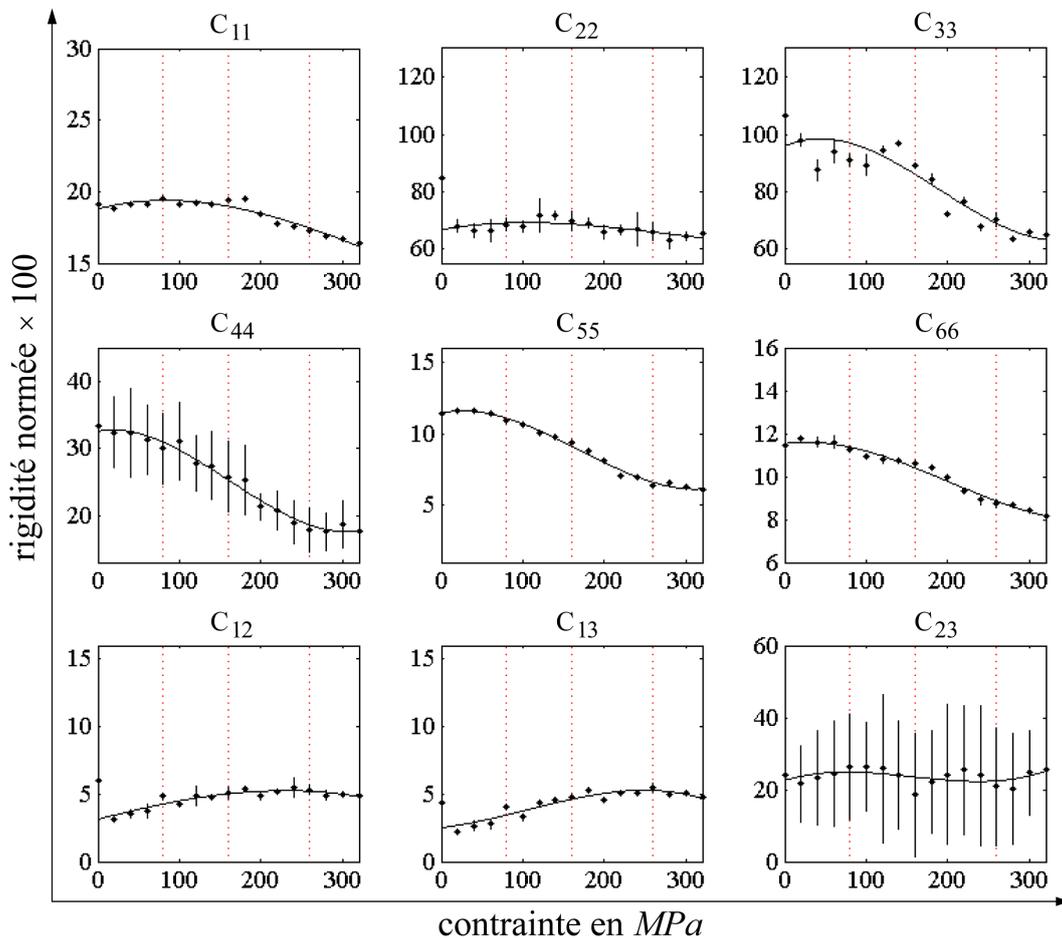


FIGURE 3.11 – Éprouvette 2 : variation des rigidités (normées<sup>3</sup>  $\times 100$ ) en fonction de la contrainte appliquée en MPa. Les points noirs sont les valeurs identifiées à chaque palier de contrainte et les lignes verticales noires correspondent aux intervalles de confiance. Les traits pointillés verticaux repèrent les quatre zones identifiées sur la courbe contrainte-déformation. Les courbes noires correspondent à une interpolation polynomiale de l'ensemble des valeurs identifiées.

## Synthèse des résultats : éprouvettes 1 et 2

Le comportement "typique" du CMC SiC/SiC tissé 3D est caractérisé par deux réseaux de fissuration (figure 3.12) ; l'un perpendiculaire à la direction de sollicitation, l'autre colinéaire à celle-ci et perpendiculaire à la direction  $x_1$ . Un retard est observé entre l'apparition successive de ces deux réseaux, puis leurs croisances se superposent. Les fissures transversales, affectant la rigidité  $C_{33}$ , s'accompagnent de décohésions. La faible variation de la rigidité  $C_{22}$  par rapport à celle  $C_{11}$  montre que ces décohésions sont majoritairement perpendiculaires à la direction  $x_1$ . Les rigidités de cisaillement  $C_{44}$ ,  $C_{55}$  et  $C_{66}$  font intervenir deux directions de l'espace. Compte tenu du grand nombre de mesures de vitesses des modes quasi-transversaux, ces cisaillements sont identifiés avec une excellente confiance et permettent de confirmer les variations mesurées sur les composantes  $C_{11}$  et  $C_{33}$ . En effet, la rigidité  $C_{22}$  étant pratiquement constante, les évolutions du  $C_{44}$  et du  $C_{55}$  sont directement liées à celle du  $C_{33}$ , et la variation du  $C_{66}$  à celle du  $C_{11}$ .

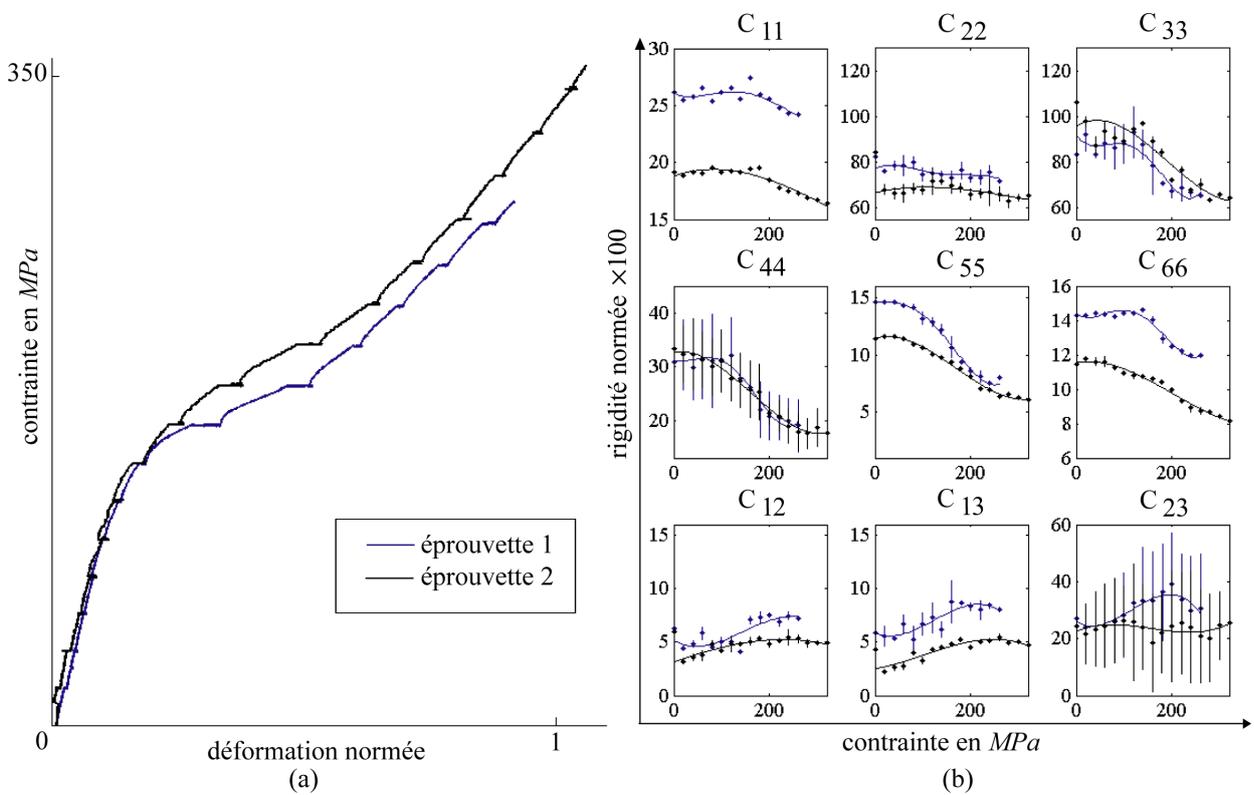


FIGURE 3.12 – Comportement "typique" du composite SiC/SiC tissé 3D : (a) courbes contrainte-déformation normalisée<sup>2</sup> et (b) variations des composantes du tenseur de rigidité (normées<sup>3</sup> × 100) en fonction de la contrainte en MPa.

Les variations des rigidités sont liées aux quatre zones d'endommagement de la courbe contrainte-déformation (figure 3.12) :

- au début du chargement, les composantes du tenseur de rigidité sont constantes. Il y a peu de fissurations transversales (perpendiculaires à la direction  $x_3$ ) et pas de nouvelles décohésions dans la zone quasi-linéaire.
- au niveau du "coude", la décroissance des rigidités  $C_{33}$ ,  $C_{44}$  et  $C_{55}$  s'amorce. Des fissures perpendiculaires au chargement se créent.

- puis, cette décroissance s'accompagne de la chute du  $C_{11}$  et  $C_{66}$ , c'est-à-dire de l'augmentation de la longueur de décohérence totale<sup>6</sup>. Ces décohérences modifient le transfert de charge entre constituants et explique certainement la forme particulière du "plateau" ainsi que l'augmentation des déformations à contrainte constante dans cette zone.
- avant rupture, la décroissance du  $C_{33}$  diminue indiquant la saturation de la fissuration transverse.

Au sein même du comportement "typique" du SiC/SiC tissé 3D, une certaine dispersion matériau est observée. Elle est caractérisée par :

- un seuil d'endommagement apparaissant à des contraintes différentes (figure 3.12 (a)),
- des rigidités initiales différentes, notamment les composantes  $C_{11}$ ,  $C_{55}$  et  $C_{66}$  (figure 3.12 (b)).

Pour comprendre la fissuration du matériau, nous avons utilisé une méthode autocohérente d'approximation de fissure 2D de Laws [Laws (1985) ; Laws *et al.* (1983)]. Naturellement, la géométrie 3D du tissage et la forme ellipsoïdale des fils compliquent la géométrie réelle des fissures. De plus, cette méthode d'interprétation ne permet pas de localiser les fissures au sein du composite. Des études micrographiques sont alors nécessaires et seront présentées au chapitre 4.

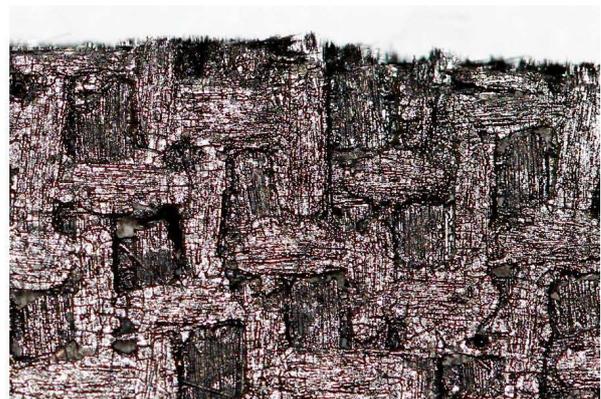
### 3.2.2 Comportement "atypique"

Les éprouvettes 3-1 et 3-2 (tableau 3.1) issues de la même plaque proviennent d'un lot différent de celui des éprouvettes 1 et 2. L'éprouvette 3-2 a rompu prématurément alors que la courbe contrainte-déformation de l'éprouvette 3-1 est similaire à celles des éprouvettes 1 et 2. La comparaison des résultats des éprouvettes 3-1 et 3-2 amène à définir un comportement "atypique" du CMC SiC/SiC tissé 3D.

Pour les deux éprouvettes barre, la rupture est localisée dans les talons au niveau d'un des mors de la machine de traction. Le profil de rupture de l'éprouvette 3-1 est similaire à celui des deux éprouvettes précédentes. On observe des fibres arrachées et une fissure macroscopique s'étendant sur trois à quatre niveaux de fils transversaux sur l'ensemble du faciès de rupture. Sur la moitié de l'éprouvette 3-2, le profil de rupture est plus net, faisant penser à une rupture plus fragile. Sur la moitié restante, le rupture s'étend sur trois à quatre niveaux de fils transversaux (figure 3.13).



(a)



(b)

FIGURE 3.13 – Faciès de rupture (a) de l'éprouvette 3-1 et (b) de l'éprouvette 3-2.

6. Par création de nouvelles fissures transversales, chacune associée à une longueur de décohérence fixe ou par l'augmentation des longueurs des décohérences existantes.

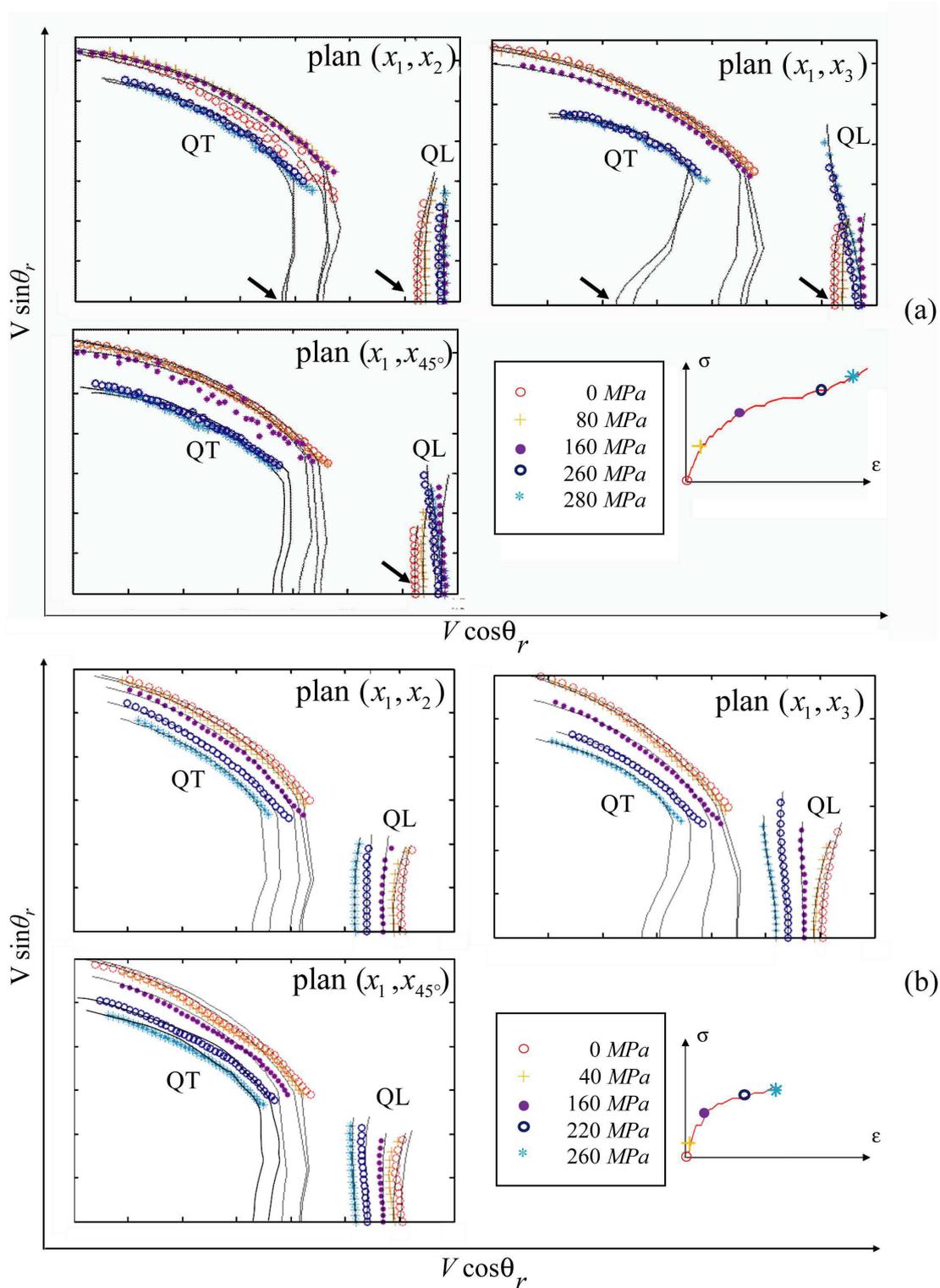


FIGURE 3.14 – Vitesses de propagation en fonction de l'angle réfracté  $\theta_r$  dans les trois plans d'acquisition pour différents états de contrainte. QL : vitesse quasi-longitudinale ; QT : vitesse quasi-transversale. (a) Éprouvette 3-1 et (b) éprouvette 3-2.

**Vitesses : éprouvettes 3-1 et 3-2**

Comme pour les éprouvettes précédentes, les vitesses mesurées sont représentées en fonction de l'angle réfracté dans les différents plans d'acquisition, pour différentes valeurs de contrainte (figure 3.14). Ces courbes permettent d'appréhender la sensibilité des ondes ultrasonores à l'endommagement du matériau et traduisent l'existence d'un endommagement anisotrope affectant chaque direction de l'espace de façon différente.

Pour l'éprouvette 3-1, les vitesses sont tracées pour les mêmes valeurs de contrainte que pour l'éprouvette 2, à l'exception du palier juste avant rupture. Dans l'ensemble des plans d'acquisition et pour l'ensemble des valeurs de contrainte, le comportement de cette éprouvette est quasi-identique à celui des éprouvettes précédentes. Le changement de courbure des vitesses quasi-longitudinales QL et quasi-transversales QT dans le plan  $(x_1, x_3)$ , entre la sortie du "coude" (rond violet) et la reprise des efforts par les fils longitudinaux (cercle bleu), atteste de l'importance de la fissuration perpendiculaire à la direction de traction  $x_3$ .

La courbe de contrainte-déformation de l'éprouvette 3-2 présente un palier pour lequel la déformation à contrainte constante est importante dès 20 MPa. Cette éprouvette a rompu avant la reprise des efforts par les fibres. Le choix du niveau de contraintes associées aux vitesses tracées est donc propre à cette éprouvette. Dans l'ensemble des plans, le comportement des vitesses de l'éprouvette 3-2 n'est pas similaire à celui des autres éprouvettes :

- la différence entre les plans  $(x_1, x_2)$  et  $(x_1, x_3)$  est moins prononcée. Ainsi, la fissuration perpendiculaire à la direction  $x_3$  est moins prépondérante.
- l'endommagement est progressif. On suppose que la présence d'un palier prononcé dès 20 MPa indique une sortie de la zone quasi-linéaire prématurée. De plus, la phase de saturation de l'endommagement accompagnée de la reprise des efforts par les fibres n'a pas été atteinte pour cette éprouvette.

**Tenseur de rigidité : éprouvettes 3-1 et 3-2**

À partir de la mesure des vitesses de propagation à chaque palier de charge, le tenseur de rigidité est identifié. La figure 3.15 montre les variations de ses composantes en fonction de la contrainte appliquée, pour les deux éprouvettes. À contrainte nulle, les tenseurs de rigidité sont quasi-identiques (à l'exception de la rigidité  $C_{13}$ ). Les rigidités  $C_{11}$ ,  $C_{55}$  et  $C_{66}$  sont du même ordre de grandeur que pour celles de l'éprouvette 1. Par contre, les rigidités  $C_{22}$  et  $C_{33}$  sont plus élevées.

L'éprouvette 3-1 a un comportement globalement identique à celui des éprouvettes 1 et 2. Parmi les rigidités de la diagonale supérieure, la composante  $C_{33}$  est la plus dégradée, preuve de l'assouplissement du matériau lié à la création de fissures perpendiculaires à la direction  $x_3$ . Cette décroissance est d'autant plus prononcée lorsque l'on dépasse la fin du "coude" de la courbe contrainte-déformation. La direction  $x_3$  est également rattachée aux rigidités  $C_{44}$ ,  $C_{55}$ ,  $C_{13}$  et  $C_{23}$ . On constate que les variations des  $C_{33}$  et  $C_{55}$  sont quasi-identiques. Néanmoins, le  $C_{33}$  chute de 40 % alors que le  $C_{55}$  diminue de plus de 55 %. Cette différence peut provenir de la présence de fissures suivant la direction perpendiculaire à la direction  $x_1$  (décohésion).

La variation de la composante  $C_{11}$  de l'éprouvette 3-1 est plus difficile à interpréter<sup>7</sup>. Les composantes  $C_{66}$  et  $C_{55}$ , faisant toutes deux intervenir la direction  $x_1$ , aident à la compréhension du comportement de la fissuration perpendiculaire à cette direction. Le nombre important de mesures de vitesses correspondant à l'onde quasi-transversale permet une identification précise de ces deux rigidités de cisaillement. Leur décroissance est prononcée au passage du "coude". Les mécanismes de décohésion sont donc plus importants passé cette zone.

---

7. Les signaux correspondant aux ondes quasi-longitudinales de cette éprouvette étant particulièrement dispersés (chapitre 2).

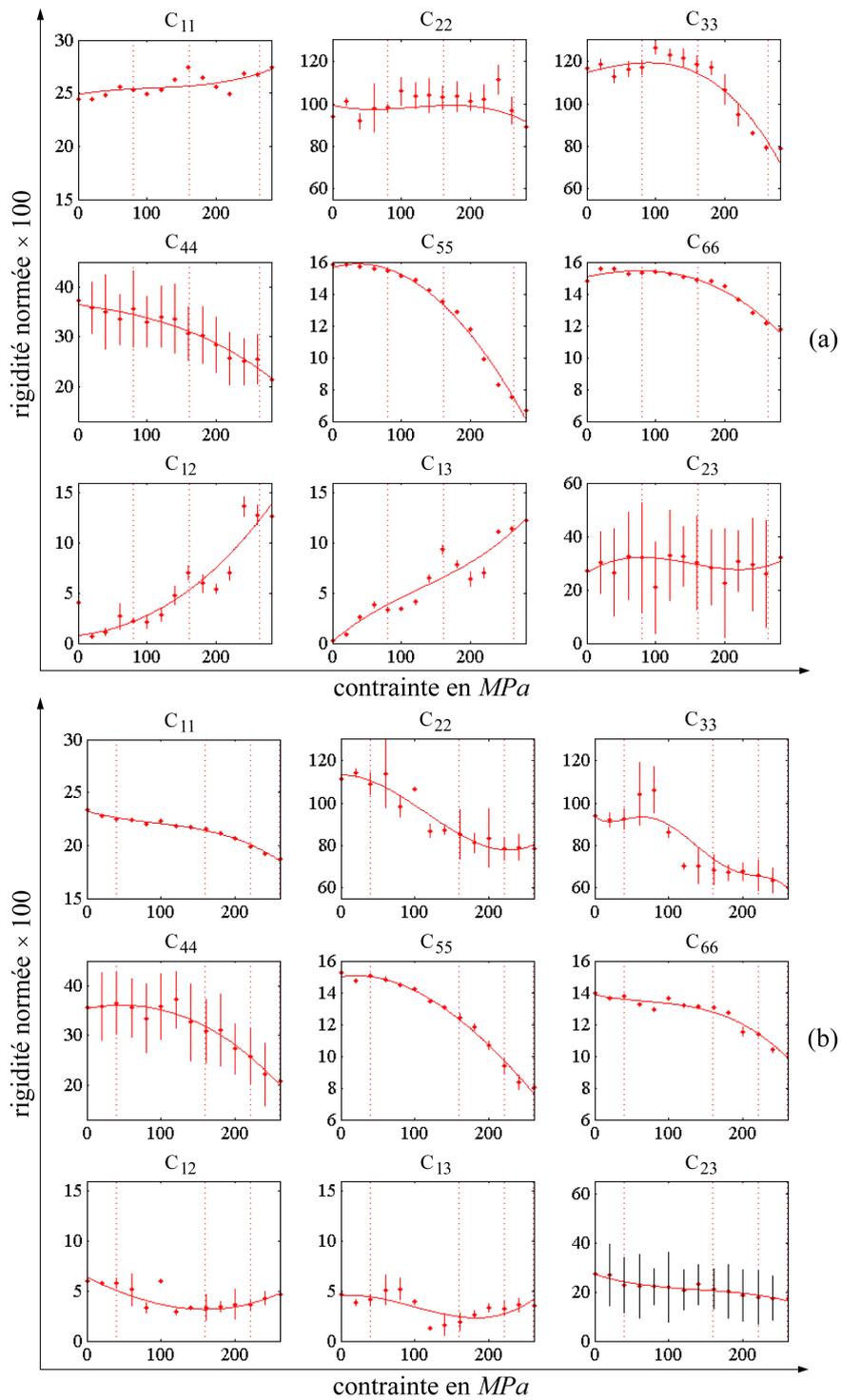


FIGURE 3.15 – Variation des rigidités (normées<sup>3</sup>  $\times 100$ ) en fonction de la contrainte appliquée en MPa. Les lignes verticales noires correspondent aux intervalles de confiance, les traits pointillés verticaux repèrent les quatre zones identifiées sur la courbe contrainte-déformation et les courbes correspondent à une interpolation polynomiale de l'ensemble des valeurs identifiées. (a) Éprouvette 3-1 et (b) éprouvette 3-2.

Les composantes  $C_{12}$  et  $C_{13}$  augmentent de façon plus significatives que pour les deux éprouvettes précédentes. Les décohesions perpendiculaires à la direction  $x_1$  semblent avoir un comportement légèrement différent pour cette éprouvette. Ceci pourrait expliquer le "plateau" moins prononcé de la courbe contrainte-déformation et la part des déformations à contrainte constante plus importante que pour les éprouvettes 1 et 2 (tableau 3.2). La part totale de ces déformations par rapport à la déformation totale est supérieure à 35 % alors qu'elle n'excède pas 20 % pour les deux éprouvettes précédentes. Comme pour les éprouvettes 1 et 2, la fissuration affecte peu la rigidité  $C_{22}$ .

Le comportement "atypique" de l'éprouvette 3-2, mis en évidence par la courbe contrainte-déformation et les courbes de vitesses, se retrouve naturellement sur les variations du tenseur de rigidité (figure 3.15). Les rigidités de la diagonale supérieure  $C_{11}$ ,  $C_{22}$  et  $C_{33}$  diminuent mais cette fois-ci la chute de la composante  $C_{33}$  n'est pas prédominante. Comme pour l'éprouvette 3-1, le  $C_{33}$  décroît de 40 %, indiquant l'assouplissement du matériau lié à la création de fissures perpendiculaires à la direction  $x_3$ . Toutefois, cette décroissance s'accompagne également des chutes de 30 % du  $C_{22}$  et de 18 % du  $C_{11}$ . Les variations des composantes  $C_{22}$  et  $C_{33}$  sont plus prononcées entre la fin de la zone quasi-linéaire et la fin du "coude". La fissuration de cette éprouvette se produit pour des niveaux de contrainte plus faibles que les trois autres éprouvettes. Les incertitudes sur le  $C_{33}$  sont plus importantes et ne permettent pas d'étudier en détail les pentes de décroissance. Cette décroissance précoce se retrouve sur les rigidités de cisaillement. Cette éprouvette est la seule dont les composantes hors-diagonale n'augmentent pas.

**Synthèse des résultats : éprouvettes 3-1 et 3-2**

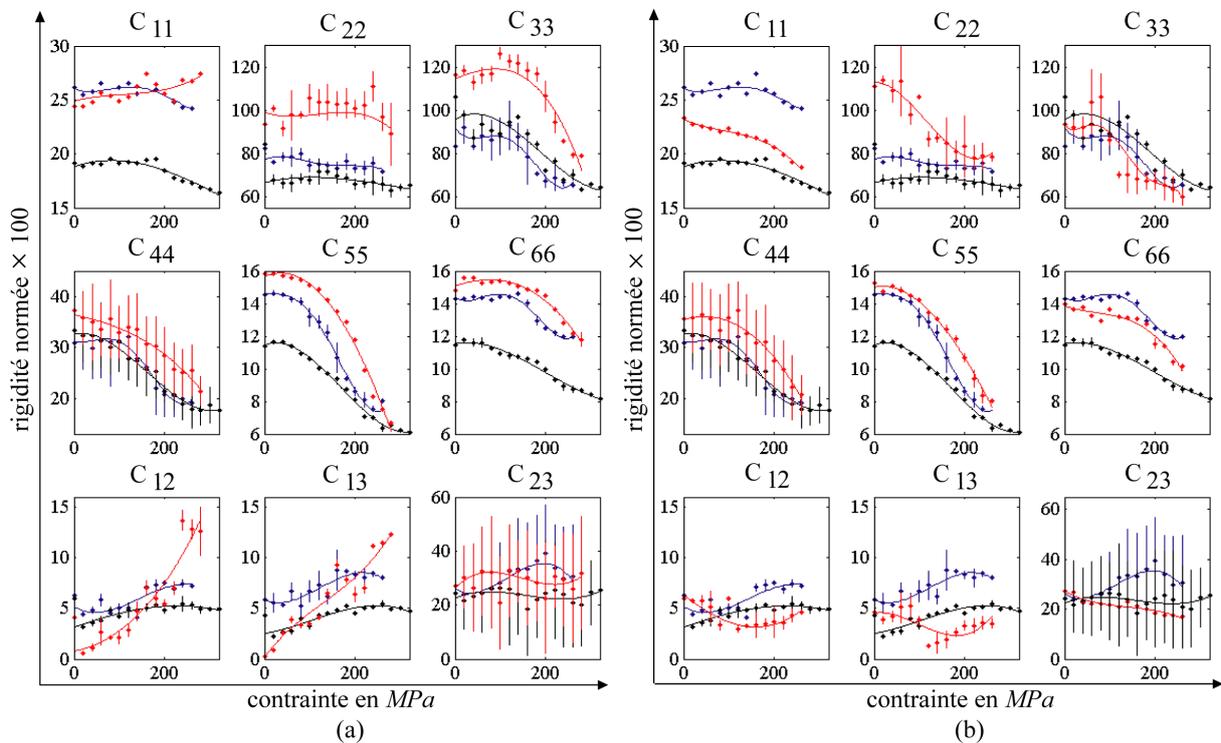


FIGURE 3.16 – Variations des composantes du tenseur de rigidité (normées<sup>3</sup> × 100) en fonction de la contrainte appliquée : (a) comportement "typique", éprouvette 1 (bleu), éprouvette 2 (noir) et éprouvette 3-1 (rouge) et (b) comportement "typique" éprouvette 1 (bleu), éprouvette 2 (noir) et comportement "atypique" éprouvette 3-2 (rouge).

Finalement, l'éprouvette 3-1 a le comportement "typique" du CMC SiC/SiC tissé 3D, notamment caractérisé par une décroissance importante du  $C_{33}$  et la faible variation du  $C_{22}$  (figure 3.16 (a)). Les décohésions perpendiculaires à la direction  $x_2$  sont quasi-inexistantes pour ces trois éprouvettes "typiques". L'interprétation des variations du tenseur de rigidité donne des éléments de compréhension quant aux différences observées au niveau du "plateau" des courbes contrainte-déformation. La dispersion de la réponse contrainte-déformation "typique" du matériau peut s'expliquer par l'écart entre des valeurs des rigidités initiales et un comportement des fissurations de décohésion perpendiculaires à la direction  $x_1$  propre à chaque éprouvette. L'éprouvette 3-2 a un comportement "atypique" (figure 3.16 (b)). Les variations du tenseur de rigidité démontrent que cette rupture prématurée résulte de la croissance d'une fissuration perpendiculaire à la direction  $x_2$  (chute du  $C_{22}$ ) qui semble critique [Baste (2013)].

### 3.2.3 Interprétation macroscopique du comportement en traction monotone

La méthode de caractérisation ultrasonore mesure la partie élastique du comportement endommageable du composite SiC/SiC tissé 3D. Les ondes de volume se propageant dans le matériau créent de très faibles déplacements sollicitant le matériau de façon réversible. Pour de faibles contraintes, les équations constitutives des matériaux élastiques sont représentées par la loi de Hooke généralisée (équation 2.1). La relation réciproque, s'écrit en fonction du tenseur des souplesses  $(S_{ij}) = (C_{ij})^{-1}$  :

$$\varepsilon_i = S_{ij}\sigma_j, \quad (3.1)$$

où  $\sigma_i$  sont les composantes du tenseur des contraintes,  $\varepsilon_j$  les composantes du tenseur des déformations et  $C_{ij}$  sont, en notation réduite, les composantes du tenseur de rigidité du matériau.

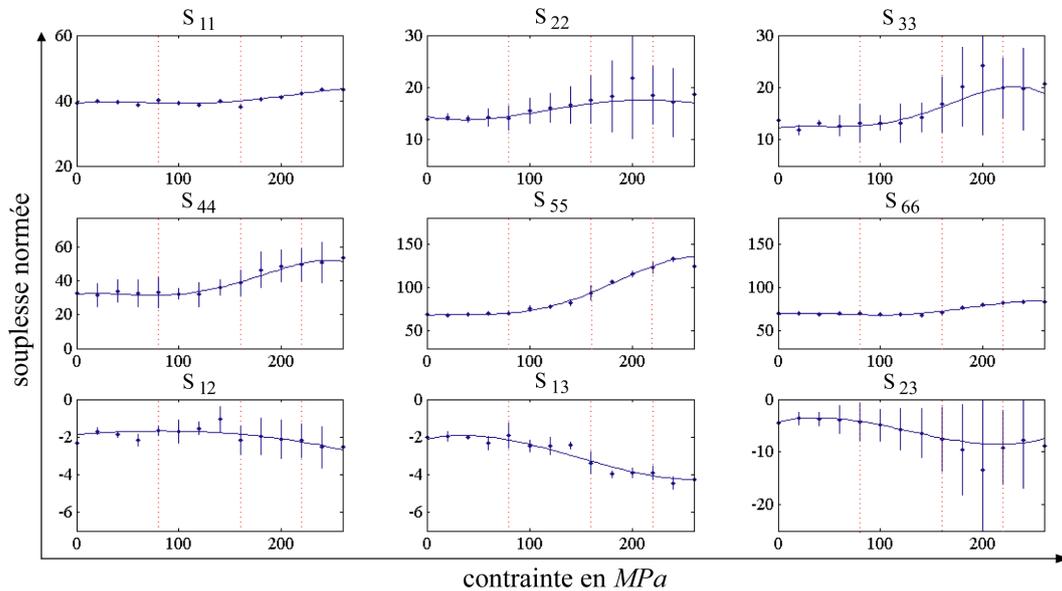


FIGURE 3.17 – Variation des souplesses (normées<sup>8</sup>) de l'éprouvette 1 en fonction de la contrainte appliquée. Les points noirs sont les valeurs identifiées à chaque palier de contrainte et les lignes verticales noires correspondent aux intervalles de confiance. Les traits pointillés verticaux repèrent les quatre zones identifiées sur la courbe contrainte-déformation. Les courbes correspondent à une interpolation polynomiale de l'ensemble des valeurs identifiées.

8. Le tenseur des souplesses est calculé par inversion du tenseur de rigidité normé par la moyenne expérimentale de la composante  $C_{33}$  et multiplié par 100.

La figure 3.17 représente le tenseur des souplesses de l'éprouvette 1, obtenu par inversion du tenseur de rigidité mesuré (figure 3.9). Les intervalles de confiance attribués à chaque souplesse sont calculés d'après la définition d'un intervalle de Student (équation 2.15). Ils sont plus importants du simple fait de l'inversion.

La projection de l'équation (3.1) sur la direction de traction  $x_3$  donne la déformation élastique :

$$\epsilon_3^{élastique} = S_{33}\sigma_3 = \frac{\sigma_3}{E_3}, \tag{3.2}$$

où  $E_3$  est le module d'Young suivant la direction  $x_3$ . La déformation totale mesurée par extensométrie peut alors être partitionnée en cette part purement "élastique endommagée" et une déformation autre, que l'on intitule déformation "anélastique" [Collombet (1985) ; Morvan (1993)] :

$$\epsilon^{totale} = \epsilon^{anélastique} + \epsilon^{élastique}. \tag{3.3}$$

Ces déformations "anélastiques" sont dues à des mécanismes tels que les modifications de distances interatomiques irréversibles des fibres et de la matrice, aux éventuelles transformations de phase ou à des ouvertures de fissures<sup>9</sup> [He *et al.* (1994)]. Les boucles d'hystérésis présentes pendant les essais de chargement cyclé, sont un autre effet "anélastique" de la déformation.

Sur la figure 3.18, les déformations totale mesurée par extensomètre et élastique, sont tracées pour l'éprouvette 1. Les trois éprouvettes présentant le comportement "typique" du composite SiC/SiC tissé 3D, possèdent une déformation élastique calculée similaire. La cinétique de la fissuration transverse est reproductible (variation de la composante  $C_{33}$ , figure 3.16).

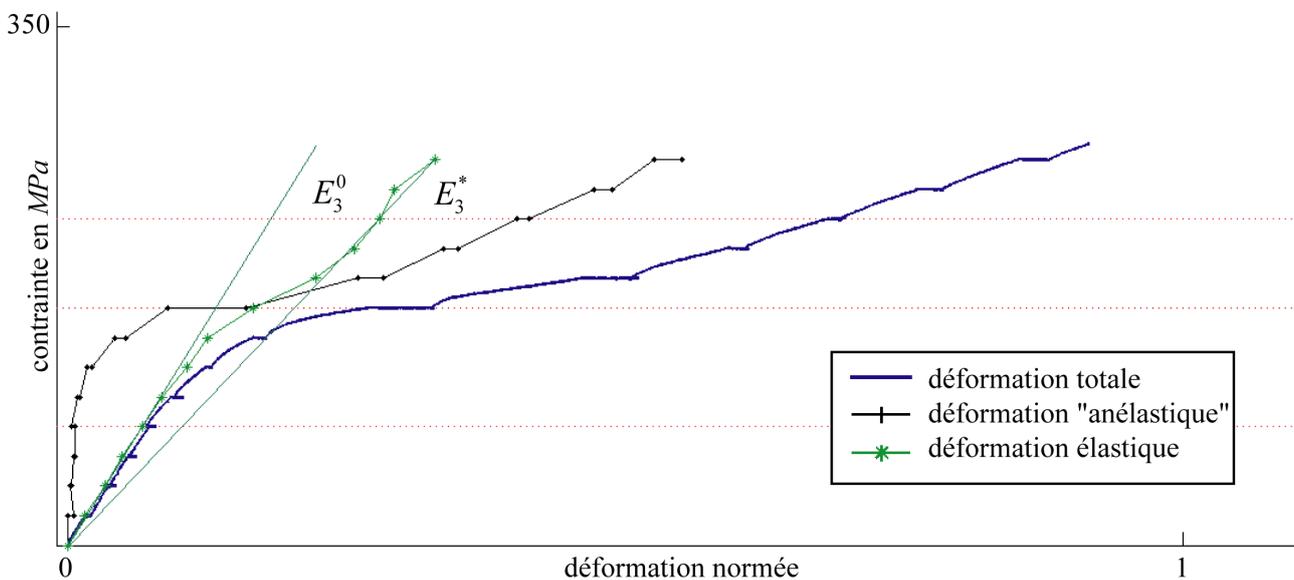


FIGURE 3.18 – Courbes contrainte-déformation normée<sup>2</sup> de l'éprouvette 1 sollicitée en traction et caractérisée par méthode ultrasonore. La déformation "anélastique" ("+") correspond à la différence entre la déformation totale mesurée par extensométrie et la déformation élastique ("\*").  $E_3^0$  est le module d'Young initial et  $E_3^*$  celui avant rupture.

9. Les déformations mesurées pendant les paliers à contrainte constante contribuent à la part "anélastique" de la déformation totale (tableau 3.2).

La soustraction de la déformation élastique à la déformation totale permet d'obtenir la part "anélastique" de la déformation suivant cette direction  $x_3$ . Pendant la phase quasi-linéaire, la déformation élastique est égale à la déformation totale et la déformation "anélastique" est proche de zéro. Au niveau du "coude", la déformation "anélastique" augmente jusqu'à représenter une part plus importante dans la déformation totale que la déformation élastique (figure 3.18). L'évolution de la déformation élastique est non-linéaire et gouvernée par celle de la souplesse  $S_{33}$  (figure 3.17 et équation 3.2). La microfissuration transverse induit donc une décroissance avoisinant 35 % du module d'élasticité initiale  $E_3^0$  jusqu'à sa valeur à rupture  $E_3^*$  [Vagaggini *et al.* (1995)].

Ainsi, la microfissuration se traduit par une déformation "élastique endommagée" ne dépassant pas 40 % de la déformation totale. La déformation à rupture du SiC/SiC tissé 3D ne peut être atteinte sans la contribution de la déformation "anélastique" représentant les 60 % restant. Cette déformation ne peut se comprendre sans prendre en compte le mécanisme d'ouverture des fissures transverses autorisé par la présence de décohésions.

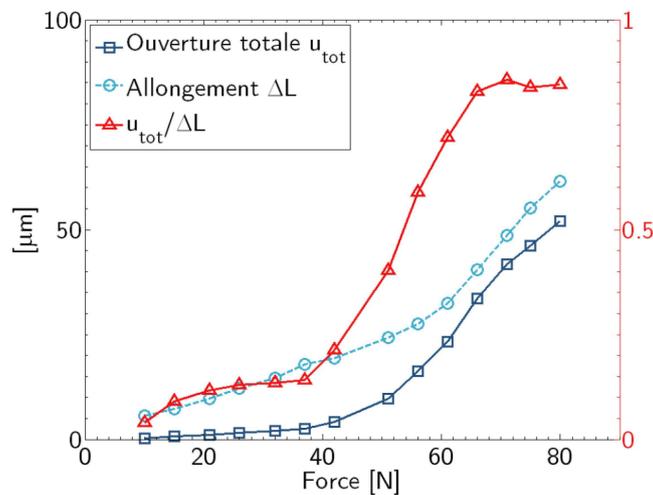


FIGURE 3.19 – Évolution de l'ouverture totale comparée à l'allongement de la zone d'observation [Chateau (2011)].

L'influence de l'ouverture des fissures sur la déformation est illustrée par Chateau (2011). La part due aux ouvertures des fissures sur la déformation totale, est mesurée au cours d'un essai de traction sur minicomposite SiC/SiC (figure 3.19). La saturation est atteinte pour une charge de 66 N, lorsqu'aucune nouvelle fissure ne se crée. Au début du chargement, la somme de toutes les ouvertures ne contribue que très peu (de l'ordre de 10%) à l'allongement de la zone d'observation. Puis à la fin de zone quasi-linéaire de la courbe force-allongement, l'ouverture totale augmente très fortement. Le rapport de l'ouverture totale sur l'allongement, c'est-à-dire la déformation "anélastique", représente environ 80% de la déformation totale à la saturation de la fissuration matricielle. Cette évolution d'ouverture de fissure mesurée est en accord avec les évolutions de déformation "anélastique" calculées sur le CMC SiC/SiC tissé 3D (figure 3.18).

### Déformation transversale "anélastique"

La réponse transverse des composites SiC/SiC sollicités en traction est caractéristique, figure 3.20 (a). La déformation transverse est d'abord négative puis, à mesure que l'endommagement se crée, elle devient positive : l'éprouvette "gonfle". Cet effet bien spécifique peut s'expliquer en considérant une faible ouverture des fissures colinéaires à la sollicitation, c'est-à-dire des décohésions.

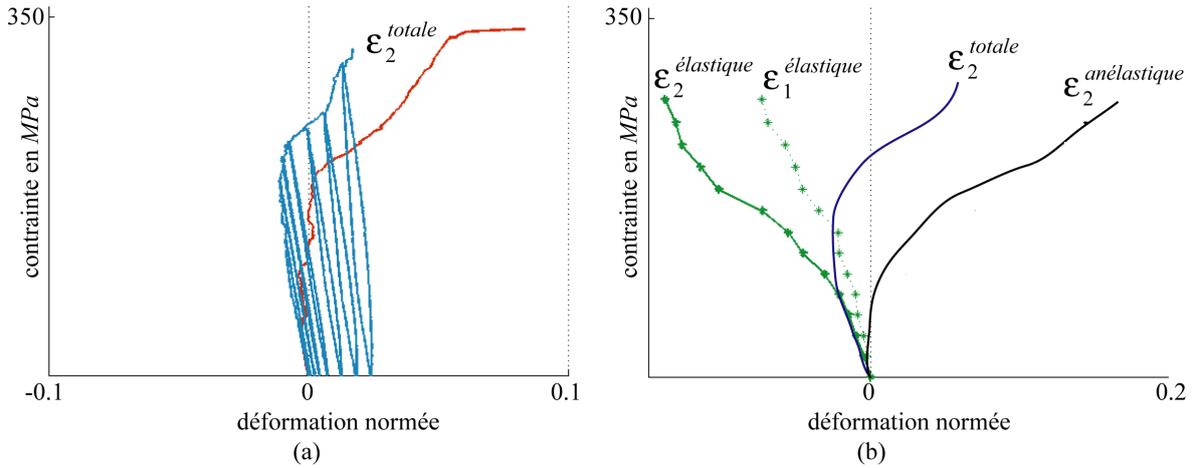


FIGURE 3.20 – Courbes contrainte-déformation transversale normée<sup>2</sup> d'éprouvettes sollicitées en traction. (a) Déformation transversale suivant  $x_2$  mesurée par jauge placée sur la face de deux éprouvettes [Dupin *et al.* (2013)] et (b) déformation élastique calculée suivant les directions  $x_1$  et  $x_2$ , et schématisation du comportement des déformations totale et "anélastique" suivant la direction  $x_2$ .

La projection de l'équation (3.1) sur la direction  $x_2$  (largeur de l'éprouvette) donne la déformation transversale élastique suivant cette direction :

$$\varepsilon_2^{\text{élastique}} = S_{23}\sigma_3 = -\frac{\nu_{32}}{E_3}\sigma_3 = -\frac{\nu_{23}}{E_2}\sigma_3. \quad (3.4)$$

La projection de l'équation (3.1) sur la direction  $x_1$  (épaisseur de l'éprouvette) donne la déformation transversale élastique suivant cette direction :

$$\varepsilon_1^{\text{élastique}} = S_{13}\sigma_3 = -\frac{\nu_{31}}{E_3}\sigma_3 = -\frac{\nu_{13}}{E_1}\sigma_3, \quad (3.5)$$

où  $\nu_{32}$  et  $\nu_{23}$  sont les coefficients de Poisson couplant les directions  $x_2$  et  $x_3$ ,  $\nu_{31}$  et  $\nu_{13}$  sont les coefficients de Poisson couplant les directions  $x_1$  et  $x_3$  et  $E_1$  et  $E_2$  sont les modules d'Young faisant respectivement intervenir les directions  $x_1$  et  $x_2$ .

Les variations des souplesses  $S_{13}$  et  $S_{23}$  sont tracées sur la figure 3.17 pour l'éprouvette 1. Leurs valeurs négatives traduisent la contraction latérale élastique classique de l'éprouvette en traction. La microfissuration "assouplie" le matériau et ses souplesses négatives augmentent en valeur absolue. La non-linéarité des courbes contrainte-déformation élastiques transversales est gouvernée par celle des souplesses  $S_{13}$  et  $S_{23}$ . Les contractions latérales élastiques  $\varepsilon_1^{\text{élastique}}$  et  $\varepsilon_2^{\text{élastique}}$  augmentent avec l'endommagement (courbe verte de la figure 3.20 (b)).

La partition de la déformation totale (équation 3.3) en cette part "élastique endommagée" et une part "anélastique" peut également être effectuée sur les déformations transversales :

$$\varepsilon_1^{\text{totale}} = \varepsilon_1^{\text{anélastique}} + \varepsilon_1^{\text{élastique}} \quad \text{et} \quad \varepsilon_2^{\text{totale}} = \varepsilon_2^{\text{anélastique}} + \varepsilon_2^{\text{élastique}}. \quad (3.6)$$

Les déformations transversales élastiques étant négatives, le "gonflement" des éprouvettes est donc dû à la part "anélastique" des déformations. Ces déformations positives se comprennent en considérant la somme des ouvertures non-négligeables des décohésions perpendiculaires aux directions  $x_1$  ou  $x_2$  [Barret (1999)].

La déformation transversale totale correspond alors à la somme d'une déformation élastique toujours négative et d'une déformation "anélastique" positive. La déformation totale est donc initialement égale à la déformation élastique puis, elle change de signe en fin de coude de la courbe de traction (figure 3.18), lorsque la déformation "anélastique" devient prédominante (figure 3.20 (b)).

Les déformations transverses de l'éprouvette 1 n'ayant pas été mesurées au cours de l'essai de caractérisation ultrasonore, les mesures de jauge de deux éprouvettes différentes [Dupin *et al.* (2013)] sont utilisées pour tracer le "schéma de principe" de l'évolution des déformations transverses totale et "anélastique" suivant la direction  $x_2$ . Les déformations, totale et "anélastique", n'étant pas connues suivant la direction  $x_1$ , elles ne sont pas tracées. On peut imaginer une évolution identique de la déformation transversale suivant l'épaisseur de l'éprouvette [Baste et Gerard (1992)].

À partir des mesures de déformations transverses totales de [Dupin *et al.* (2013)] et du calcul de la déformation élastique suivant  $x_2$  de l'éprouvette 1, une estimation de la déformation transversale "anélastique" donne une valeur inférieure 0.2 %, soit un allongement inférieur à  $2 \mu m$  par  $mm$ . Cette ordre de grandeur correspondrait à des ouvertures de décohésion relativement faibles et, sans doute, physiquement acceptables.

### 3.3 Traction cyclée

Une seule éprouvette a été caractérisée au cours d'un essai de traction cyclée à  $0^\circ$ . Cette éprouvette est issue du même lot que les éprouvettes 3-1 et 3-2 mais provient d'une plaque différente (tableau 3.3).

éprouvette (n°)	lot (n°)	plaque (n°)	type	dimensions ( $mm \times mm$ )	épaisseur ( $mm$ )	densité	porosité (%)
4	2	4	barreau	$35 \times 200$	4.1	2.21	14.1

TABEAU 3.3 – Éprouvette sollicitée en traction cyclée à  $0^\circ$ .

Deux cycles de charge-décharge ont été effectués au cours de l'essai de traction avec paliers à contrainte constante (figures 3.21, 3.22 et tableau 3.4). L'éprouvette a été sollicitée pendant une douzaine d'heures au total :

- la première charge correspond à une contrainte de 0 à  $140 MPa$  par palier de  $20 MPa$ . La déformation totale atteint 12.2 % de la déformation à rupture. Cette première montée en charge est similaire au début des courbes contrainte-déformation des essais de traction monotone.
- la première décharge de  $140$  à  $0 MPa$  passe par un premier palier à  $120 MPa$  suivi de trois paliers par pas de  $40 MPa$ . En fin de décharge, à contrainte nulle, la déformation totale vaut 13.5 % de la déformation à rupture. La résultante de la déformation due à cette décharge vaut 1.3 % de la déformation à rupture : l'augmentation de la déformation à contrainte constante au cours des paliers correspond à 9.6 % de la déformation à rupture et la diminution de la déformation correspond à 8.3 % de la déformation à rupture. Cette décroissance est répartie entre la déformation élastique due à la décharge et la déformation "anélastique" due à la fermeture<sup>10</sup> d'une certaine proportion de fissures transverses créées par la première charge.
- la seconde augmentation de contrainte, de 0 à  $180 MPa$ , a la séquence d'incrément de palier suivante : 20, 40, 40, 40, 20 et  $20 MPa$ . En fin de cette charge à  $180 MPa$ , la déformation totale vaut 51.9 % de la déformation à rupture, dont 38.5 % d'augmentation due à cette montée en charge.

10. La réversibilité de la déformation "anélastique" est liée au caractère unilatéral des fissures actives/passives.

- la seconde décharge s'étend de 180 à 0 MPa avec un premier palier de 120 MPa suivi de trois paliers par pas de 20 MPa. En fin de décharge à contrainte nulle, la déformation totale vaut 32.7 % de la déformation à rupture.
- la dernière augmentation de contrainte, par palier de 20 MPa, permet d'atteindre la rupture de l'éprouvette. La déformation totale augmente de 67.3 % de la déformation à rupture au cours de cette ultime montée en charge.

éprouvette (n°)	contrainte à rupture (MPa)	déformation à rupture (normée <sup>2</sup> )	déformation cumulée pendant les paliers (% de la déformation à rupture)	nombre de paliers	module d'Young tangent initial (normé <sup>3</sup> × 100)	module d'Young "ultrasonore" (normé <sup>3</sup> × 100)
4	306	1.6	51	36	107.0-120.0	83.7 (10)

TABLEAU 3.4 – Caractéristiques de l'éprouvette sollicitée en traction cyclée à 0°.

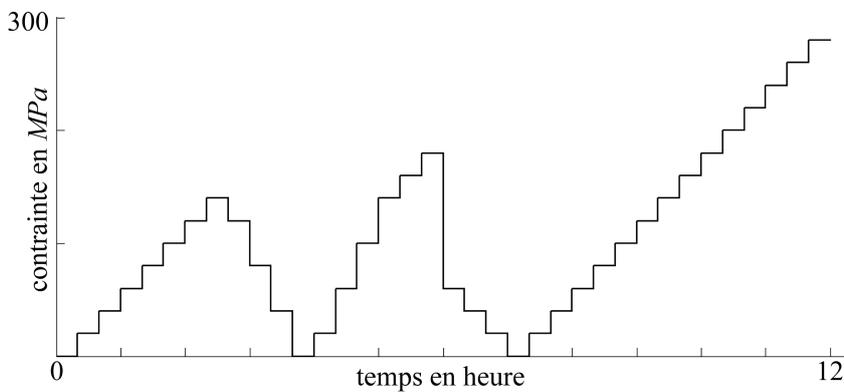


FIGURE 3.21 – Courbe de chargement en fonction du temps.

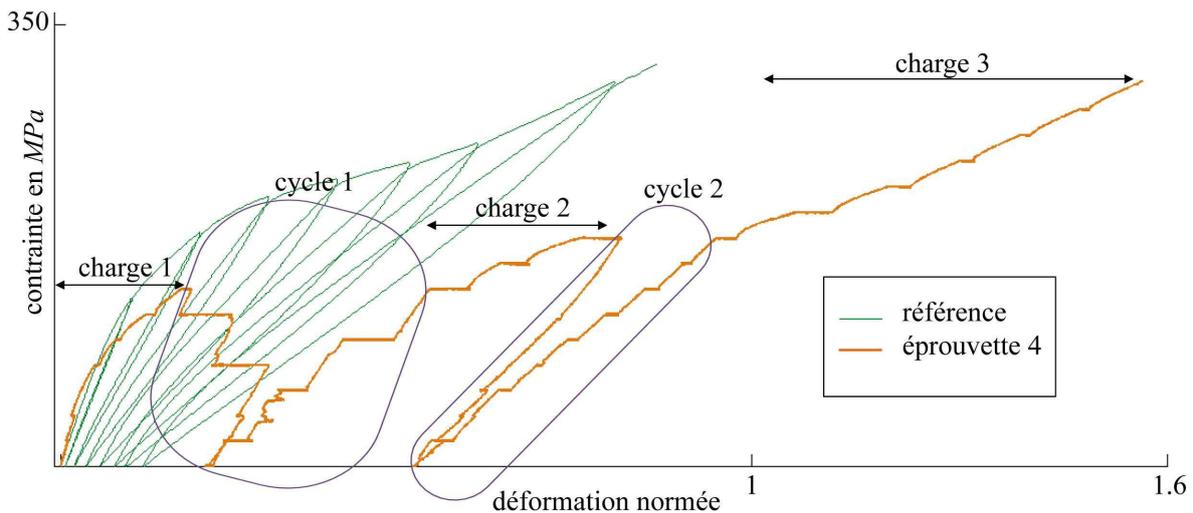


FIGURE 3.22 – Courbe contrainte-déformation normée<sup>2</sup> d'un essai de traction cyclée. L'éprouvette 4 a été caractérisée par méthode ultrasonore. L'éprouvette non caractérisée par méthode ultrasonore sert de référence, l'essai étant alors réalisé à vitesse de déformation constante sans palier de contrainte.

cycle		1			2			
charge		1		2		3		
contrainte (MPa)	0.0	140.7	0.0	140.7	180.9	0.0	180.9	306
% de la déformation à rupture	0	12.2	13.5	37.8	51.9	32.7	62.8	100

TABLEAU 3.5 – Déformation totale en fonction de la contrainte des charges et des cycles de l'essai de traction cyclée.

Comme les essais de traction monotone (section 3.2), l'essai de traction cyclée comprend des paliers de contrainte constante d'environ 20 minutes<sup>11</sup>. Au cours de cet essai, l'augmentation de la déformation au cours de ces paliers a été particulièrement importante (figure 3.22). Pour tenter de comprendre la réponse de cette éprouvette, une comparaison des pentes de la courbe contrainte-déformation avant et après palier (section 3.1.1) permet de distinguer les comportements suivants :

- lors de la première charge, les paliers passent progressivement par les trois premières zones de la figure 3.3. Dès 140 MPa, une fissuration matricielle importante s'est créée.
- lors du premier cycle de décharge-charge, si la déformation créée lors des paliers est particulièrement importante, les pentes de part et d'autre ne semblent pas varier. Ceci montrerait qu'il n'y a pas de formation de fissure transverse pendant ce cycle. D'autre part, le niveau de contrainte de ce premier cycle correspond à une boucle d'hystérésis fermée de la courbe contrainte-déformation de référence (figure 1.11 et courbe en trait fin de la figure 3.22). Ainsi, les effets de retard liés au seuil de glissement-frottement sont minimes (figure 1.13). Manifestement, les paliers de contrainte constante correspondent à un maintien du chargement de l'éprouvette qui doit être supérieur au seuil de glissement des décohésions et qui provoque l'ouverture des fissures transverses créées par la première charge (140 MPa).
- lors de la seconde charge, les pentes avant et après palier présentent la variation bien particulière de la zone 3 de la figure 3.3. Ainsi, lorsque la contrainte dépasse la contrainte maximale de la première montée en charge (140 MPa), des fissures transverses supplémentaires se créent.
- lors du second cycle, la déformation à contrainte constante est relativement faible et les pentes de part et d'autre des paliers sont les mêmes. Il n'y a pas de création de nouvelle fissure transversale au cours de ce cycle et le mécanisme de déformation à contrainte constante atteint probablement un état de saturation. D'autre part, le niveau de contrainte de ce second cycle correspond à une boucle d'hystérésis ouverte de la courbe contrainte-déformation de référence (courbe en trait fin de la figure 3.22). Ainsi, les effets de retard liés au seuil de glissement-frottement sont plus importants et expliqueraient ainsi le faible niveau de déformation des paliers.
- lors de la charge de 180 MPa jusqu'à rupture, les pentes de la courbe contrainte-déformation avant et après paliers passent progressivement de la variation de la zone 3 à celle de la zone 4 de la figure 3.3. La courbe contrainte-déformation suit la forme "typique" de la fin de celle d'un essai de traction monotone.

Cet unique essai cyclé ne nous permet pas de conclure sur la reproductibilité du comportement de cette éprouvette. Il est possible que ce soit la sollicitation elle-même qui engendre le comportement spécifique de cette éprouvette. Finalement, les 36 paliers de maintien de contrainte constante ne transformeraient-ils pas cet essai de traction cyclée en un essai de "fatigue statique" de 12 h avec des niveaux de contrainte variés (figure 3.21) ? La courbe contrainte-déformation montre néanmoins que les cycles de charge-décharge

11. Temps correspondant à l'auscultation ultrasonore des trois plans d'acquisition.

ne provoquent pas la création de nouvelle fissure transversale, et donc que l'augmentation de la déformation pendant les paliers à contrainte constante n'est pas gouvernée par la formation de nouvelles fissures perpendiculaires à la direction  $x_3$ . L'analyse des variations du tenseur de rigidité identifié à chacun des 36 paliers d'auscultation ultrasonore aide à la compréhension du comportement complexe du SiC/SiC tissé 3D au cours de cette sollicitation cyclée.

### 3.3.1 Comportement en chargement à contrainte croissante

Dans cette section et de façon à appréhender le plus simplement possible l'essai de traction cyclée, le comportement de l'éprouvette 4 est étudié uniquement en chargement à contrainte croissante, c'est-à-dire sans considérer les cycles de décharge-recharge.

Affectée par les déformations à contrainte constante, la courbe contrainte-déformation de l'essai cyclé est très particulière (figure 3.22). Pour savoir si ce comportement est représentatif du SiC/SiC tissé 3D ou s'il est spécifique à l'éprouvette 4, la courbe contrainte-déformation a été retracée en y ôtant les déformations mesurées pendant les paliers à contrainte constante des cycles de décharge-recharge (37.2 % de déformation à rupture). La courbe contrainte-déformation ainsi obtenue appartient au faisceau des trois éprouvettes sollicitées en traction monotone et présentant le comportement "typique" du SiC/SiC tissé 3D (figure 3.23). Cette superposition montre que le comportement de cette éprouvette suivant la direction  $x_3$  n'est pas si "atypique".

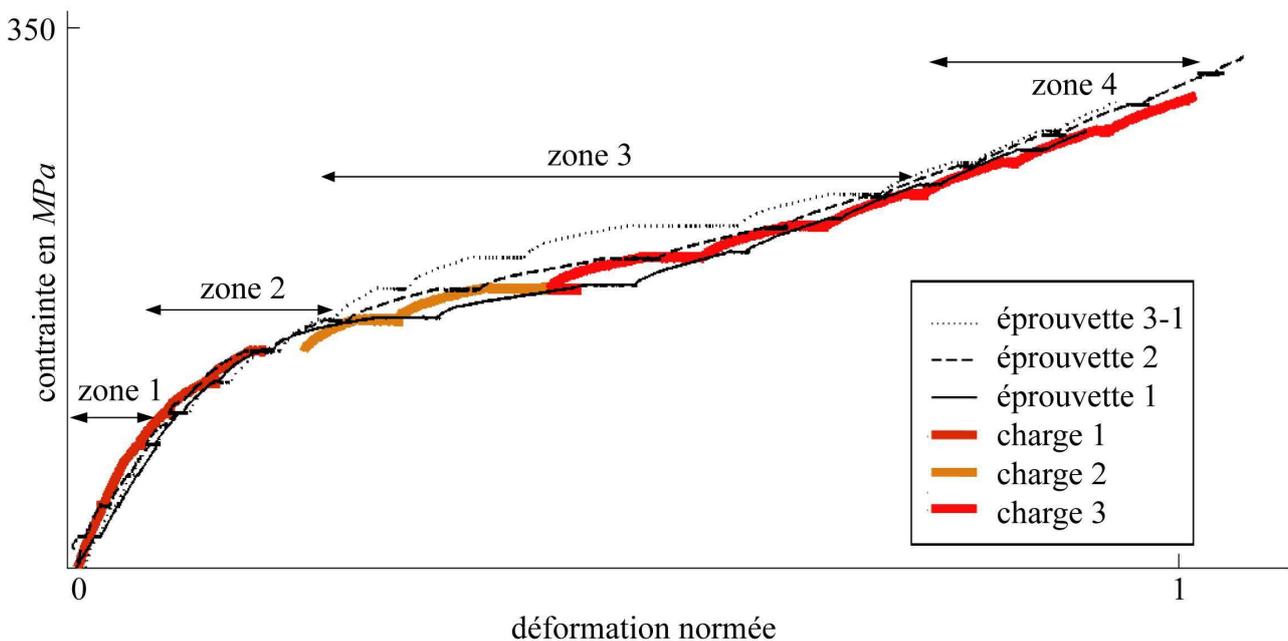


FIGURE 3.23 – Courbe contrainte-déformation normée<sup>2</sup> de l'éprouvette 4 (rouge) retracée en y retirant les déformations mesurées pendant les paliers à contrainte constante des deux cycles de décharge-charge. Les courbes de contrainte-déformation normées des trois éprouvettes sollicitées en traction monotone servent ici de référence (courbes noires).

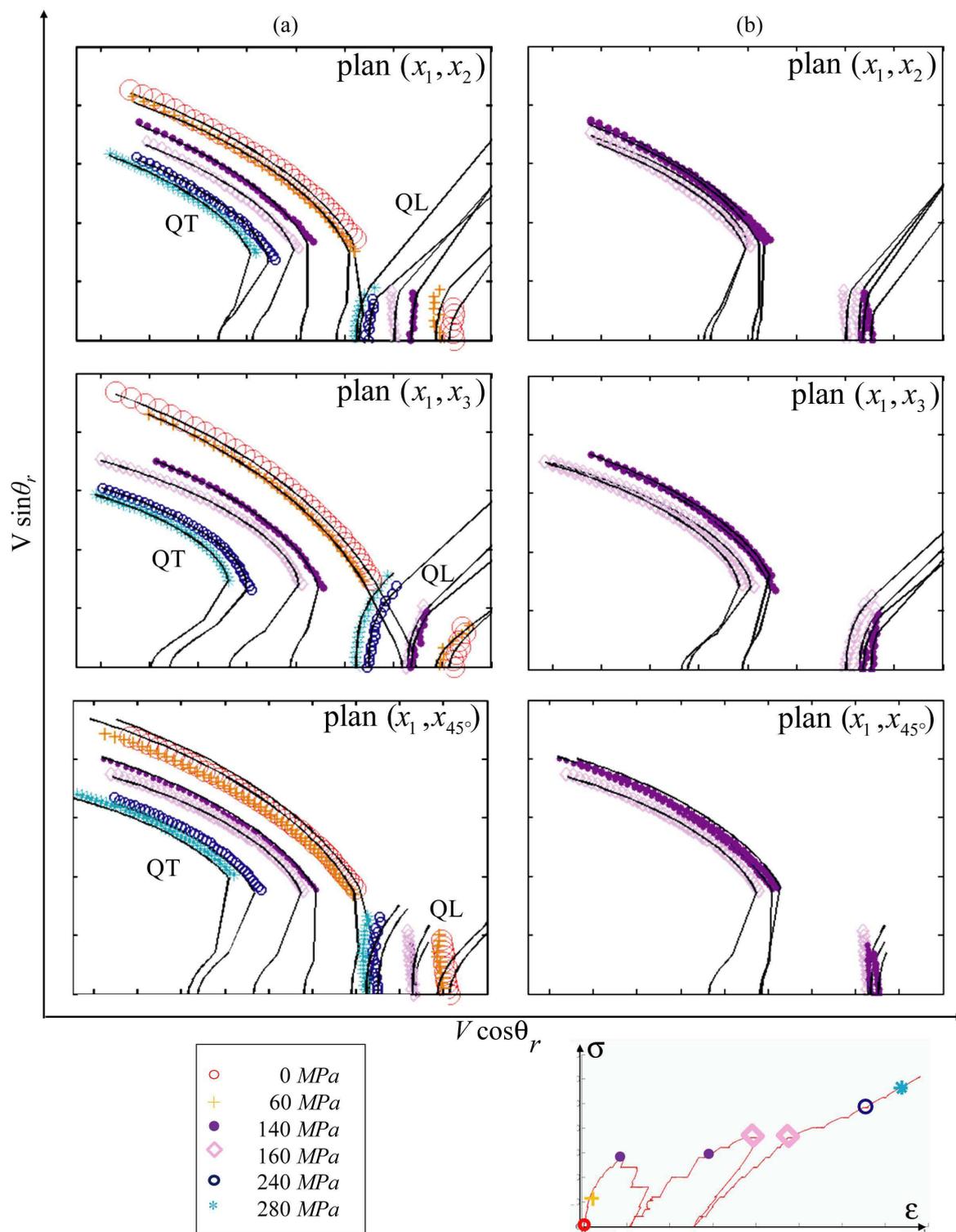


FIGURE 3.24 – Vitesses de propagation en fonction de l'angle réfracté  $\theta_r$  dans les trois plans d'acquisition pour différents états de contrainte de l'éprouvette 4 sollicitée en traction cyclée. QL : vitesse quasi-longitudinale ; QT : vitesse quasi-transversale. (a) Pour des niveaux de chargement à contraintes croissantes et (b) pour les contraintes correspondant au début de cycle de décharge-recharge.

À chaque palier de charge, les vitesses de propagation des ondes de volume sont mesurées. Leur représentation en fonction de l'angle réfracté permet d'appréhender la sensibilité des ondes ultrasonores à l'endommagement du CMC SiC/SiC tissé 3D. Les vitesses de propagation correspondant aux niveaux de contrainte des quatre zones du comportement du CMC SiC/SiC tissé 3D sont reportées sur la figure 3.24 (a) : à contrainte nulle, à la limite de la zone quasi-linéaire, en fin du "coude", en fin du "plateau" et au palier avant rupture. Les vitesses correspondantes aux niveaux de contrainte des cycles avant décharge et après recharge sont superposées sur la figure 3.24 (b) pour les trois plans d'acquisition et les deux cycles.

Dans les trois plans d'acquisition, il y a peu de variation entre l'état initial (cercle rouge) et la fin de la zone quasi-linéaire (croix orange). Puis au passage du "coude" (rond violet), les valeurs et courbures des vitesses changent. Des fissures transverses se créent et sont accompagnées de décohésions importantes. Entre la sortie du "coude" (rond violet) et la fin du "plateau" (cercle bleu), la chute des vitesses dans les trois plans d'acquisition est significative. Puis, jusqu'à rupture (étoile bleue claire), les vitesses ne montrent plus de variations notables attestant une certaine saturation des mécanismes de fissuration. Ces évolutions des vitesses de propagation sont semblables à celles observées pour l'éprouvette 3-2, dont la réponse "atypique" se caractérise par une augmentation de la longueur de décohésion totale dès la fin de la zone quasi-linéaire.

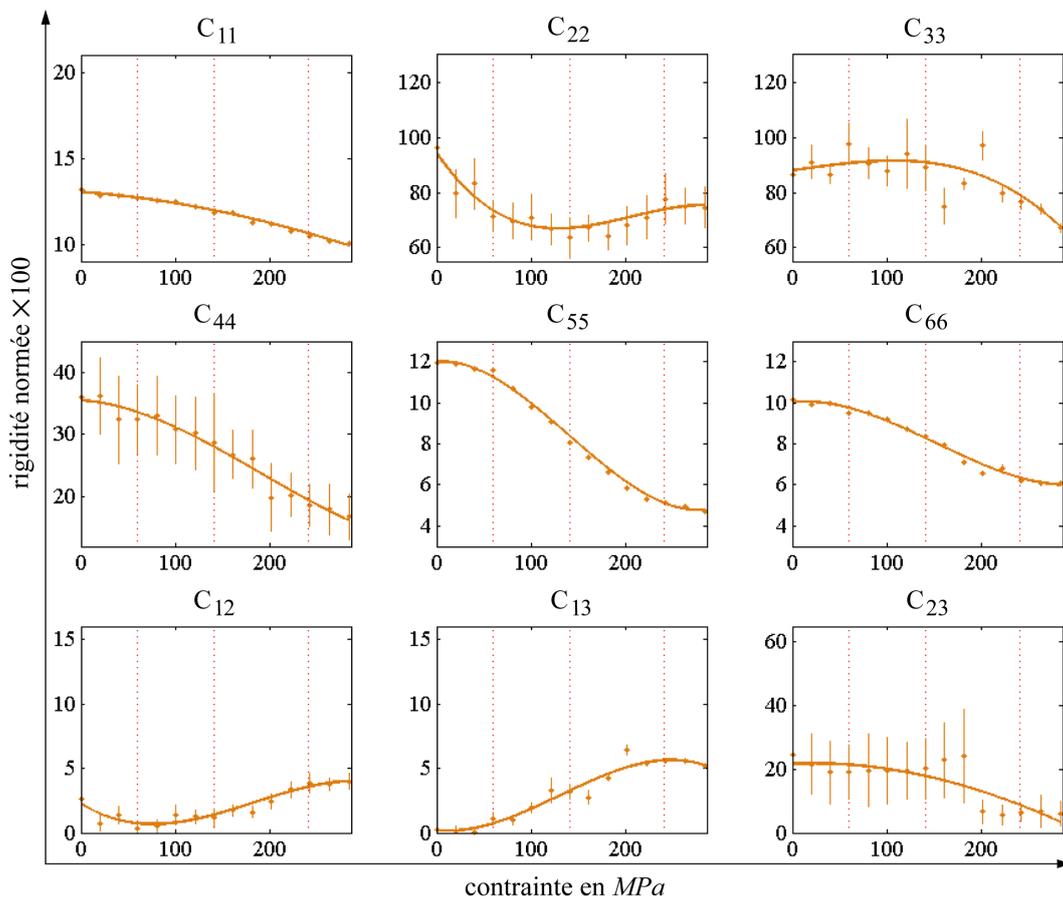


FIGURE 3.25 – Variation des rigidités (normées<sup>3</sup> × 100) en fonction de la contrainte appliquée en *MPa* de l'éprouvette 4 au cours des charges de l'essai cyclé (figure 3.23). Les points noirs sont les valeurs identifiées à chaque palier de contrainte et les lignes verticales noires correspondent aux intervalles de confiance. Les traits pointillés verticaux repèrent les quatre zones identifiées sur la courbe contrainte-déformation. Les courbes correspondent à une interpolation polynomiale de l'ensemble des valeurs identifiées.

---

Pour les paliers "doublés", les vitesses mesurées coïncident remarquablement entre le début et la fin des cycles de décharge-recharge( figure 3.24 (b)). Cette superposition confirme qu'aucune création significative de fissure ne se produit au cours de ces deux cycles et ce, malgré des déformations importantes pendant les paliers d'auscultation.

À chaque palier de charge, le tenseur de rigidité est identifié à partir des vitesses de propagation mesurées. La figure 3.25 montre les variations des composantes de ce tenseur en fonction de la contrainte de traction appliquée suivant la direction  $x_3$ . À contrainte nulle, la rigidité  $C_{11}$  est inférieure à celle des éprouvettes caractérisées précédemment. L'échelle des variations des rigidités  $C_{11}$ ,  $C_{55}$  et  $C_{66}$  a dû être adaptée à leurs plus faibles valeurs.

Comme pour l'éprouvette 3-2 "atypique", la chute de la rigidité  $C_{33}$  s'accompagne de la décroissance des composantes  $C_{11}$  et  $C_{22}$ . Pour les rigidités  $C_{11}$  et  $C_{33}$ , cette décroissance est prononcée à la fin du "coude" de la courbe contrainte-déformation, alors que la chute de la composante  $C_{22}$  intervient pour un niveau de contrainte très faible. Les composantes de cisaillement ont un comportement plus "typique" du SiC/SiC tissé 3D. À l'exception de la composante  $C_{23}$ , les composantes hors-diagonales augmentent.

La chute de la composante  $C_{22}$  souligne le comportement "atypique" de l'éprouvette 4 : un réseau de décohésions perpendiculaires à la direction  $x_2$  s'est créé dès le début de l'essai. Ce réseau se stabilise dès la sortie de la zone quasi-linéaire. Les réseaux de fissuration perpendiculaire aux autres directions semblent être "typiques" du CMC SiC/SiC tissé 3D.

### 3.3.2 Comportement en cycle de décharge-recharge

Une courbe de traction cyclée "typique" du CMC SiC/SiC tissé 3D présente un comportement élastique endommageable avec présence de déformations à contrainte nulle et de boucles d'hystérésis. Du fait des paliers de charge, l'essai cyclé mené sur l'éprouvette 4 fait apparaître des déformations à contrainte constante importantes, notamment au cours de ces boucles d'hystérésis.

La variation du tenseur de rigidité au cours des cycles de décharge-recharge confirme que les cycles et les déformations à contrainte constante ne sont pas liés à la création de nouvelle fissure transverse. Ces déformations à contrainte constante qualifiées d'"anélastique" n'ont pas d'influence notable sur les vitesses de propagation des ondes élastiques de volume. En effet, celles-ci ne sont sensibles qu'à l'état "élastique endommagé" d'un matériau (fissuration).

Les ondes ultrasonores ne sont affectées que par les fissures "actives", c'est à dire ouvertes. Les fissures fermées n'ont pas d'effet sur les propriétés d'élasticité du matériau. Elles ne sont pas mesurables par une onde ultrasonore élastique et deviennent "passives". De plus, les ondes ultrasonores ne sont pas sensibles à un état intermédiaire (par exemple, une fissure ouverte ou très ouverte).

Au cours des cycles de décharge-recharge et à chaque palier de contrainte, les vitesses de propagation des ondes de volume sont mesurées. Sur la figure 3.26, elles sont représentées en fonction de l'angle réfracté pour le premier cycle. L'évolution des vitesses au cours du second cycle est identique.

Pendant la décharge, les vitesses augmentent et le matériau se raidit. Au cours des déformations à contrainte constante, aucune nouvelle fissure transverse ne se crée (figure 3.26 (a)). En fin de recharge, les vitesses se superposent à celles du début de cycle (figures 3.26 (a) et 3.24) : aucune nouvelle fissure transverse ne se forme au cours du cycle.

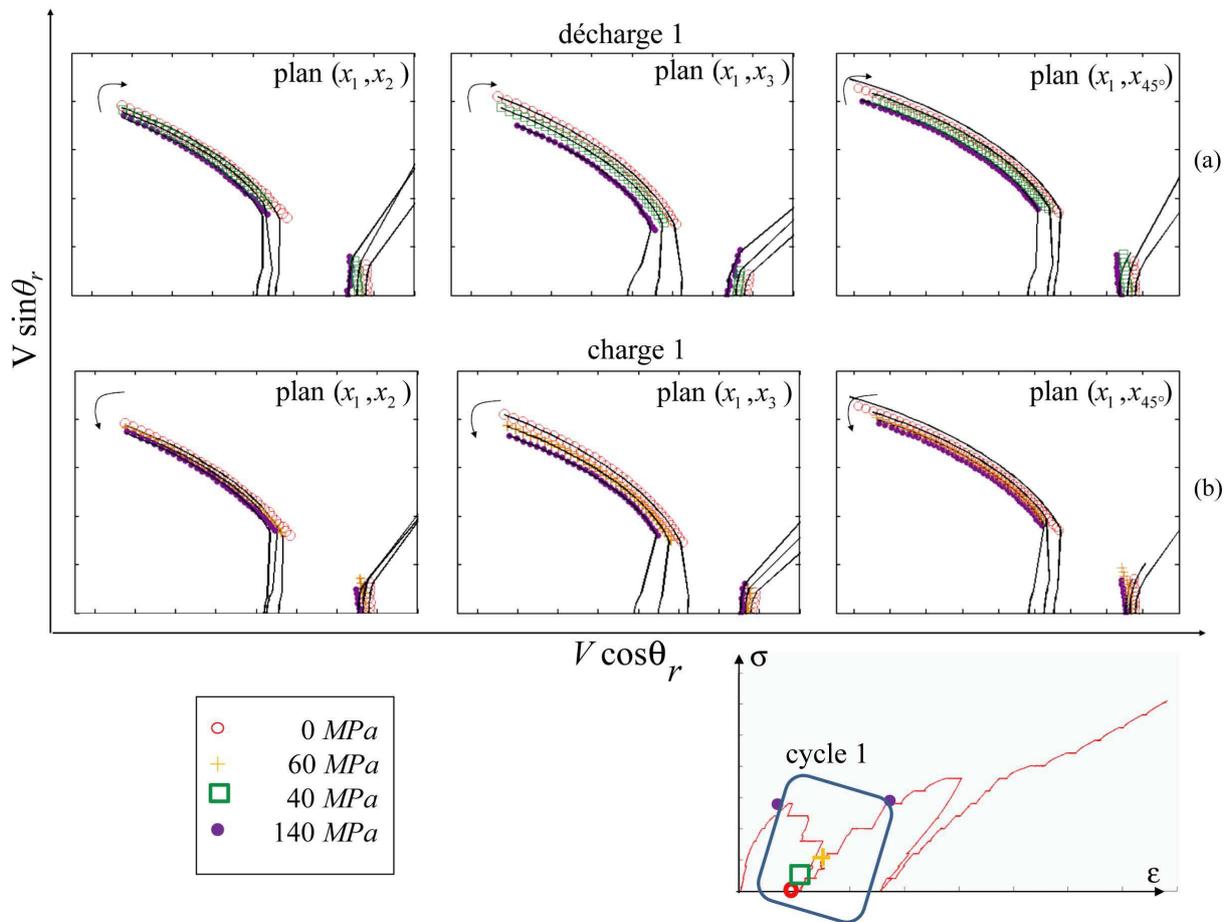


FIGURE 3.26 – Vitesses de propagation en fonction de l'angle réfracté  $\theta_r$  dans les trois plans d'acquisition pour différents états de contrainte de l'éprouvette 4 sollicitée en traction cyclée. QL : vitesse quasi-longitudinale ; QT : vitesse quasi-transversale. (a) Pour des niveaux de contrainte correspondant à la décharge du premier cycle et (b) pour des niveaux de contrainte correspondant à la recharge du premier cycle.

À partir de ces vitesses de propagation, le tenseur de rigidité est identifié pour chacun des 21 paliers à contrainte constante effectué lors des deux cycles de décharge-recharge (figure 3.27). Le premier cycle est tracé en bleu, le second en vert et le comportement en charge croissante en noir.

Pour les neuf composantes du tenseur de rigidité, les "chemins" suivis par les rigidités en décharge puis en recharge sont identiques : il n'y a donc pas de création de nouvelle fissure lors des deux cycles de décharge-recharge.

Parmi les rigidités de la diagonale supérieure, la composante  $C_{11}$  augmente lorsque la contrainte diminue : une part des fissures perpendiculaires à la direction  $x_1$  semble se refermer à la décharge. Après une importante décroissance lors de la première charge, la composante  $C_{22}$  est pratiquement constante pendant les cycles de décharge-recharge : la fissuration perpendiculaire à la direction  $x_2$  se propage dès le début de la sollicitation de traction puis se stabilise rapidement. Les intervalles de confiance de la rigidité  $C_{33}$  sont relativement importants, rendant délicate l'interprétation directe de l'évolution des fissures perpendiculaires à la direction  $x_3$  au cours des cycles.

Néanmoins, la rigidité  $C_{22}$  restant constante au cours des cycles de décharge-recharge, on peut suivre l'évolution de ce réseau transverse à partir des rigidités de la diagonale inférieure  $C_{44}$  et  $C_{55}$ . Ces deux cisaillements ont des variations inversement proportionnelles à la contrainte. Leur accroissement à la dé-

charge est modéré. Seule une faible proportion de fissures créées au cours du chargement précédent devient donc "passive" en se fermant. Pour les deux cycles de décharge-recharge et à contrainte identique, les valeurs de ces rigidités sont inférieures aux rigidités des charges précédentes : la plus grande part des fissures reste ouverte<sup>12</sup>.

Le cisaillement  $C_{66}$  suit les variations de la rigidité  $C_{11}$ , reliées à l'état "actif" ou "passif" des décohésions perpendiculaires à la direction  $x_1$ . Les rigidités hors-diagonales  $C_{12}$  et  $C_{13}$  semblent constantes au cours du premier cycle et diminuent avec la contrainte lors du second cycle. Les intervalles de confiance de la rigidité  $C_{23}$  ne permettent pas de conclure sur ces variations.

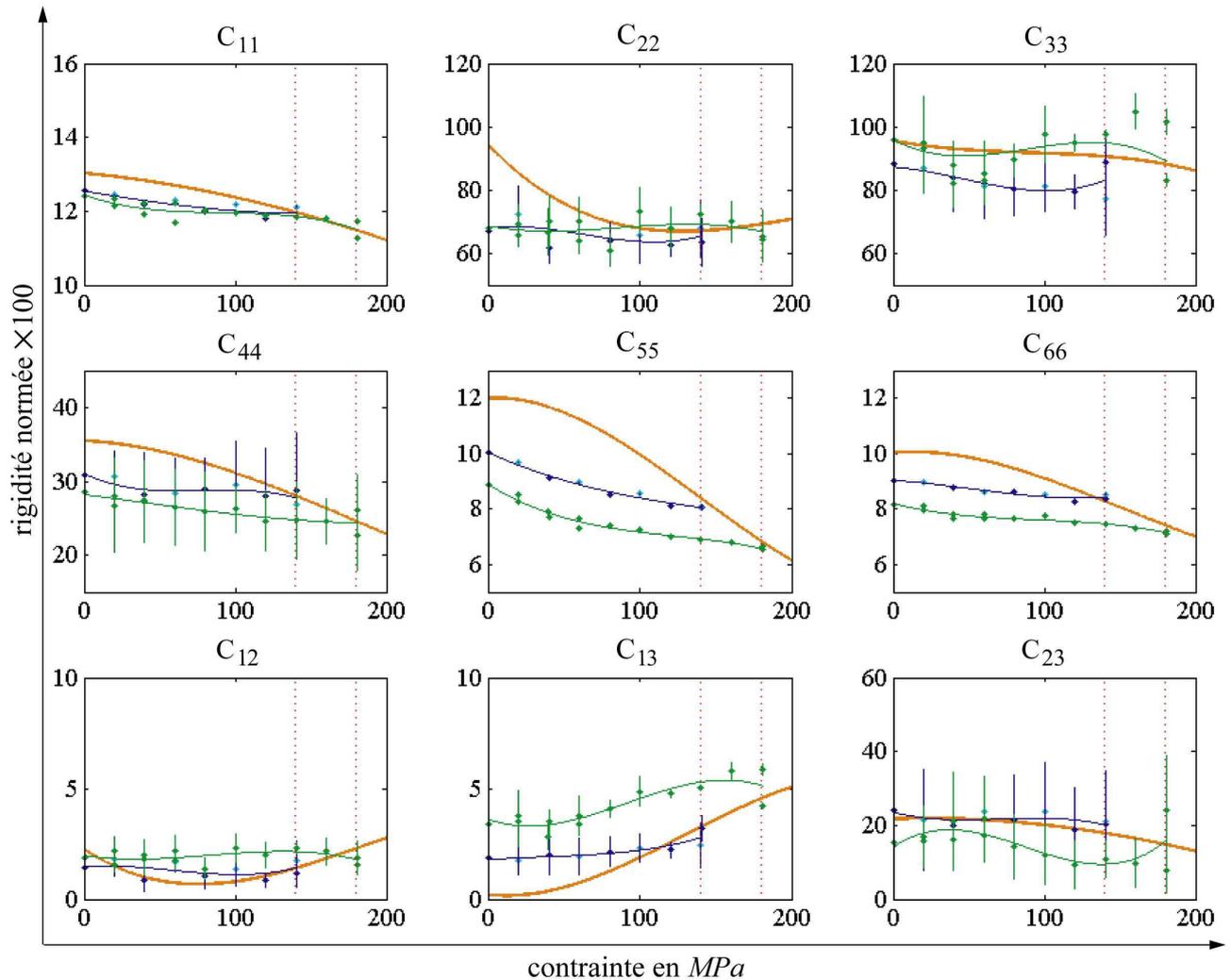


FIGURE 3.27 – Variation des rigidités (normées<sup>3</sup> × 100) en fonction de la contrainte appliquée en *MPa* de l'éprouvette 4 au cours de l'essai cyclé : (orange) en charge croissante (figure 3.25), (bleu) au premier cycle de décharge-recharge et (vert) au second cycle de décharge-recharge. Les traits pointillés verticaux repèrent les deux cycles de décharge-recharge.

12. On rappelle qu'une fissure est considérée comme ouverte ou fermée. Un état intermédiaire n'a pas d'effet sur les variations du tenseur de rigidité mesurées par méthode ultrasonore.

Le comportement "atypique" de l'éprouvette 4 sollicitée en traction cyclée se distingue par la chute de la rigidité  $C_{22}$  dès le début du chargement. Ce réseau de fissures perpendiculaires à la direction  $x_2$  sature dès la fin de la zone quasi-linéaire et ne se referme pas au cours des deux cycles de décharge-recharge.

L'évolution des rigidités décrivant la réponse des réseaux de fissuration perpendiculaire aux directions  $x_1$  et  $x_3$  montre qu'une faible part de ces fissures se ferme et se réouvre au cours des décharges-recharges. Cette réponse unilatérale de fermeture-ouverture des fissures transverses et des décohésions perpendiculaire à la direction  $x_1$ , est quant à elle "typique" du CMC SiC/SiC tissé 3D. La conclusion essentielle de cette analyse du comportement du SiC/SiC au cours des cycles est qu'il n'y a pas création de fissure et de décohésion pendant les charges-décharges malgré des déformations importantes à contrainte constante.

### 3.3.3 Interprétation macroscopique du comportement en traction cyclée

L'inversion des tenseurs de rigidité identifiés à chaque palier de maintien en charge donne les tenseurs des souplesses correspondants et leurs variations lors de l'essai cyclé. La souplesse  $S_{33}$  permet de calculer la part élastique de la déformation  $\varepsilon_3^{élastique}$  suivant la direction de la traction  $x_3$  (équation 3.2). La décroissance d'environ 30 % de la composante  $S_{33}$  donne une déformation élastique conforme à celle obtenue lors des essais de traction monotone. La différence entre la déformation totale  $\varepsilon_3^{totale}$ , mesurée par extensométrie, et cette déformation élastique conduit à la déformation "anélastique" (figure 3.28). La spécificité de la réponse contrainte-déformation totale de l'essai cyclé provient alors de la déformation "anélastique".

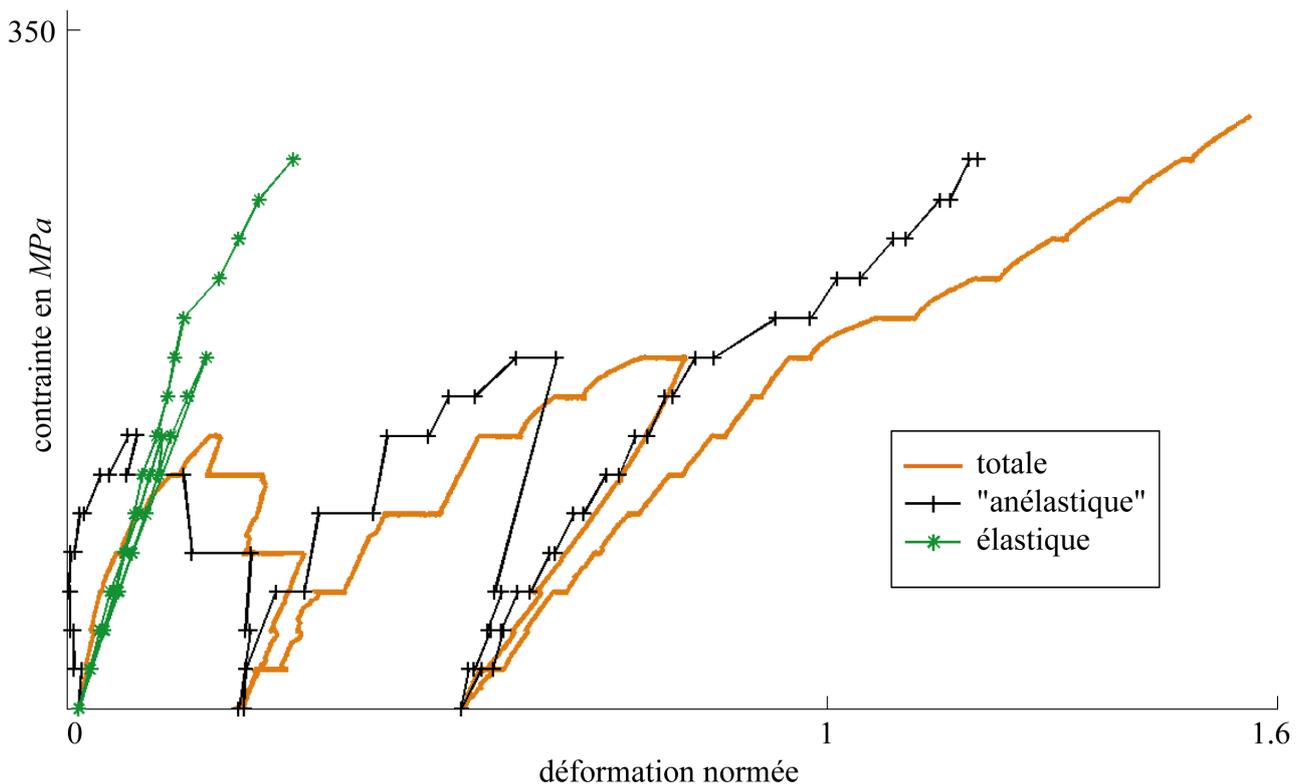


FIGURE 3.28 – Courbes contrainte-déformation normée<sup>2</sup> de l'éprouvette 4 sollicitée en traction cyclée. La courbe en bleu correspond à la déformation totale, celle en vert à la déformation élastique et la courbe en noir à la déformation "anélastique" (différence entre la déformation totale mesurée par extensométrie et la déformation élastique).

	$\Delta\varepsilon^{totale}$	$\Delta\varepsilon^{élastique}$	$\Delta\varepsilon^{anélastique}$
décharge 1	1.3	- 7.1	8.3
recharge 1	24.3	7.7	16.7
<b>cycle 1</b>	<b>+ 25.6</b>	<b>+ 0.6</b>	<b>+ 25.0</b>
décharge 2	- 19.2	- 10.9	- 8.3
recharge 2	30.1	8.3	21.8
<b>cycle 2</b>	<b>+ 10.9</b>	<b>- 2.6</b>	<b>+ 13.5</b>

TABLEAU 3.6 – Augmentation de la déformation totale, de la déformation élastique et de la déformation "anélastique" au cours des deux cycles de décharge-recharge (en % de la déformation à rupture).

L'évolution des déformations pendant les cycles de décharge-recharge est résumée dans le tableau 3.6. Aux incertitudes de l'inversion près, la déformation élastique prend des valeurs identiques au cours des cycles de décharge-recharge. Ainsi, la variation de déformation  $\Delta\varepsilon^{élastique}$  mesurée est pratiquement nulle en fin de cycle (inférieure à 3 % de la déformation à rupture). La déformation totale, autrement dit la déformation "anélastique" positive en fin de cycle, ne peut donc pas être reliée à la création de nouvelle fissure au cours des décharges-recharges.

La **décharge du premier cycle** provoque une légère augmentation des rigidités (figure 3.27) pour atteindre une déformation élastique nulle à contrainte nulle. Pour autant, les composantes du tenseur de rigidité ne retrouvent pas leurs valeurs initiales. La part de fissures transverses fermées ("passives") est relativement faible. Durant le maintien de la charge au cours des paliers d'acquisition, les fissures restées actives continuent de s'ouvrir et ce, d'autant plus que les décohésions perpendiculaires à  $x_1$  (cas "typique") ou  $x_2$  (cas "atypique") sont nombreuses dans la zone 3. Ainsi, au cours des cycles, la variation de la déformation totale est positive malgré la diminution de la déformation élastique (tableau 3.6) : une déformation "anélastique" supérieure à cette diminution se produit au cours des paliers à contrainte constante.

La **recharge du premier cycle** réouvre les fissures fermées pendant la décharge. Ainsi, la déformation élastique retrouve sa valeur de début de décharge : aucune nouvelle fissure n'a été créée pendant les cycles de décharge-recharge. L'ouverture des fissures transverses restées ouvertes continue pendant les paliers à contrainte constante. Sur l'ensemble de la décharge-recharge, l'augmentation de la déformation totale  $\Delta\varepsilon^{totale}$  est alors de 25 % de la déformation à rupture dont 24.3 % attribué à la déformation "anélastique".

Au cours du premier cycle et lors de la première décharge, la variation de la déformation totale est "positive" (tableau 3.6), pourtant les rigidités augmentent (figure 3.27). Plusieurs hypothèses permettent d'expliquer un comportement élastique "typique" (augmentation des rigidités en décharge) pour des déformations à contrainte constante positives :

- la complexité de la microstructure laisse entrevoir l'existence de différents réseaux transverses (chapitre 4). Ainsi, un réseau de fissures restées actives s'ouvre, expliquant les déformations totale et "anélastique" positives alors qu'un autre réseau de fissures se referme, induisant l'augmentation des rigidités.
- la microstructure complexe du composite SiC/SiC tissé 3D peut également expliquer la part faible de fissures se refermant. Une fois que la fissuration matricielle est apparue lors du chargement en traction, la présence d'un renfort dans la direction transverse ne permet pas aux blocs de matrice inter-fils de revenir exactement à leurs emplacements initiaux lors du déchargement.

Pour un comportement élastique similaire au cours du second cycle, la variation de la déformation totale  $\Delta\varepsilon^{totale}$  est deux fois inférieure à celle du premier cycle. Cette différence s'explique par la proportion plus grande de fissures transverses se refermant (sans atteindre une fermeture totale) au cours de la **seconde décharge**. Ainsi, la déformation "anélastique" diminue (-8.3 % de la déformation à rupture) avec la diminution de la déformation élastique (-10.9 % de la déformation à rupture). Deux possibilités peuvent être envisagées pour expliquer ce changement de signe s'opérant sur la déformation "anélastique" : soit, c'est le nombre plus faible de paliers au cours de la décharge qui ne laisse pas le temps à l'ouverture des fissures restées "actives" ; soit, c'est le phénomène de saturation des ouvertures de fissures pour un état de fissuration donné qui intervient (figure 3.4). Cette seconde hypothèse est en accord avec celle faite sur l'influence des décohésions colinéaires à la direction  $x_2$ . La chute de la composante  $C_{22}$  n'intervient que jusqu'au premier cycle autorisant d'importantes déformations à contrainte constante. Puis ce réseau se stabilise (la composante  $C_{22}$  reste constante) en même temps que les déformations au cours des paliers. Ces deux hypothèses ne peuvent être rigoureusement vérifiées du fait de l'unicité de cet essai cyclé.

Au cours de la **recharge du second cycle**, la variation de la déformation "anélastique" est de nouveau positive et son augmentation est supérieure à celle du premier cycle.

## Conclusion

Le comportement du CMC SiC/SiC tissé 3D est dominé par la microfissuration. Les méthodologies classiques ne permettent pas l'identification complète des paramètres décrivant l'endommagement. Par mesure ultrasonore, on obtient l'ensemble des composantes du tenseur de rigidité. Ce tenseur est sensible à l'état d'endommagement du matériau. Ainsi, coupler un banc de caractérisation ultrasonore à une machine de traction permet la mesure et le suivi expérimental complet de l'endommagement anisotrope du SiC/SiC tissé 3D.

L'analyse des variations du tenseur de rigidité permet de dégager le scénario d'endommagement "typique" des SiC/SiC tissé 3D :

- au début du chargement, il y a peu de fissurations, on parle de zone quasi-linéaire.
- puis, la fissuration transverse s'amorce.
- lorsque la contrainte augmente, la fissuration transverse est déviée en une décohésion principalement perpendiculaire à la direction de l'épaisseur.
- avant rupture, on observe une saturation de la fissuration matricielle.

Les caractérisations ultrasonores mesurent uniquement la partie élastique endommageable du comportement. À partir d'une courbe contrainte-déformation, on peut partitionner la déformation totale en une part élastique et une part "anélastique". En moyenne seulement 35 % de la déformation totale est due à la déformation "élastique endommagée", le reste de la déformation ne peut alors s'expliquer sans invoquer les phénomènes d'ouverture de fissures transverses associés au frottement-glisserment des décohésions.

## Chapitre 4

# Analyse de la microfissuration du SiC/SiC tissé 3D et recherche du comportement moyen

*Ce chapitre décrit les caractéristiques microstructurales du composite à matrice céramique SiC/SiC tissé 3D. Des observations microscopiques révèlent sa microstructure complexe et ses mécanismes de fissuration à diverses échelles : microscopique au sein des fils longitudinaux, mésoscopique au sein des fils transversaux et de la matrice inter-fils. Les densités de fissuration mesurées par observation microscopique d'un essai de traction in situ sont mises en relation avec les cinétiques d'endommagement mesurées par la méthode ultrasonore au chapitre 3.*

### Sommaire

---

<b>4.1 Micrographie sous sollicitation de traction . . . . .</b>	<b>82</b>
4.1.1 Matrice inter-fils : endommagement mésoscopique . . . . .	83
4.1.2 Fils transversaux : endommagement mésoscopique . . . . .	84
4.1.3 Fils longitudinaux : endommagement microscopique . . . . .	86
4.1.4 Cinétique des réseaux de microfissuration . . . . .	88
<b>4.2 Corrélation entre densité de microfissuration et variation du tenseur de rigidité . . . . .</b>	<b>91</b>
4.2.1 À la recherche du comportement moyen . . . . .	92
4.2.2 Ouvertures des fissures transverses sous charge . . . . .	95

---

## 4.1 Micrographie sous sollicitation de traction

Le composite SiC/SiC tissé 3D est constitué d'une matrice multi-séquencée infiltrée par voie gazeuse (CVI), d'une matrice sous forme de bloc de *SiC* obtenue par voie liquide (CVL), d'une interphase en pyrocarbone et de fibres Nicalon. Son endommagement au cours d'une sollicitation mécanique de traction résulte de sa microfissuration à plusieurs échelles. Des observations micrographiques réalisées sur des éprouvettes ayant subi des essais de traction, mettent en évidence les fissures perpendiculaires à la direction du chargement. Les résultats du chapitre 3 montrent une certaine reproductibilité de la cinétique de cette fissuration transverse. Les principaux mécanismes d'endommagement sont localisés dans trois régions distinctes du matériau : la matrice inter-fils, les fils transversaux et les fils longitudinaux (figure 1.7 du chapitre 1). Afin de mesurer la densité de fissuration transverse associée à chacune de ces trois régions, un suivi *in situ* d'un essai de traction a été réalisé par micrographie de la tranche de l'éprouvette dans le plan  $(x_1, x_3)$  [Dupin *et al.* (2013)]. Les densités mesurées sont considérées comme étant représentatives du comportement moyen de la fissuration transverse du matériau. Cette section est consacrée à la description des réseaux et des cinétiques de fissuration transverse relatives à ces trois régions matériau.

Le tableau 4.1 présente les données de l'éprouvette caractérisée et la figure 4.1 la courbe contrainte-déformation de l'essai *in situ*. Dans le plan  $(x_1, x_3)$ , onze cartographies ont été réalisées pour différentes déformations. Le tableau 4.2 présente les résultats de l'essai.

éprouvette (n°)	lot (n°)	plaque (n°)	type	dimensions (mm × mm)	épaisseur (mm)
5	-	4	barreau	16 × 100	3.6

TABLEAU 4.1 – Éprouvette sollicitée en traction à 0° lors d'un essai *in situ* [Dupin *et al.* (2013)].

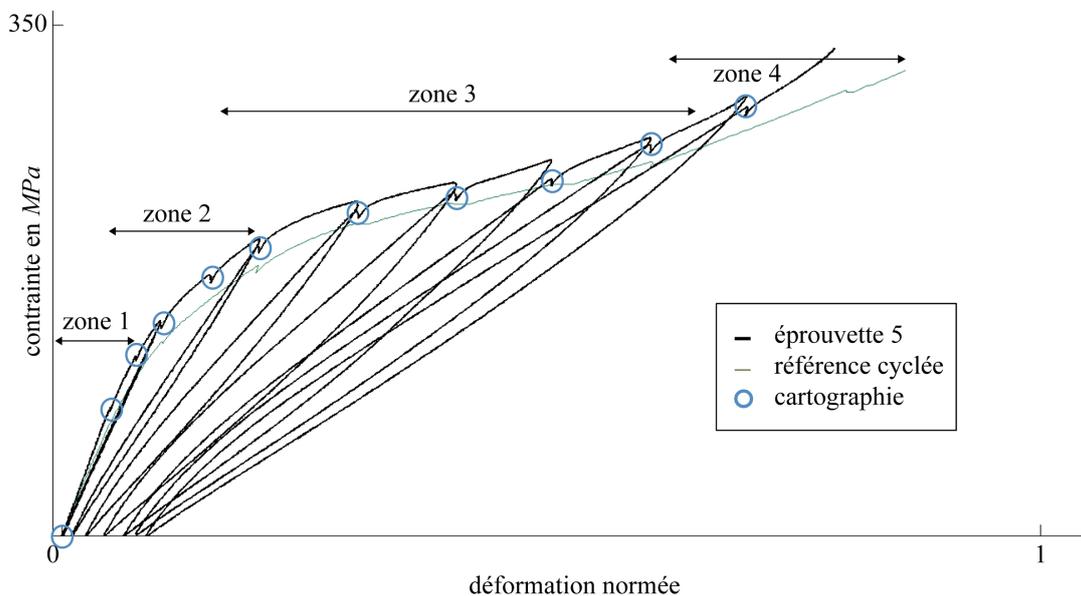


FIGURE 4.1 – Courbe contrainte-déformation normée<sup>1</sup> cyclée obtenue au cours de l'essai de caractérisation *in situ*. L'enveloppe de la courbe de traction cyclée (figure 1.11) sert de référence et rend compte de la dispersion matériau.

1. Par rapport à la déformation à rupture de la courbe de la figure 1.9.

éprouvette (n°)	contrainte à rupture (MPa)	déformation à rupture (normée <sup>1</sup> )	nombre de cartographies	module d'Young tangent initial (normé <sup>2</sup> × 100)
5	334	0.8	11	119

TABLEAU 4.2 – Éprouvette sollicitée en traction à 0° lors d'un essai *in situ* [Dupin *et al.* (2013)].

#### 4.1.1 Matrice inter-fils : endommagement mésoscopique

La matrice céramique présente une déformation à rupture plus faible que les fibres et s'endommage donc en premier par microfissuration progressive. Les observations micrographiques permettent de distinguer, au sein de la matrice inter-fils, le comportement de la matrice multi-séquencée infiltrée par voie gazeuse (CVI) du comportement des blocs de matrice infiltrée par voie liquide (CVL). La matrice multi-séquencée rompt avec un pas de fissuration régulier et présente de nombreuses décohésions et déviations de fissures entre les différentes couches la constituant (figure 4.2). L'orientation principale de ces décohésions est perpendiculaire à la direction  $x_1$ . La répartition des fissures au sein des blocs de matrice voie liquide (CVL) dépend de leur taille. Elles s'accompagnent de décohésions à l'interface matrices CVI/CVL (figure 4.3). Les décohésions interfaciales évitent la ruine immédiate du matériau. Le chargement est ainsi progressivement transmis aux fils. Il est extrêmement difficile de mesurer les longueurs de ces décohésions à partir d'observations micrographiques.

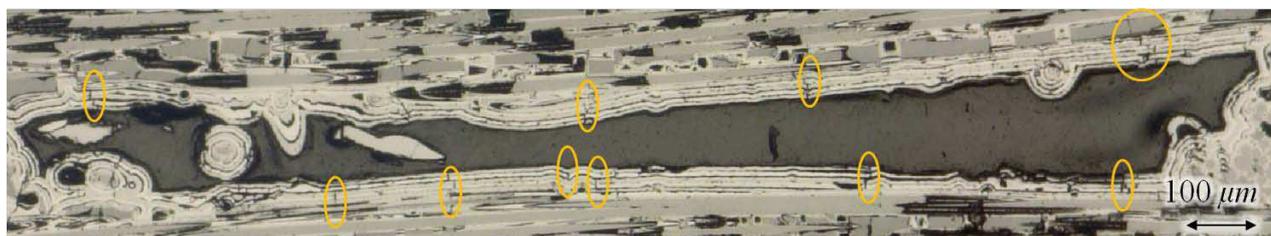


FIGURE 4.2 – Fissuration de la matrice multi-séquencée, perpendiculairement à la direction de chargement.

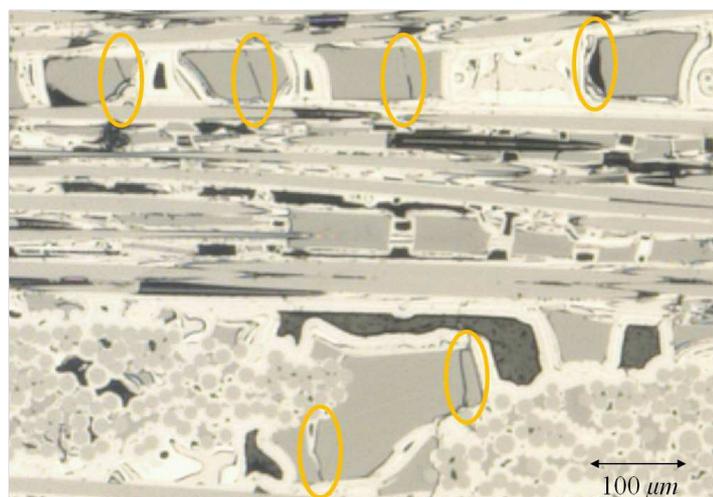


FIGURE 4.3 – Fissuration de la matrice infiltrée par voie liquide, perpendiculairement à la direction de chargement.

2. Par rapport à la moyenne expérimentale de la composante  $C_{33}$  (tableau 5.7)

Les premières fissures inter-fils apparaissent le plus souvent en bord d'une macro-porosit  [Guillaumat (1994) ; Dupin *et al.* (2013)]. Cette fissuration se propage perpendiculairement au chargement. Les observations *in situ* sous charge ont permis de quantifier cette fissuration matricielle.

Un comptage du nombre des fissures observ es sur les micrographies du mat riau sous charge donne la densit  de ces fissures matricielles inter-fils (nombre de fissures par *mm*) associ e   un  tat de contrainte-d formation (figure 4.4). On consid re qu'il y a pr sence d'une fissure lorsqu'un ensemble de microfissures traverse l' chantillon suivant l' paisseur de l' prouvette observ e (figure 4.4 (c)). Les barres d'erreur sont directement reli es   la m thode de mesure de la densit  de fissures : l' chantillon est arbitrairement divis  en 5 r gions, un  cart type est ensuite attribu    la moyenne obtenue.

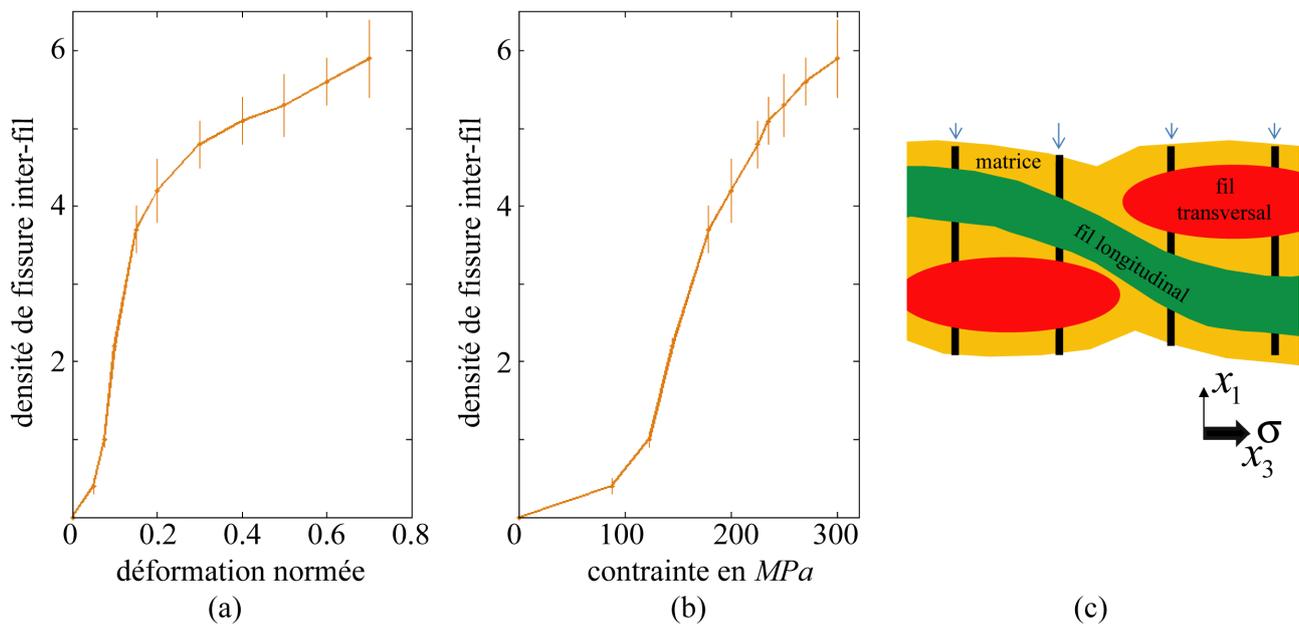


FIGURE 4.4 – Suivi de l'endommagement au sein de la matrice inter-fils : (a) densit  de fissuration en fonction de la d formation norm e<sup>1</sup>, (b) densit  de fissuration en fonction de la contrainte et (c) sch matisation de la fissuration matricielle inter-fils perpendiculaire   la direction de chargement  $x_3$ .

L'augmentation de la densit  de fissure inter-fils est importante dans la zone correspondant au "coude" de la courbe contrainte-d formation. Puis, la formation de nouvelles fissures ralentit progressivement jusqu'  atteindre un  tat de saturation. Le pas de fissuration, c'est- -dire la distance entre deux fissures, devient alors trop faible pour qu'aucune autre fissure ne puisse  tre cr e e entre elles.

#### 4.1.2 Fils transversaux : endommagement m soscopique

Les fissures au sein des fils transversaux sont orient es perpendiculairement au chargement. Le plus souvent, elles sont traversantes (figure 4.5). Tout comme dans la matrice inter-fils, le nombre de ces fissures augmente avec le chargement. On distingue les fissures d bouchant sur une porosit , de celles d bouchant sur la matrice inter-fils qui s'accompagne d'une d cohesion. Lorsque deux fils transversaux sont en vis- -vis, la fissure les traverse tous les deux (haut de la figure 4.5).

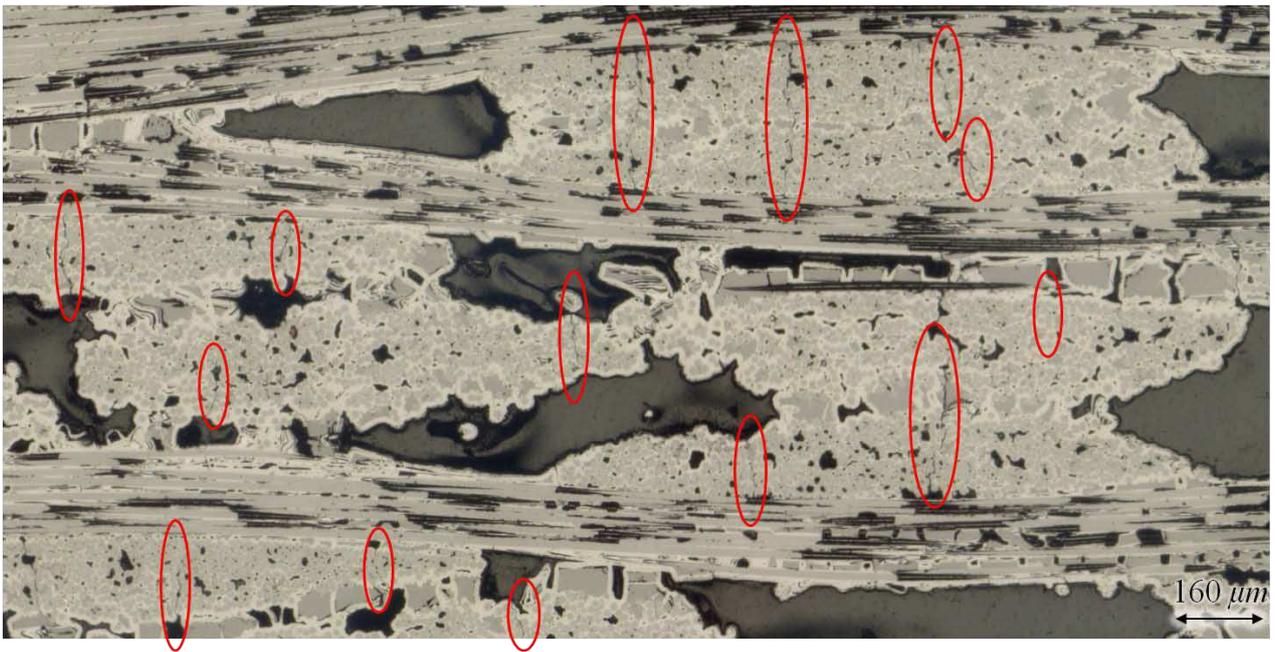


FIGURE 4.5 – Fissuration de la matrice intra-fils, perpendiculairement à la direction de sollicitation.

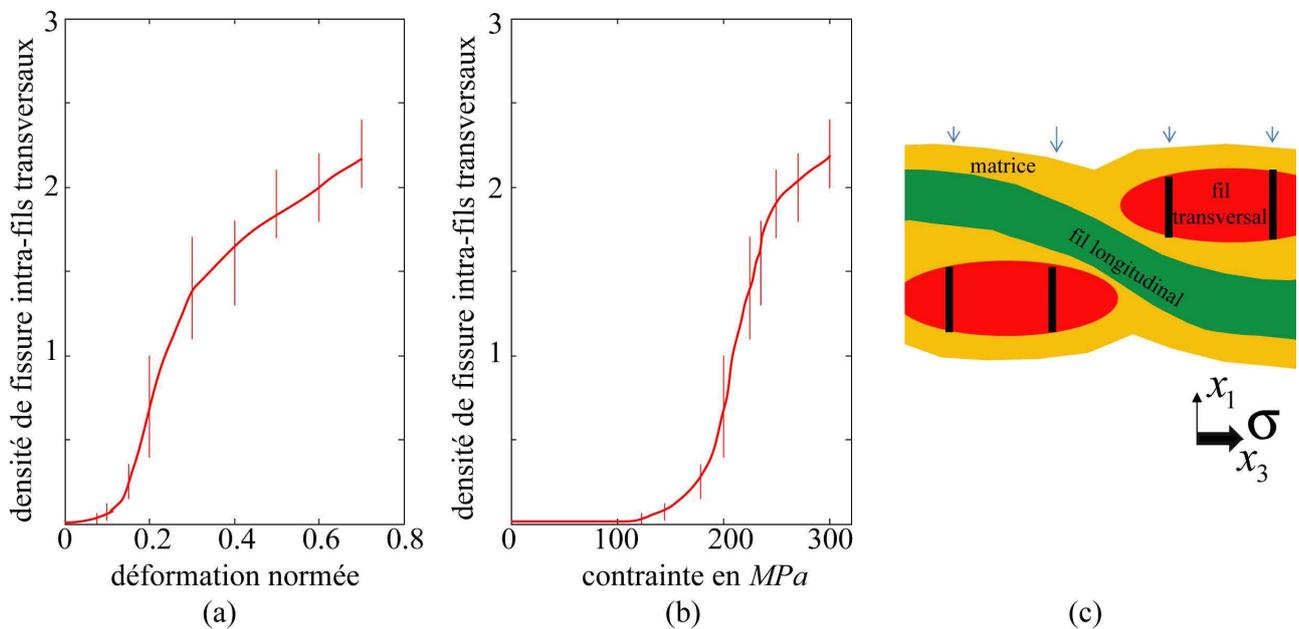


FIGURE 4.6 – Suivi de l'endommagement au sein des fils transversaux : (a) densité de fissuration en fonction de la déformation normée<sup>1</sup>, (b) densité de fissuration en fonction de la contrainte et (c) schématisation de la fissuration intra-fils transversaux perpendiculaire à la direction de chargement  $x_3$ .

La fissuration transversale au sein des fils transversaux est quantifiée à partir d'observations *in situ* sous charge. Les fissures observées sur les micrographies du matériau sous charge sont comptées. La densité de ces fissures intra-fils transversaux (nombre de fissures par *mm* par fils transversaux) associée à un état de contrainte-déformation (figure 4.6) est alors mesurée. On considère qu'il y a présence d'une fissure lorsque celle-ci traverse un fil transversal (figure 4.6 (c)). Des barres d'erreur sont attribuées à la mesure de cette densité de fissures : l'échantillon est arbitrairement divisé en 5 régions à comptabiliser, un écart type est ensuite attribué à la moyenne obtenue.

Le mécanisme de fissuration des fils transversaux est retardé par rapport à la fissuration matricielle inter-fils : cette fissuration n'intervient significativement qu'après 20 % de la déformation à rupture de l'éprouvette 5. Il augmente très rapidement jusqu'à 40 % de la déformation à rupture de l'éprouvette 5 puis ralentit au début de la zone correspondant au "plateau" de la courbe contrainte-déformation.

#### 4.1.3 Fils longitudinaux : endommagement microscopique

Comme dans la matrice inter-fils et les fils transversaux, les fissures au sein des fils longitudinaux se créent perpendiculairement au chargement. Les observations micrographiques 2D ne permettent pas de suivre le chemin d'une fissure. Il est donc délicat de savoir si elle traverse entièrement les fils longitudinaux (figure 4.7). Si le nombre de ces fissures augmente bien avec le chargement, il est difficile d'observer un pas de fissuration régulier.

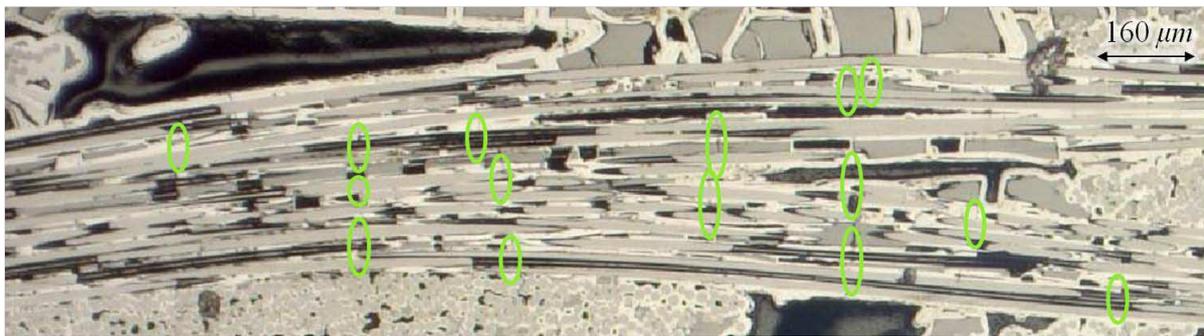


FIGURE 4.7 – Fissuration de la matrice intra-fils longitudinaux, perpendiculairement à la direction de sollicitation.

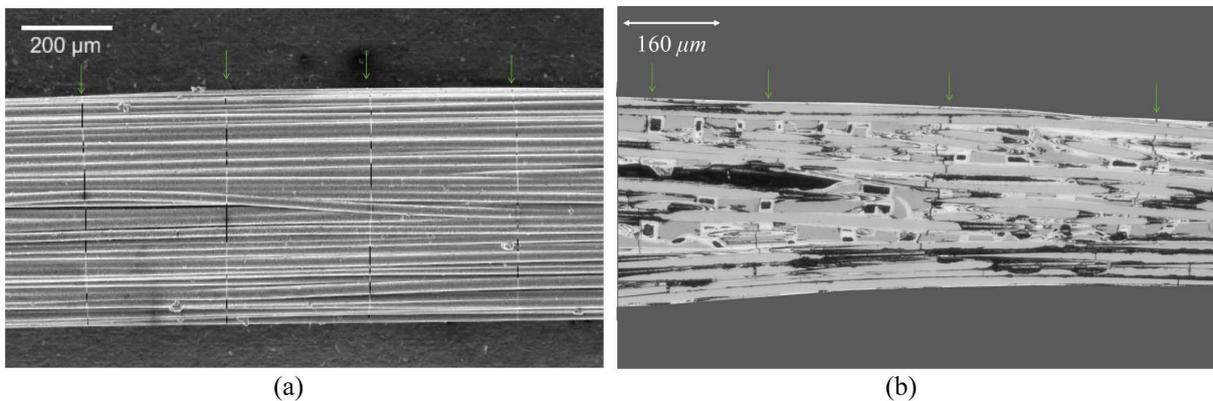


FIGURE 4.8 – (a) Observation MEB-FEB de la fissuration matricielle d'un mini-composite [Chateau (2011)] et (b) observation sous microscope de la fissuration matricielle au sein d'un fil longitudinal.

Les observations *in situ* sous charge quantifient l'évolution de la fissuration transversale au sein des fils longitudinaux. Du fait de la géométrie et des dimensions de ces fissures, les micrographies du matériau sous charge donnent seulement une estimation de la densité de ces fissures (nombre de fissures par  $mm$  par fils longitudinaux) associée à un état de contrainte-déformation (figure 4.9). On peut facilement imaginer que toutes les fissures n'ont pas été comptées (figure 4.8 (b)). Leur forme complexe [Chateau (2011)], leur déviation due aux formes des porosités ou aux dispositions particulières des fibres ne permettent pas d'observer toutes les fissures sur une micrographie plane [Bertrand *et al.* (2001)].

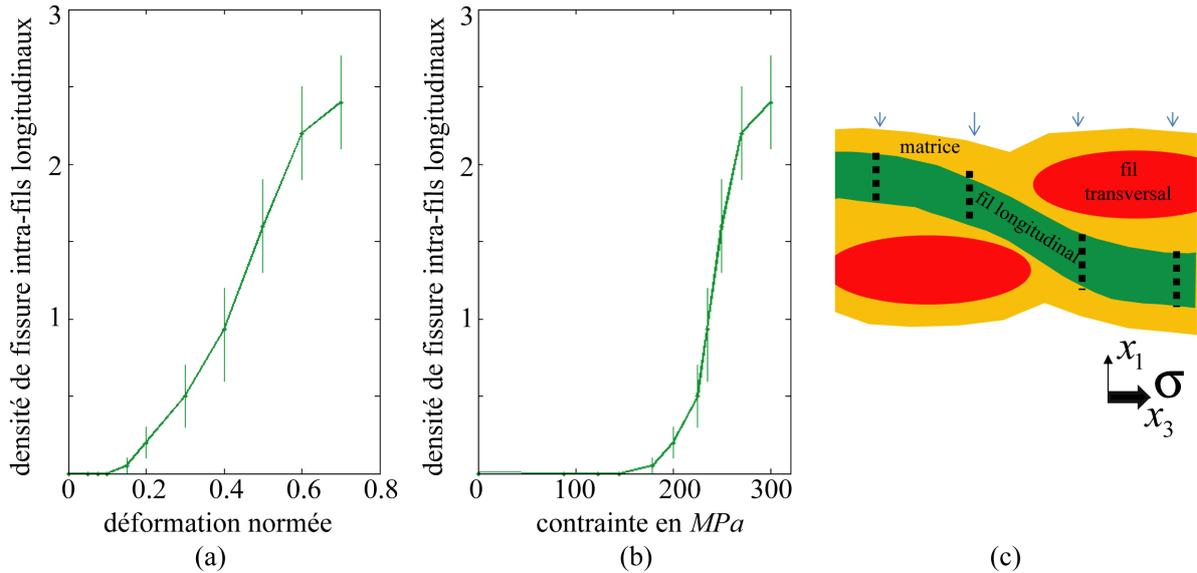


FIGURE 4.9 – Suivi de l'endommagement au sein des fils longitudinaux : (a) densité de fissuration en fonction de la déformation normée<sup>1</sup>, (b) densité de fissuration en fonction de la contrainte et (c) schématisation de la fissuration intra-fils longitudinaux perpendiculaire à la direction de chargement  $x_3$ .

On considère qu'il y a présence d'une fissure lorsqu'un ensemble de microfissures est transversalement aligné (figure 4.9 (c)). Les barres d'erreur sont directement reliées à la méthode de mesure de densité : la zone d'observation comporte 10 fils longitudinaux dans l'épaisseur, une moyenne et un écart type est calculé à partir du nombre de fissures mesuré sur la longueur observée de chacun de ces fils.

À titre d'exemple et pour confronter les ordres de grandeur des mesures de cette densité de fissuration du composite, les observations sous MEB et les résultats sur mini-composites de Chateau (2011) (figure 4.8 (a)), ont été étudiés. Bien que ces mini-composites possèdent des fibres Hi-Nicalon S et une matrice élaborée exclusivement par CVI, le tableau 4.3 résume les mesures similaires de densité de fissuration sur fils longitudinaux et mini-composites.

	volume $V_f$	volume $V_m$	volume $V_p$	pas ( $\mu m$ ) $1/d_{longi}$	densité $d_{longi}$	nombre d'éprouvettes étudiées
mini-composite (Chateau, 2011)	0.58	0.30	0.12	250-333	3-4	5
fil longitudinal SiC/SiC tissé 3D	0.54	0.40	0.06	$400 \pm 100$	$2.5 \pm 0.5$	1

TABLEAU 4.3 – Confrontation du composite avec un mini-composite SiC/SiC avec interface  $P yC$  similaire.

Le mécanisme de fissuration des fils longitudinaux est retardé par rapport aux deux réseaux de fissuration précédents. Il apparaît significativement au niveau du "plateau" de la courbe contrainte-déformation. La rupture du composite (figure 4.10) se produit après saturation de la fissuration au sein des fils longitudinaux. Les fibres longitudinales supportent la totalité de l'effort. La rupture d'une fraction critique de fibres entraîne la rupture des fils longitudinaux, puis celle de l'éprouvette.

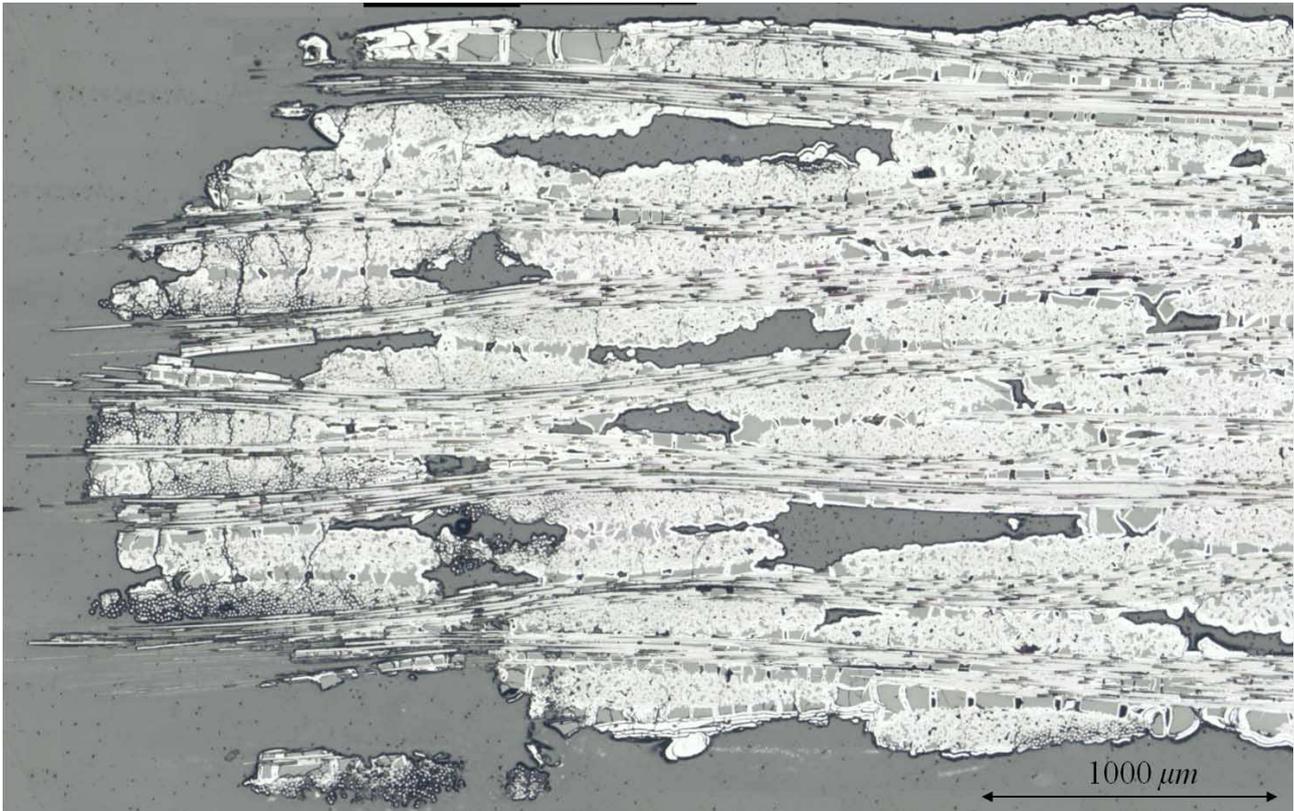


FIGURE 4.10 – Faciès de rupture d'une éprouvette sollicitée en traction.

#### 4.1.4 Cinétique des réseaux de microfissuration

La figure 4.11 schématise la séquence de la fissuration à l'échelle de la préforme tissé 3D. L'évolution des densités de fissuration est relative aux quatre zones d'endommagement de la courbe contrainte-déformation (figure 4.12 (a)). La densité de fissures perpendiculaires à la direction du chargement  $x_3$  augmentent rapidement dans la matrice inter-fils et au sein des fils transversaux jusqu'à la fin de la zone 2 correspondant au "coude" de la courbe contrainte-déformation. Puis, au début du "plateau" de la courbe contrainte-déformation, la croissance de ces deux réseaux de fissuration ralentit (courbes orange et rouge de la figure 4.12 (b) et (c)). De nouvelles fissures apparaissent alors progressivement dans les fils longitudinaux<sup>3</sup> à une échelle plus microscopique (figure 4.11 (c) et courbe verte de la figure 4.12). La rupture intervient après saturation de l'endommagement de la matrice au sein des fils longitudinaux (zone 4 de la courbe contrainte-déformation). Les fibres supportent alors la totalité des efforts.

3. Cette région de fissuration est le siège de phénomènes dissipatifs liés à la formation de décohésions aux interfaces fibre-matrice [Olivier (1998) ; Kafrou (2006)].

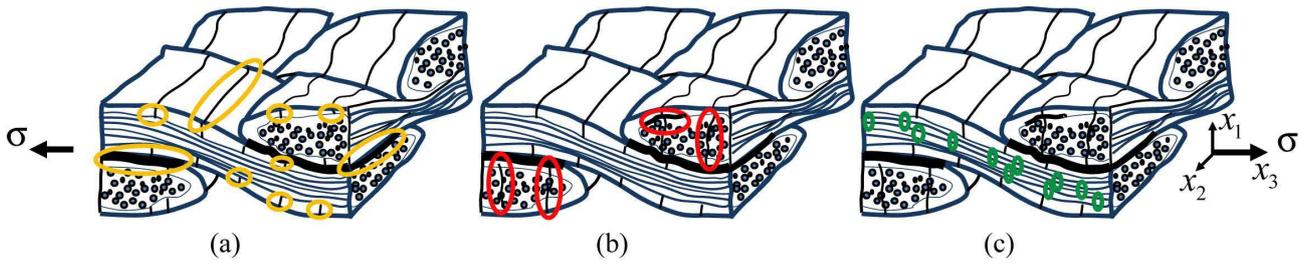


FIGURE 4.11 – Localisation et séquence de fissuration : (a) matrice inter-fils, (b) fils transversaux et (c) fils longitudinaux.

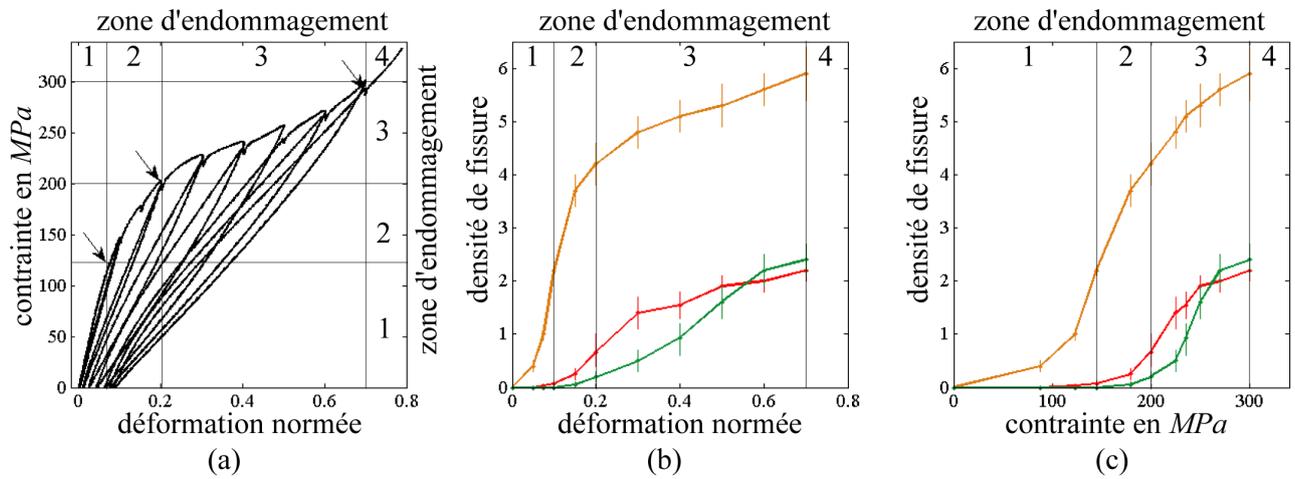


FIGURE 4.12 – Suivi de l'endommagement au sein du composite SiC/SiC tissé 3D : (a) courbe contrainte-déformation normée<sup>1</sup>, les flèches indiquent la fin de la zone quasi-linéaire, la fin du "coude" et la fin du "plateau", (b) densité de fissuration en fonction de la déformation normée<sup>1</sup> et (c) densité de fissuration en fonction de la contrainte. Fissuration inter-fils (orange), fissuration des fils transversaux (rouge) et fissuration des fils longitudinaux (vert). Les traits verticaux repèrent les quatre zones de comportement.

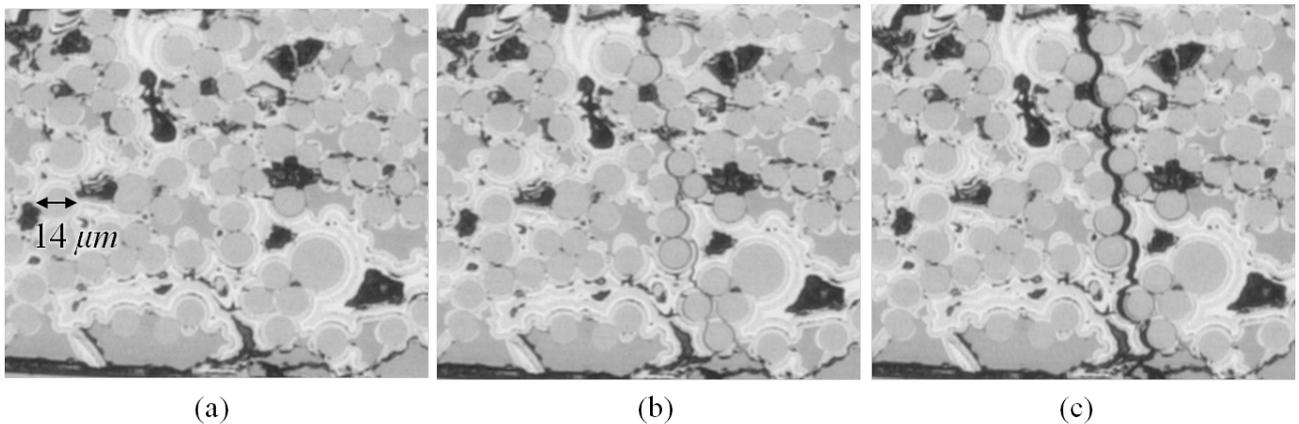


FIGURE 4.13 – Séquence d'ouverture d'une fissure transverse : (a) matériau sain, (b) matériau fissuré et (c) ouverture de la fissure sous charge ( $\approx 2.4 \mu m$ ).

Avant rupture, les densités de fissuration inter-fils longitudinaux et transversaux sont quasi-identiques (figure 4.12). Les observations micrographiques montrent que les fissures au sein des fils transversaux sont en vis-à-vis des fissures au sein des fils longitudinaux. La rupture du matériau a lieu lorsque les fissures au sein de la matrice intra-fils et les fissures inter-fils se rejoignent pour former une fissure macroscopique (figure 4.10).

Les phénomènes d'ouverture des fissures sous charge sont bien visibles sur les micrographies et ceci dans les trois régions de fissuration : intra et inter fils. L'ouverture d'une fissure transverse intra-fil transversal est représentée figure 4.13. Le fil transversal de petit rayon  $90 \mu m$  (figure 4.13 (a)) est entièrement traversé par une fissure perpendiculaire à la direction du chargement  $x_3$  (figure 4.13 (b)). Sur la figure 4.13 (c), la fissure s'ouvre sous l'effet du chargement jusqu'à atteindre  $2.4 \pm 0.4 \mu m$  avant rupture.

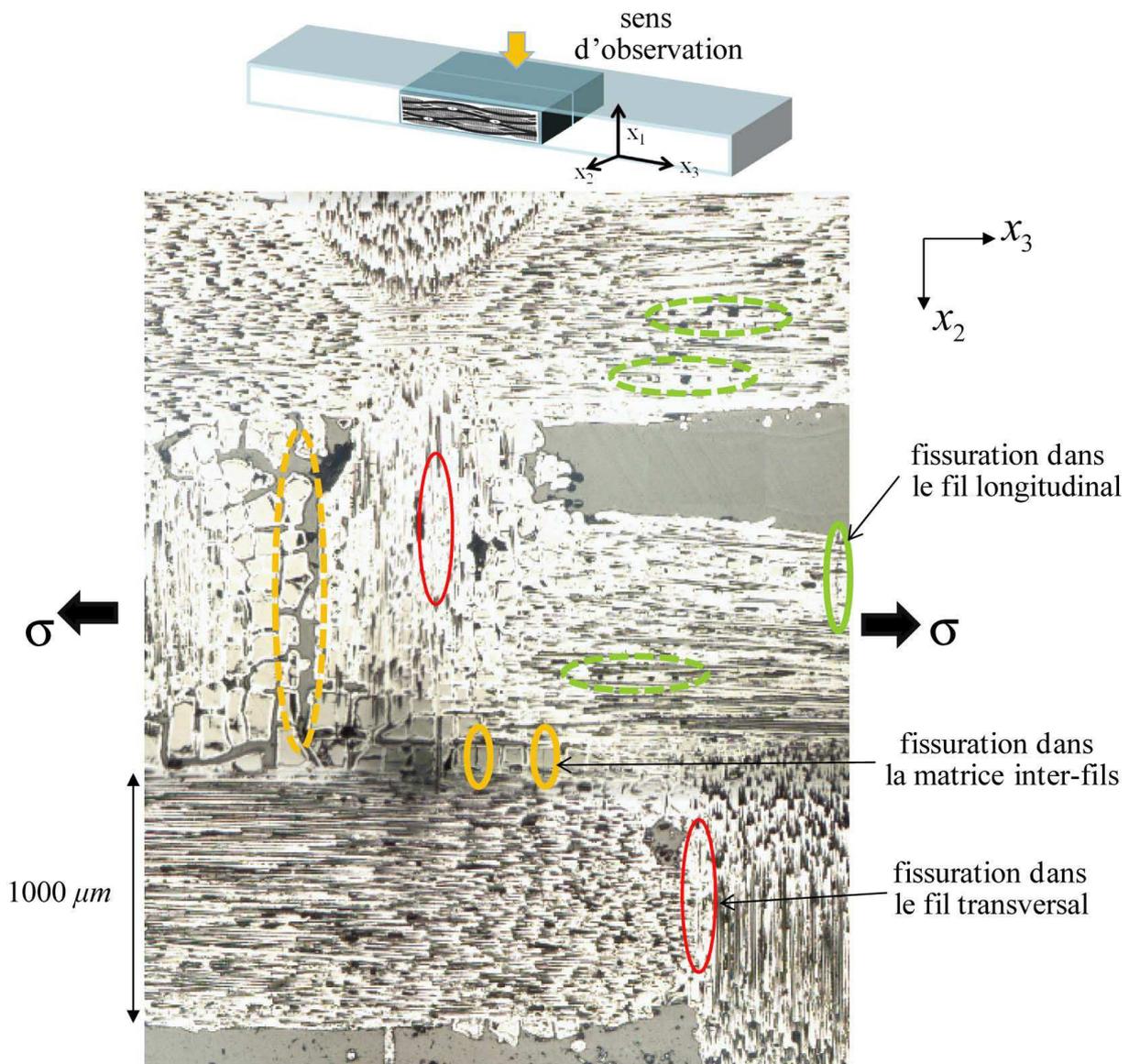


FIGURE 4.14 – Coupe dans l'épaisseur (normale suivant la direction  $x_1$ ). Les zones entourées en trait plein soulignent les trois régions de fissuration transverse. Les zones entourées de pointillés soulignent les orientations privilégiées des porosités de la matrice inter-fils (orange) et intra-fils longitudinaux (vert).

---

Les mécanismes d'endommagement possèdent naturellement une géométrie 3D. Pour prendre en compte les trois dimensions de l'espace, des micrographies d'éprouvettes rompues découpées suivant différentes orientations ont été réalisées. Aucune fissuration n'a pu être observée sur les micrographies ayant pour normale la direction du chargement  $x_3$ .

La figure 4.14 présente un coupe obtenue dans l'épaisseur du matériau (échantillon ayant  $x_1$  comme normale). Les fissures dans les trois régions du matériau sont observées : la fissuration de la matrice interfils (en orange), la fissuration des fils transversaux (en rouge) et la fissuration des fils longitudinaux (en vert). On distingue les zones entourées de pointillés correspondant à des porosités dues au retrait des blocs de matrice voie liquide. Elles sont d'orientation identique aux fissures transverses.

Du fait du tissage 3D, des multiples échelles structurales, de l'élaboration par voie mixte (liquide et gazeuse) et de l'hétérogénéité importante du CMC SiC/SiC tissé 3D, la quantification de la microfissuration multiple du matériau par des observations micrographiques en cours d'essais de traction *in situ* est longue et fastidieuse. La chronologie de l'endommagement décrite reste complexe et encore imprécise en vue des seules coupes 2D possibles. En particulier, les longueurs des décohésions ne sont pas mesurables.

L'identification des composantes du tenseur de rigidité au cours d'essais de traction (chapitre 3) offre une information 3D sur l'endommagement. La confrontation des mesures des variations des composantes du tenseur de rigidité et des mesures de la densité des réseaux de microfissuration relie une estimation volumique de la fissuration à une compréhension de la localisation de celle-ci, et ainsi rapproche la réponse macroscopique du matériau à son endommagement microstructural.

## 4.2 Corrélation entre densité de microfissuration et variation du tenseur de rigidité

Les mesures des variations du tenseur de rigidité du chapitre 3, section 3.2.1, sont reliées aux évolutions des différents réseaux de fissuration localisés et quantifiés à partir des observations micrographiques. Les éprouvettes 1, 2 et 3-1 caractérisées par la méthode ultrasonore ainsi que l'éprouvette 5 de l'essai *in situ* sont définies comme représentatives du comportement "typique" du CMC SiC/SiC tissé 3D. Si un comportement "typique" moyen de la fissuration transverse est relativement facile à dégager, celui relatif aux décohésions demande quelques précautions.

L'analyse détaillée du comportement de l'éprouvette 3-1 "typique" montre que les identifications des tenseurs de rigidité des trois derniers paliers sont moins précises. Cette éprouvette n'est donc pas considérée dans le comportement "typique" moyen. Les variations des rigidités des éprouvettes 1 et 2 normées par rapport à leur valeur initiale, sont superposées sur la figure 4.15. Considérer les rigidités normées supprime la dispersion des propriétés d'élasticité initiales. Cette superposition confirme les variations identiques des composantes des tenseurs de rigidité de ces deux éprouvettes.

Toutefois, pour comparer les variations des rigidités d'une éprouvette à l'autre, il est préférable de ne pas raisonner en fonction des contraintes et des déformations mais, par rapport aux quatre zones de comportement : de l'état initial à la fin de la zone quasi-linéaire, le "coude", le "plateau" et le raidissement avant rupture. Néanmoins, ces quatre zones d'endommagement ne sont pas précisément délimitées (figure 4.1). Ni les observations micrographiques *in situ*, ni les évaluations ultrasonores ne sont continues. Ainsi, la précision des limites de ces quatre zones est le pas de contrainte ou de déformation séparant deux paliers d'acquisition (figure 4.16 (a)). En moyenne, la fin de la zone quasi-linéaire se situe alors autour de 10 % de la déformation à rupture<sup>4</sup>, la sortie du "coude" à environ 25% de la déformation à rupture et la sortie du "plateau" correspond à un palier à contrainte constante avant rupture (figure 4.16 (b)).

---

4. À ce niveau, l'endommagement est déjà significativement présent au sein du matériau.

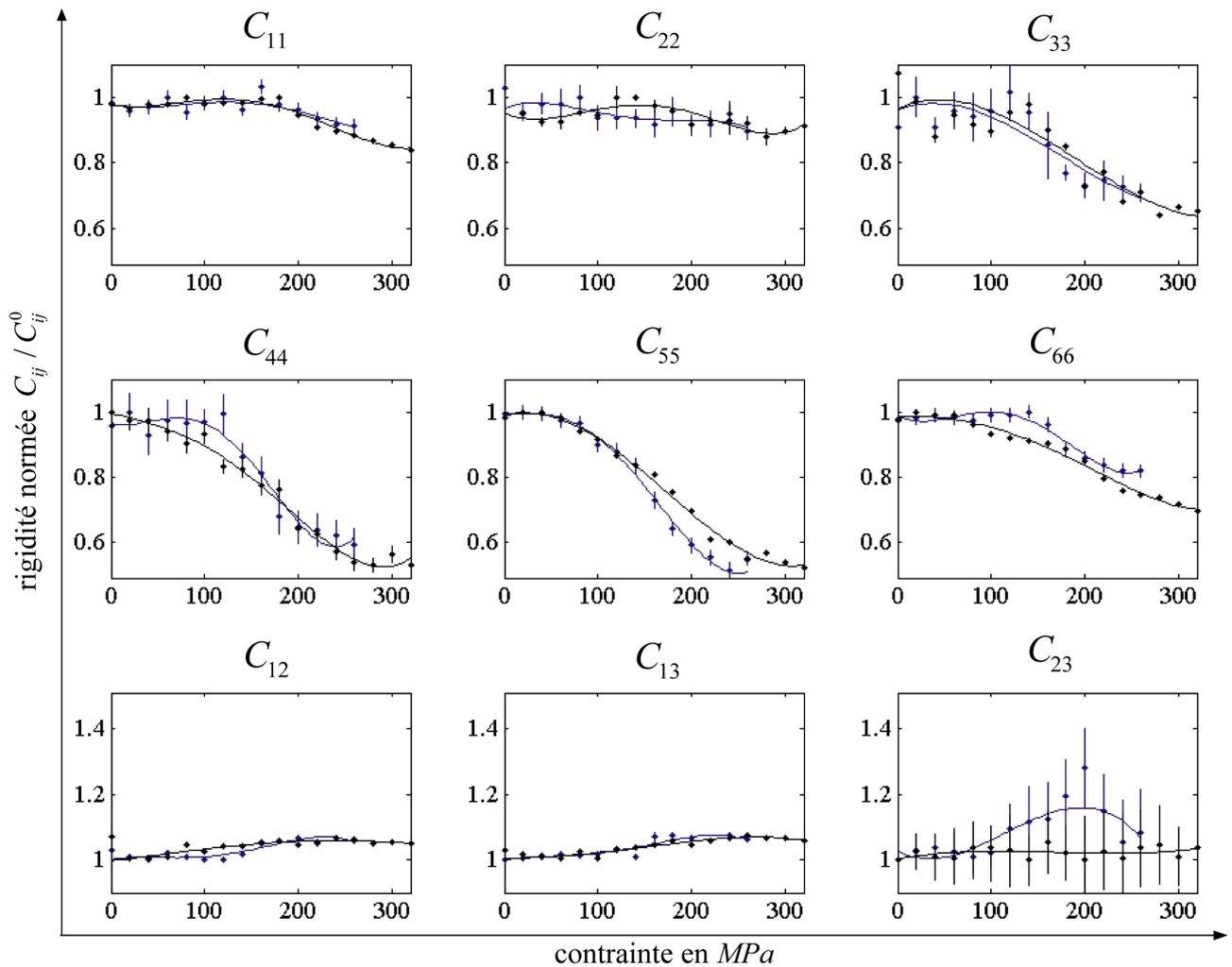


FIGURE 4.15 – Variation des rigidités normées par rapport à leur valeur initiale, en fonction de la contrainte de traction (MPa). Les courbes correspondent à une interpolation de l'ensemble des valeurs identifiées : éprouvette 1 (en bleu), éprouvette 2 (en noir).

#### 4.2.1 À la recherche du comportement moyen

Pour dégager un comportement "typique" moyen, le raisonnement ne se fait donc plus en terme de contrainte ou de déformation mais par rapport aux quatre zones de comportement du CMC SiC/SiC tissé 3D. Sur la figure 4.16 (a), les limites de ces quatre zones sont repérées pour les éprouvettes 1, 2 et 5. Les valeurs moyennes de ces limites sont représentées (figure 4.16 (b)). Une densité de fissuration est ainsi associée à la fin de la zone quasi-linéaire, en fin de "coude" et en fin de "plateau" des courbes contrainte-déformation normées par rapport aux valeurs à rupture. Une cinétique d'évolution des densités de fissuration associée aux quatre zones d'endommagement est tracée en fonction des déformations et contraintes moyennes normées<sup>5</sup> (figures 4.17 (a) et (b)).

5. Par rapport aux valeurs de contrainte-déformation à rupture.

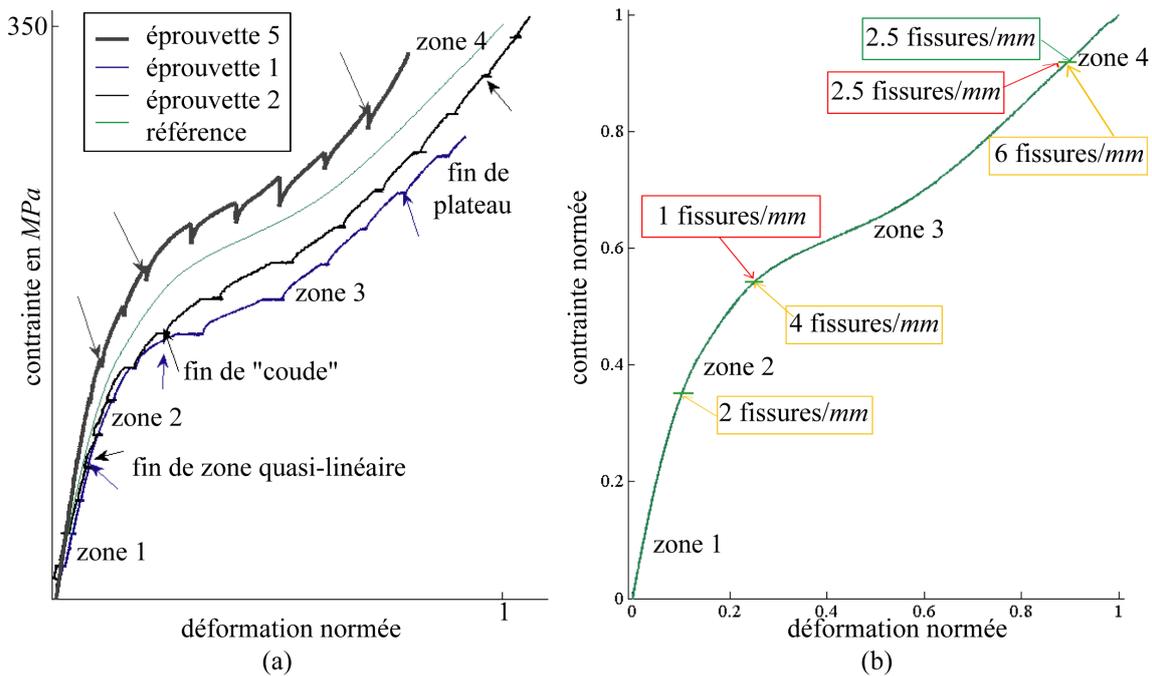


FIGURE 4.16 – (a) Limite des quatre zones de comportement sur les courbes de contrainte-déformation normalisée<sup>1</sup> des éprouvettes 1, 2, 5 et de la courbe de référence (chapitre 1) et (b) densité des trois réseaux de fissuration transverse aux valeurs moyennes des limites des quatre zones de comportement repérées sur la courbe contrainte-déformation de référence normalisée<sup>5</sup> : la fissuration inter-fils est en orange, la fissuration intra-fils transversaux est en rouge et la fissuration intra-fils longitudinaux en vert.

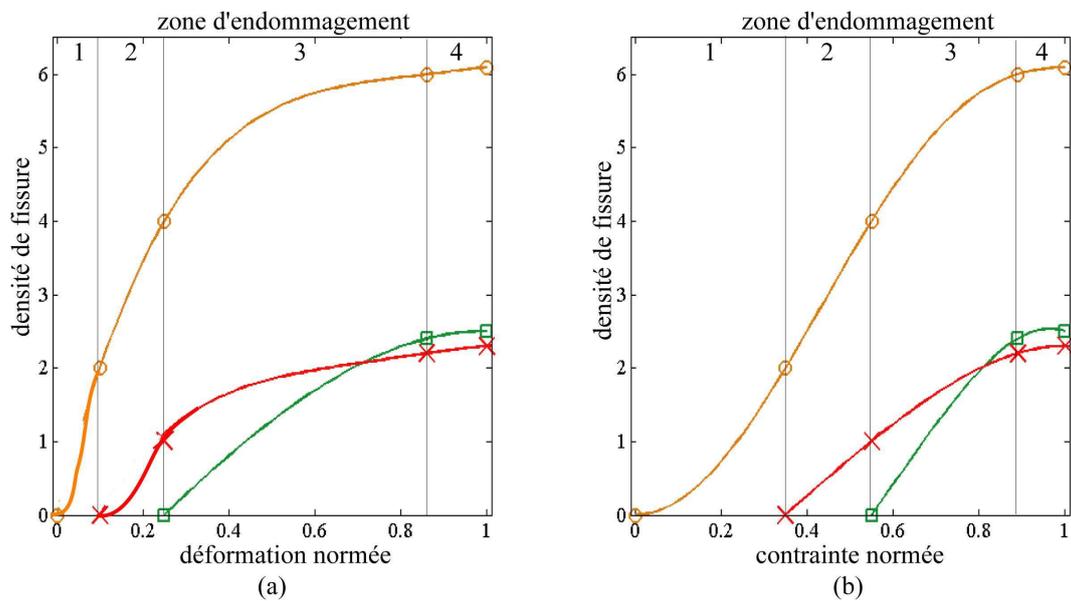


FIGURE 4.17 – Évolution des densités des trois réseaux de fissuration transverse par rapport aux quatre zones de comportement des courbes contrainte-déformation. (a) Densité des trois réseaux de fissuration en fonction de la déformation moyenne normalisée<sup>5</sup> et (b) en fonction de la contrainte moyenne normalisée<sup>5</sup>.

Ainsi, les densités des trois réseaux de fissuration transverse et les variations du tenseur de rigidité sont propres à chacune des quatre zones de comportement. Cette relation permet de tracer les évolutions des composantes du tenseur en fonction de ces densités. Sur la figure 4.18, les tenseurs de rigidité des éprouvettes 1 et 2 sont tracés en fonction de la densité de fissuration matricielle inter-fils. La moyenne sur ces deux éprouvettes leur est superposée et définit ainsi la variation "**typique**" **moyenne** du tenseur de rigidité en fonction de la densité de fissuration inter-fils. Naturellement, les fissurations intra-fils transversaux et longitudinaux induisent aussi des pertes de rigidité du SiC/SiC tissé 3D.

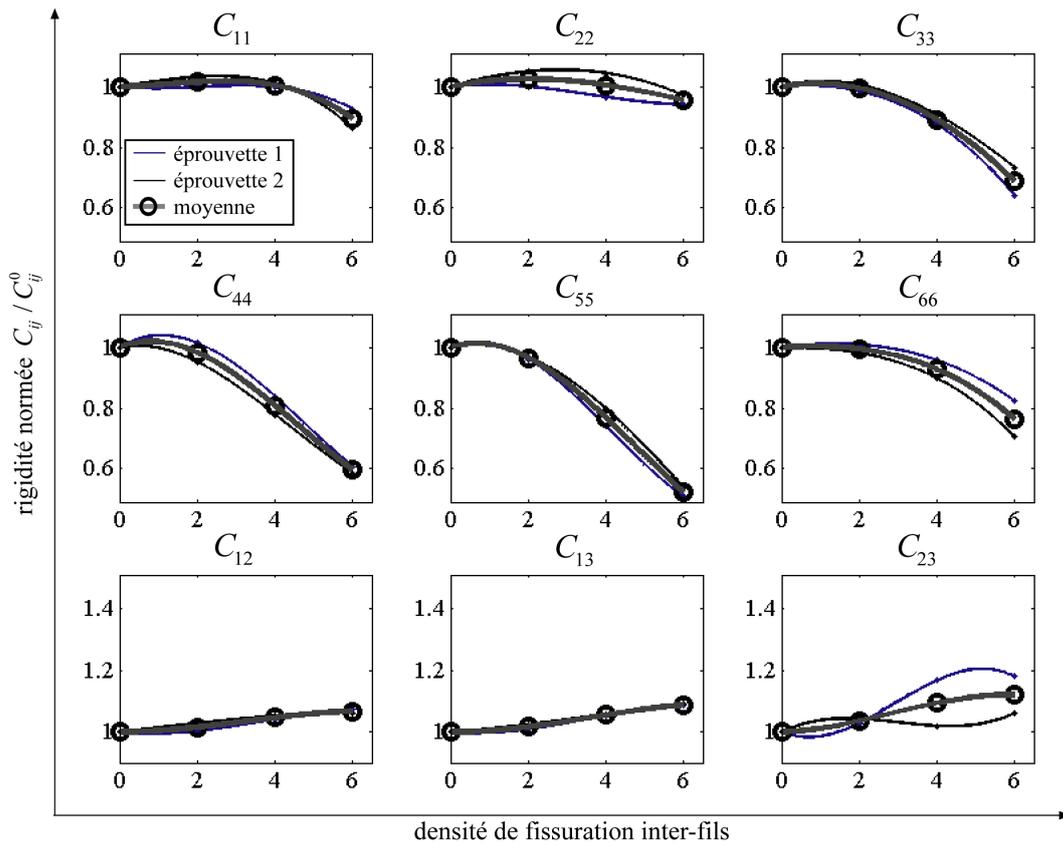


FIGURE 4.18 – Variation des composantes du tenseur de rigidité normé<sup>6</sup> en fonction de la densité des microfissures matricielles transverses inter-fils.

Le tissage 3D et la forme ellipsoïdale des fils induisent certainement des géométries de fissures assez complexes. L'effet de telles fissures sur les pertes de rigidité n'est pas élémentaire. Par exemple, la variation de la composante  $C_{55}$  est influencée par les fissures transverses mais aussi par les décohésions. Si la loi d'évolution de la densité des fissures transverses peut être déterminée à partir d'observations micrographiques, la longueur des décohésions est nettement plus difficile à évaluer.

Une modélisation multi-échelle de l'endommagement du SiC/SiC tissé 3D utilisant les lois d'évolution des densités des réseaux de microfissuration matricielle issues des observations micrographiques et la variation des composantes du tenseur de rigidité identifiée par la méthode ultrasonore, permettra (chapitre 5) de valider les interprétations des chutes de rigidité induites par les réseaux de microfissuration, de coupler l'effet de ces différents réseaux et d'estimer la longueur encore inconnue des décohésions.

6. Par rapport aux rigidités initiales.

## 4.2.2 Ouvertures des fissures transverses sous charge

Les observations micrographiques ont permis l'identification des lois d'évolution des trois réseaux de fissuration transverse (figure 4.17) et montrent le mécanisme d'ouverture des fissures transverses sous charge (figure 4.13). Ce mécanisme de déformation "anélastique" représente plus de 60 % de la déformation à rupture (figure 3.18), alors que les 40 % de déformation restant représentent l'effet "élastique" de la microfissuration qui traduit l'augmentation de la souplesse  $S_{33}$  suivant la direction de traction  $x_3$  (figure 3.17). La partition de la déformation totale en une part "élastique endommagée" et "anélastique" est représentée figure 4.19 en contrainte-déformation normées par les valeurs à rupture.

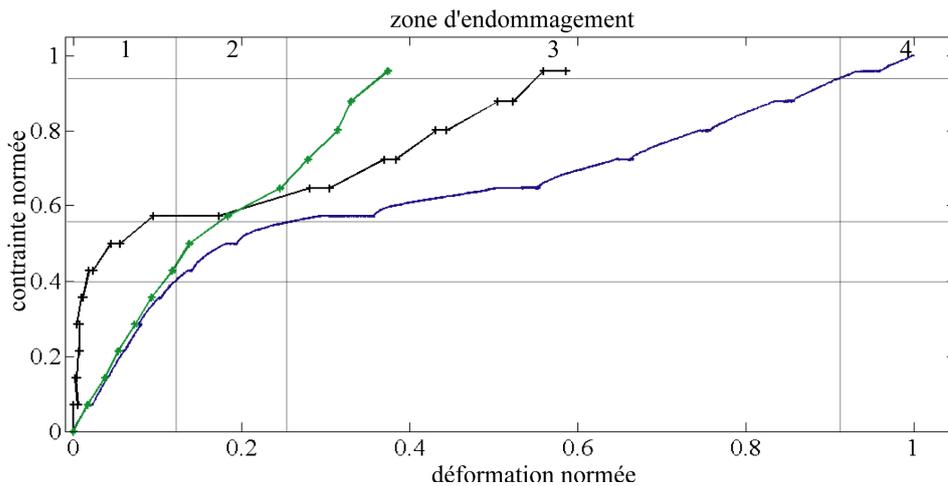


FIGURE 4.19 – Courbe contrainte-déformation normée<sup>5</sup> de l'éprouvette 1 caractérisée par méthode ultrasonore. La courbe en vert correspond à la déformation élastique, la courbe en noir correspond à la déformation "anélastique"; différence entre la déformation mesurée par extensométrie et la déformation élastique.

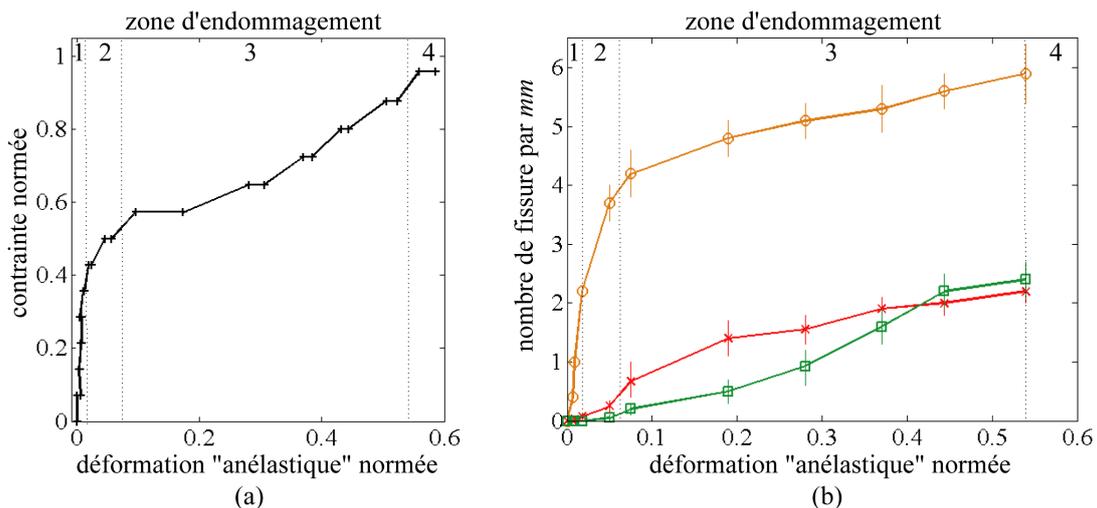


FIGURE 4.20 – (a) Courbe contrainte-déformation "anélastique" normée par rapport à la déformation totale à rupture de l'éprouvette 1 et zones d'endommagement associées et (b) nombre de fissures par  $mm$  pour les trois régions de fissuration en fonction de la déformation "anélastique" normée. Fissuration inter-fils (orange), fissuration des fils transversaux (rouge) et fissuration des fils longitudinaux (vert).

Pour relier cette déformation "anélastique" à la densité des fissures transverses, il est préférable de raisonner par rapport aux quatre zones de comportement représentées en haut de la figure 4.20 (a). La figure 4.20 (b) représente le nombre de fissure par  $mm$  en fonction de la déformation "anélastique". Dans la zone 1 de l'endommagement, la déformation "anélastique" est pratiquement nulle, les rares fissures créées dans cette zone quasi-linéaire, sont très peu ouvertes. Dans la zone 2 correspondant au "coude" de la courbe contrainte-déformation, la déformation "anélastique" augmente avec la multiplication des fissures inter-fils. Dans la zone 3, la déformation "anélastique" croît fortement, bien que le nombre de fissure matricielle se stabilise. Cette zone de "plateau" est sans doute associée à une importante ouverture des fissures matricielles inter-fils.

S'agissant de réseaux de fissuration de trois régions d'endommagement distinctes et réparties dans toute la section de l'éprouvette, les fissures transverses dans la matrice inter-fils, celles intra-fils transversaux et intra-fils longitudinaux, s'ouvrent en "parallèle". La déformation "anélastique" est alors identique pour les trois régions de fissuration. Ainsi, la mise en relation du nombre de fissures par  $mm$  avec cette déformation donne accès aux ouvertures de fissure. En considérant que la déformation "anélastique" est la somme macroscopique des ouvertures des fissures transverses de chaque réseau [Morvan et Baste (1998)], on peut calculer l'ouverture moyenne d'une fissure (figure 4.21).

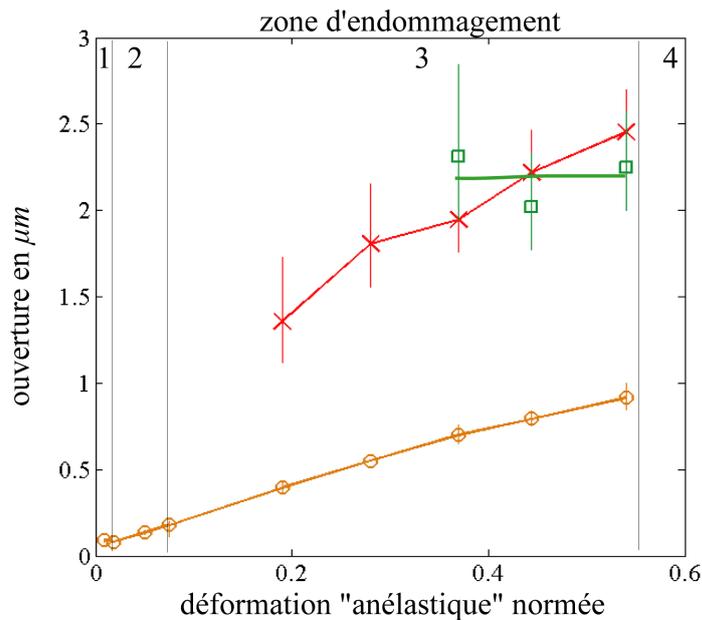


FIGURE 4.21 – Ouverture des fissures en  $\mu m$  pour les trois régions de fissuration en fonction de la déformation "anélastique" normée par rapport à la déformation totale à rupture de l'éprouvette 1. Fissuration inter-fils (orange), fissuration des fils transversaux (rouge) et fissuration des fils longitudinaux (vert).

Si on considère la déformation à rupture approximativement égale à 1 % de déformation. À rupture, la part "anélastique" correspondant à 60 % de la déformation à rupture, équivaut à  $6 \mu m$  d'allongement par  $mm$ , c'est-à-dire  $6 \mu m$  d'ouverture des fissures par  $mm$ . Les ouvertures matricielles inter-fils sont en moyenne voisines de  $1 \mu m$  et les ouvertures au sein des fils transversaux et longitudinaux sont de l'ordre de  $2.4 \mu m$ . Cette dernière valeur est en accord avec l'ouverture de  $2.4 \mu m$ , mesurée de la fissure intra-fil transversal de la figure 4.13 (c).

La cinétique de l'ouverture des fissures est tracée en fonction de la contrainte et de la déformation normées par rapport à leur valeur à rupture (figure 4.22). Dans la zone 2 de l'endommagement, les fissures inter-fils se créent avec une faible ouverture. Ce réseau de fissuration sature dans la zone 3, leur ouverture augmente alors progressivement pour atteindre une valeur moyenne voisine de  $1 \mu\text{m}$  à rupture. Cette cinétique et les ordres de grandeur des ouvertures des microfissures transverses inter-fils sont très comparables à l'évolution des ouvertures mesurées par Chateau (2011) sur mini-composite SiC/SiC (figure 4.23). Naturellement, la comparaison des résultats sur mini-composite et sur composite tissé 3D doit être menée avec circonspection compte tenu des échelles et des conditions de confinement très différentes de ces deux systèmes.

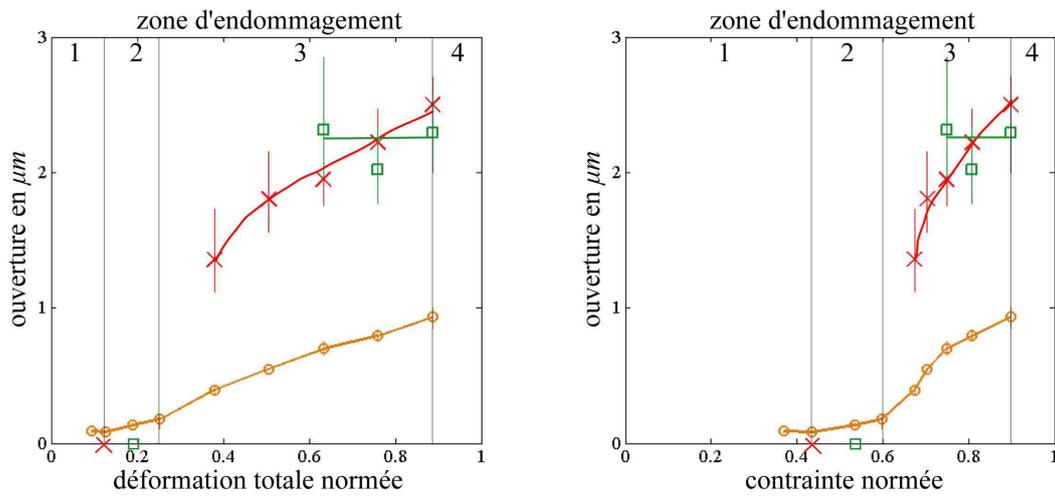


FIGURE 4.22 – Évolution moyenne des ouvertures des fissures (a) en fonction de la déformation normée<sup>5</sup> et (b) en fonction de la contrainte normée<sup>5</sup>. Fissuration inter-fils (orange), fissuration des fils transversaux (rouge) et fissuration des fils longitudinaux (vert).

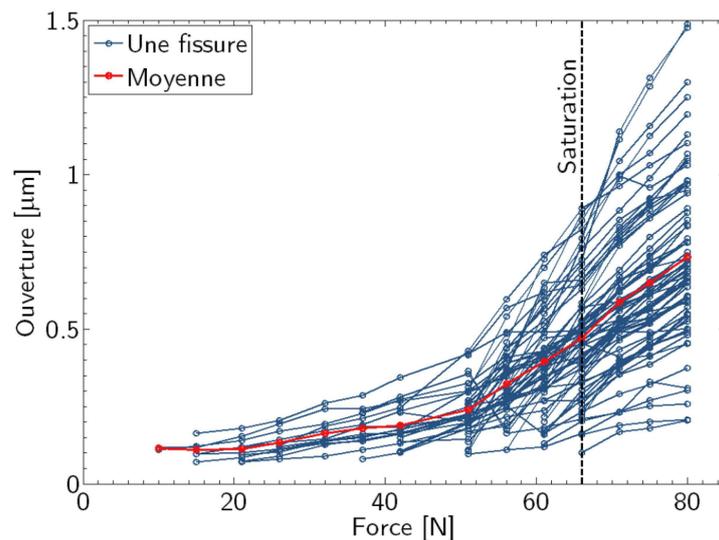


FIGURE 4.23 – Évolution des ouvertures et de l'ouverture moyenne en fonction de l'effort mesurée sur un mini-composite SiC/SiC [Chateau (2011)]

La fissuration intra-fil transversaux apparaît dans la zone 3 de la courbe contrainte-déformation et atteint très vite une densité dépassant 1 fissure par  $mm$ . Son ouverture croît progressivement jusqu'à approximativement  $2.4 \mu m$  en fin du "plateau". Le nombre de fissures intra-fils longitudinaux dépasse 1 fissure par  $mm$  vers la fin de la zone 3 de la courbe contrainte-déformation, ce réseau s'ouvre rapidement vers une valeur voisine de  $2.4 \mu m$ .

La partition de la déformation totale sépare deux conséquences macroscopiques de la multi-fissuration du composite SiC/SiC tissé 3D : la perte de rigidité et l'ouverture des fissures transverses. Les cinétiques des densités de fissures et de leurs ouvertures correspondent à un choix de variables internes en nombre réduit et ayant une signification physique claire. Ces deux grandeurs gouvernent le comportement mécanique du composite.

Les effets "anélastiques" sont essentiels à la description du comportement en sollicitation cyclée. L'ouverture-fermeture des fissures transverses au cours des boucles d'hystérésis n'est possible qu'en présence de décohésions aux interfaces fibre-matrice ou fil-matrice. La modélisation multi-échelle menée au chapitre 5 permettra d'estimer les longueurs encore inconnues des décohésions.

## Chapitre 5

# Approche multi-échelle du comportement mécanique du SiC/SiC tissé 3D

*Ce chapitre présente la modélisation du composite SiC/SiC tissé 3D aux différentes échelles de sa microstructure, le lien entre celles-ci est établi par homogénéisation. Les propriétés d'élasticité de la cellule élémentaire représentative du composite sont retrouvées à partir des caractéristiques des constituants et de la séquence de tissage de la préforme. L'introduction discrète de trois réseaux de microfissuration et de leur cinétique dans la représentation multi-échelle par éléments finis du composite, valide les évolutions expérimentales du tenseur de rigidité et permet d'accéder aux longueurs de décohésion difficilement mesurables.*

### Sommaire

---

<b>5.1</b>	<b>Vers une approche micromécanique . . . . .</b>	<b>100</b>
5.1.1	Une solution multi-échelle . . . . .	100
<b>5.2</b>	<b>Modélisation multi-échelle du comportement élastique du SiC/SiC tissé 3D . . . . .</b>	<b>102</b>
5.2.1	Morphologie et propriétés de la microstructure : fibre, matrice, interphase . . . . .	102
5.2.2	Morphologie et propriétés d'un fil (mini-composite) : fibre, matrice, porosité . . . . .	106
5.2.3	Morphologie et propriétés du composite tissé 3D : fils tissés, matrice et porosité . . . . .	110
5.2.4	Procédure multi-échelle itérative d'identification des propriétés des constituants . . . . .	112
<b>5.3</b>	<b>Modélisation multi-échelle de l'endommagement du SiC/SiC tissé 3D . . . . .</b>	<b>115</b>
5.3.1	Matrice inter-fils : endommagement mésoscopique . . . . .	116
5.3.2	Fils transversaux : endommagement mésoscopique . . . . .	119
5.3.3	Fils longitudinaux : endommagement microscopique . . . . .	121
5.3.4	Endommagement multi-échelle du SiC/SiC tissé 3D . . . . .	122
<b>5.4</b>	<b>Développement et autres applications de l'approche multi-échelle . . . . .</b>	<b>125</b>

---

## 5.1 Vers une approche micromécanique

Les modèles micromécaniques prévoient la réponse macroscopique et l'état d'endommagement d'un composite à partir des propriétés de ses constituants, de leurs interfaces et de leur organisation spatiale. La multitude des constituants utilisés lors de l'élaboration des composites SiC/SiC tissé 3D et leur complexité microstructurale rendent difficile la détermination expérimentale de leurs propriétés mécaniques ou géométriques exactes. De plus, les limites actuelles des performances des machines de calcul n'autorisent pas le passage micro-méso-macro complet (figure 5.1). Des simplifications sont donc obligatoires.

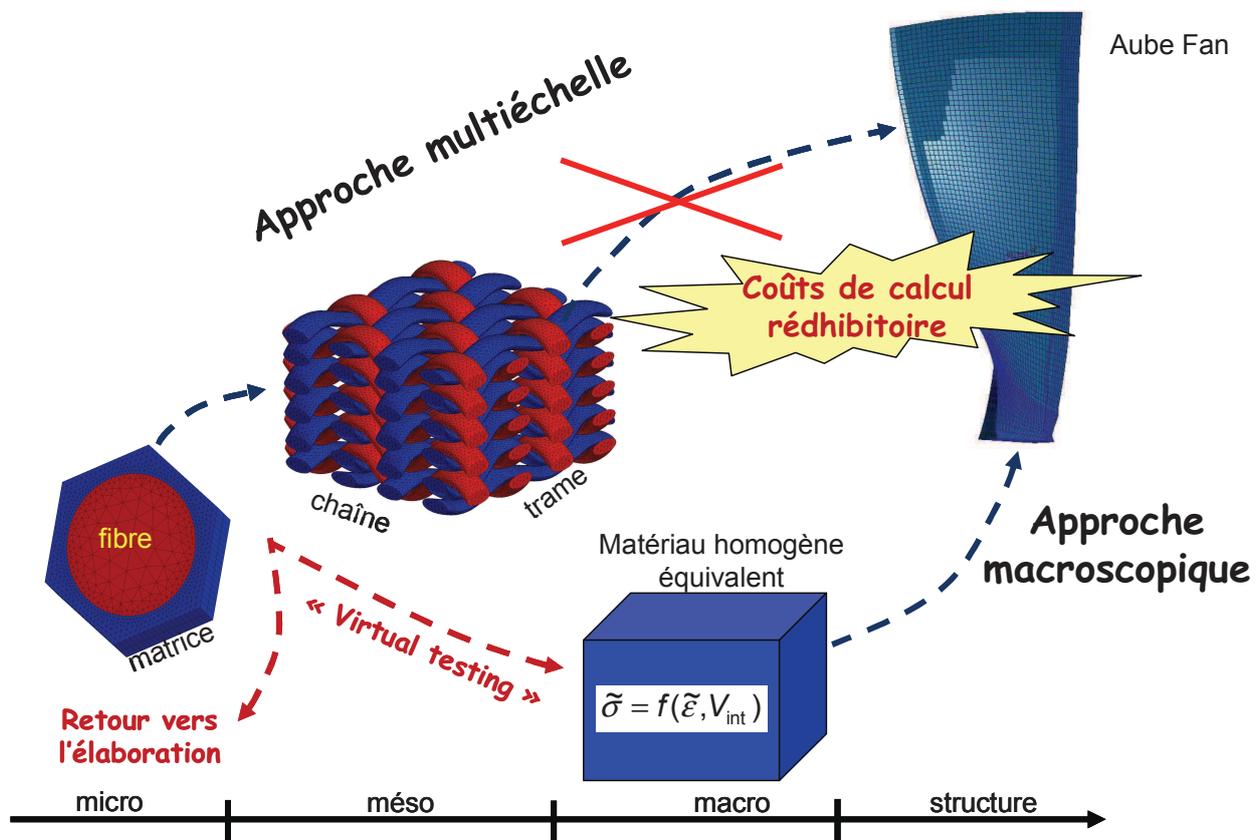


FIGURE 5.1 – Couplage d'une approche multi-échelle et d'une approche macroscopique : cas des composites tissés 3D [Marcin (2010)].

### 5.1.1 Une solution multi-échelle

La microstructure du composite SiC/SiC tissé 3D présente plusieurs échelles : l'échelle des fibres et de la matrice, celle du fil constitué par l'assemblage d'environ cinq cent fibres et celle du composite tissé (figure 5.2). Cette structure multi-échelle se retrouve au niveau de la séquence d'endommagement. Les mécanismes de fissuration sont couplés aux échelles micro, méso et macroscopique. La microfissuration de la matrice inter-fils induit une reprise des efforts par les fils à l'échelle mésoscopique, provoquant leur fissuration qui dégrade alors les propriétés d'élasticité du composite à l'échelle macroscopique du tissu.

Une modélisation multi-échelle établie un lien entre ces échelles micro, méso et macroscopique par homogénéisation. La difficulté majeure est associée à l'identification des propriétés de la microstructure. L'interaction des constituants au sein du composite leur confère des propriétés souvent différentes de leur caractéristique individuelle. Dans le cas de la matrice multi-séquencée et multi-procédé du composite SiC/SiC tissé 3D, la méconnaissance de ces propriétés est manifeste. Une procédure itérative et multi-échelle d'identification des propriétés *in situ* de la matrice, est développée à partir de la confrontation des prédictions du calcul d'homogénéisation et des mesures expérimentales des propriétés macroscopiques du composite.

La modélisation multi-échelle du composite impose une description fine de sa microstructure. L'analyse de la morphologie du SiC/SiC tissé 3D et de sa séquence de fissuration guide les choix de représentation de la géométrie de sa microstructure et de ses réseaux de fissures aux différentes échelles. À l'échelle macroscopique, la méthode ultrasonore permet une caractérisation complète des propriétés d'élasticité du composite anisotrope et de son endommagement, grandeurs essentielles à une modélisation tridimensionnelle. Les dimensions du tissage élémentaire définissent cette échelle macroscopique :  $15\text{ mm} \times 15\text{ mm} \times 3.6\text{ mm}$  correspondant à  $10 \times 10 \times 10$  fils respectivement dans la longueur, la largeur et l'épaisseur.

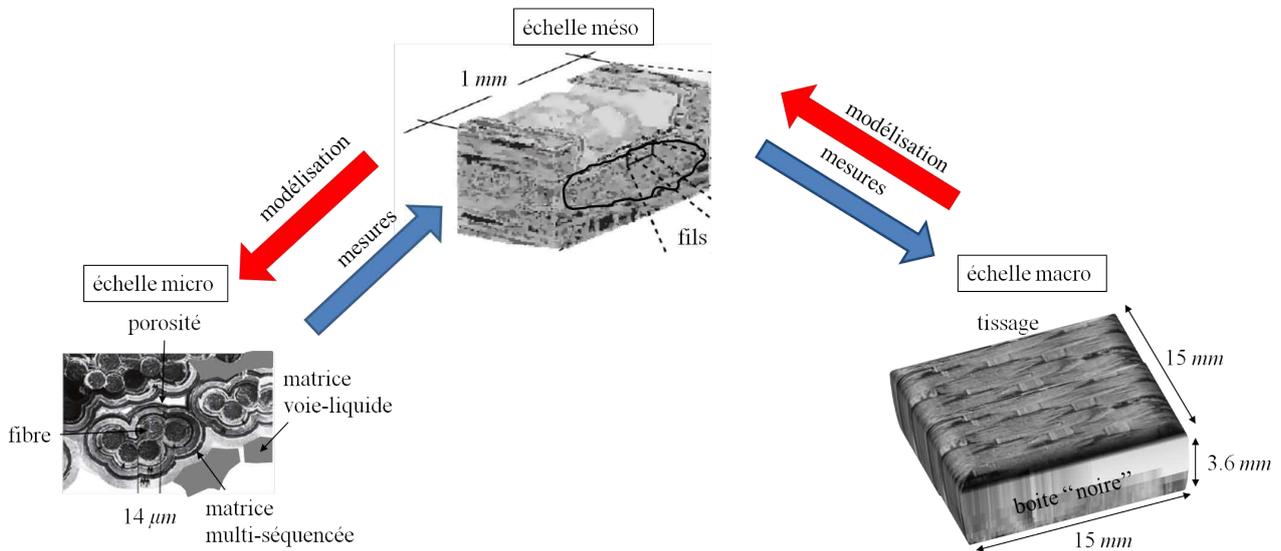


FIGURE 5.2 – Approche multi-échelle itérative : détermination des propriétés mécaniques et géométriques des constituants à partir des mesures micrographiques et ultrasonores, et de calculs d'homogénéisation issus de la modélisation multi-échelle.

La représentation multi-échelle relie donc l'étude micrographique et la caractérisation du tenseur de rigidité macroscopique. La connaissance des propriétés des constituants (fibre et matrice) est affinée par une confrontation des propriétés macroscopiques mesurées avec les prédictions issues du calcul d'homogénéisation micro-macroscopique (figure 5.2). De même, la géométrie, la localisation et les cinétiques des trois réseaux de microfissuration quantifiées expérimentalement et introduites discrètement dans la représentation multi-échelle du composite, sont corrélées aux évolutions mesurées des rigidités macroscopiques. Cette communication multi-échelle et multi-méthode conduit à l'identification de paramètres pertinents décrivant la structure et l'endommagement du composite SiC/SiC tissé 3D.

Les propriétés d'élasticité d'une cellule élémentaire représentative du composite sont initialement déterminées à partir de la connaissance ou d'une identification multi-échelle des propriétés des constituants et de la séquence de tissage de la préforme. Puis, la part purement élastique du comportement endomma-

geable est modélisée à partir des réseaux de microfissuration identifiés. Les mécanismes "autres", c'est-à-dire "anélastiques" tels que les ouvertures des fissures, ne sont pas considérés.

Une représentation 3D est retenue aux échelles microscopique des constituants et mésoscopique des fils, tandis que l'échelle macroscopique du motif élémentaire du tissage n'est représenté qu'en 2D. Cette simplification réduit considérablement le temps du calcul multi-échelle et permet, en prenant en compte les couplages dans le plan considéré, une bonne compréhension du comportement macroscopique du composite. Couégnat (2008) a envisagé une autre approche réalisable en terme de temps de calcul basée sur une représentation tridimensionnelle d'une partie réduite du tissage 3D.

## 5.2 Modélisation multi-échelle du comportement élastique du SiC/SiC tissé 3D

La définition de la cellule élémentaire représentative du composite est menée en deux étapes principales. L'organisation spatiale et la géométrie du composite sont représentées aux trois échelles micro, méso et macroscopique. Les propriétés des constituants mesurées ou disponibles dans la littérature sont prises en compte. Celles restant inconnues sont identifiées en confrontant les valeurs mesurées à celles calculées par la procédure itérative multi-échelle.

### 5.2.1 Morphologie et propriétés de la microstructure : fibre, matrice, interphase

Les composites à matrice céramique SiC/SiC sont constitués de matrice et de fibres en céramique et d'une interphase en pyrocarbone. Les propriétés de ces trois constituants déterminent le comportement du composite.

Les **fibres** céramiques Nicalon 207 de faible diamètre sont utilisées comme renfort du matériau. Elles sont appréciées pour leur bonne résistance mécanique et la facilité de leur mise en oeuvre (tissage et géométrie complexe de la préforme). Le tableau 5.1 présente les propriétés de différentes fibres Nicalon.

	Nicalon 207	Nicalon 201.P	Nicalon 202.M	Nicalon 404.DCC-2.HVR
composition chimique : (% volumique) <sup>a</sup>				
Si	56.6	56.6	56.6	56.6
C	31.7	31.7	31.7	31.7
O	11.7	11.7	11.7	11.7
densité	2.5-2.65	2.55	2.55	2.35
diamètre ( $\mu m$ )	14	14	14	14
module d'Young ( <i>GPa</i> )	> 186	210	196-200	180
coefficient de Poisson	0.12-0.25	0.12-0.25	0.12-0.25	0.12-0.25
contrainte à rupture ( <i>GPa</i> )	2.58	3.0	2.8	2.8
déformation à rupture (%)	-	1.4	1.4	1.4

TABLEAU 5.1 – Propriétés de fibres Nicalon [Moëvus (2007) ; Penas (2002)].

À l'échelle de la microstructure, une fibre est représentée par un cylindre de diamètre constant et présentant une symétrie isotrope (tableau 5.2). Les valeurs retenues correspondent aux valeurs moyennes relevées dans la littérature (tableau 5.1).

diamètre ( $\mu m$ )	14
module d'Young ( $GPa$ )	190
coefficient de Poisson	0.12

TABLEAU 5.2 – Propriétés retenues pour la fibre Nicalon 207.

L'**interphase** est une zone de faible épaisseur (une centaine de nanomètres) localisée à l'interface entre les fibres et la matrice. Elle autorise la déviation de fissure (décohésion) et joue donc un rôle prépondérant sur le comportement non fragile du composite [Michaux (2003)]. Le composite SiC/SiC tissé 3D possède une interphase en Pyrocarbone qui présente une excellente compatibilité avec le Carbure de Silicium. Sa structure en feuillets, parallèle à la direction des fibres, lui confère une faible résistance au cisaillement favorable à la déviation de fissure. Compte tenu de sa faible épaisseur, l'interphase est décrite par une interface parfaite entre fibres et matrice (figure 5.3).

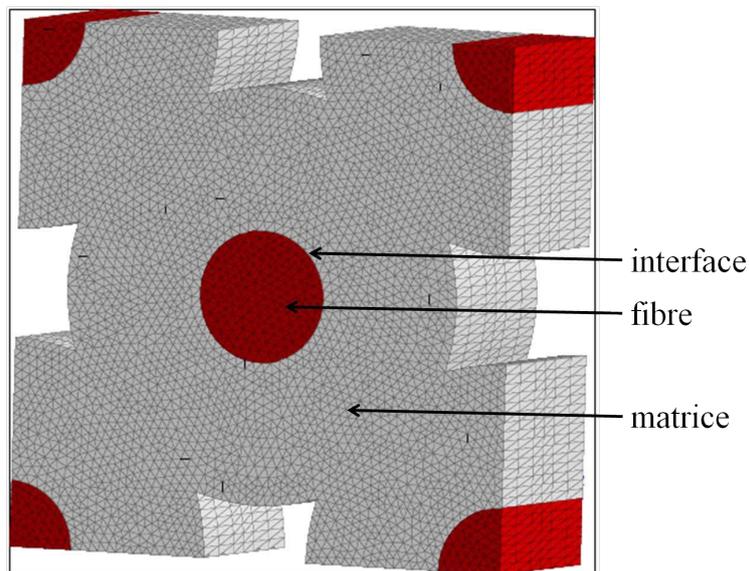


FIGURE 5.3 – Interphase représentée par une simple interface fibre matrice.

Pour diminuer le coût de l'élaboration et protéger les fibres et l'interphase de l'oxydation, une **matrice** multi-procédé (par dépôt chimique en phase vapeur CVI et dépôt chimique en phase liquide CVL) et multicouche a été élaborée pour les composites SiC/SiC [Puyoo (2012)]. Cette matrice est constituée d'une alternance de couches de Carbure de Silicium  $SiC$  (CVI), de Carbure de Bore  $B_4C$ , de couches contenant les trois éléments Silicium Si, Bore B et carbone C et de blocs de matrice  $SiC$  (CVL) (chapitre 1). Cette configuration se retrouve à la fois au sein de la matrice intra-fils (figures 5.4 (a) et (c)) et dans la matrice inter-fils (figures 5.4 (b) et (d)).

Il est difficile d'obtenir les caractéristiques des différents constituants de la matrice, puisqu'il est impossible de les élaborer seuls. En effet, le procédé CVI nécessite obligatoirement la présence d'un substrat. Néanmoins, on trouve quelques valeurs dans la littérature [Penas (2002) ; Michaux (2003)]. Les caractéristiques mécaniques de la matrice et de l'interphase en pyrocarbone sont données à température ambiante (tableau 5.3).

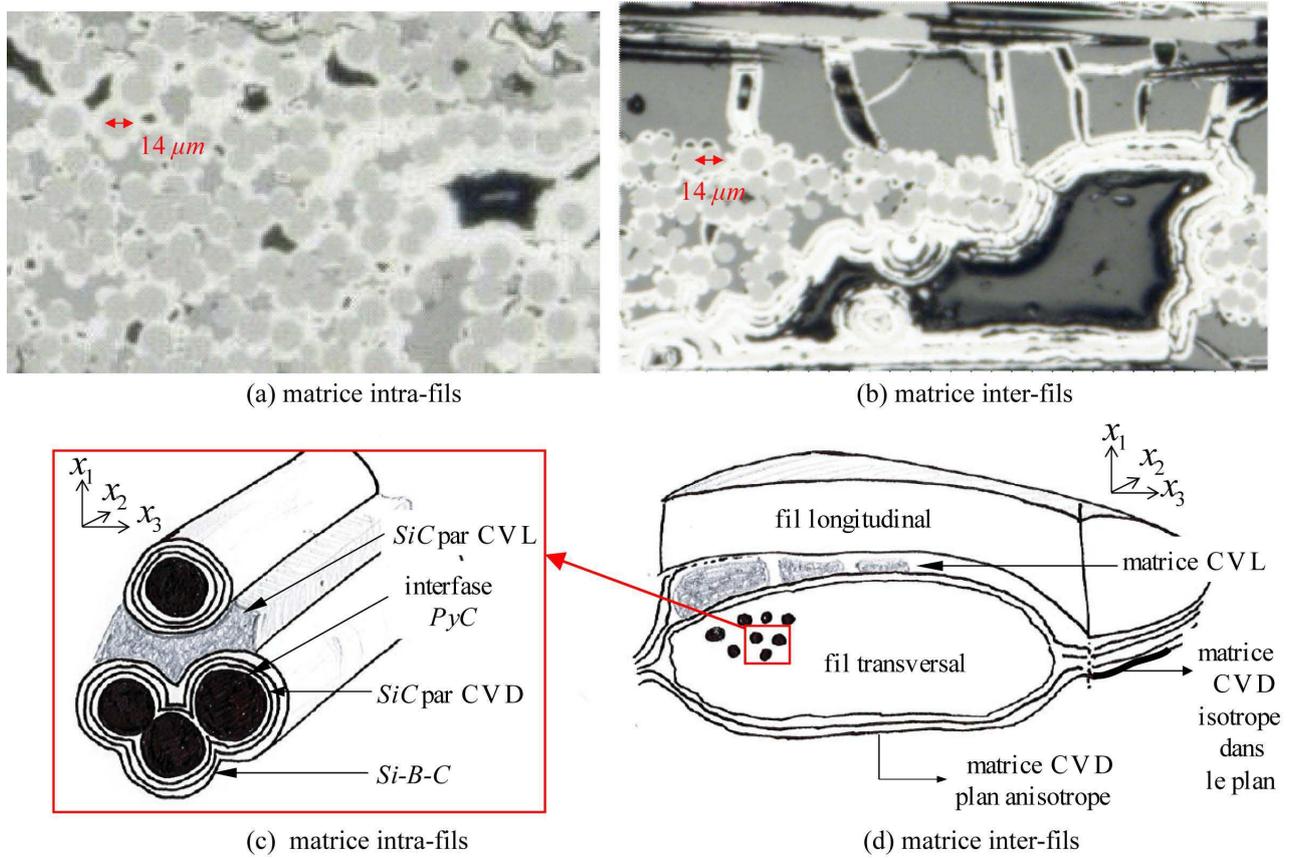


FIGURE 5.4 – Matrice constituée de couches de Carbure de Silicium *SiC* et de couche contenant les trois éléments Silicium *Si*, Bore *B* et carbone *C* et de blocs de matrice *SiC* : (a) et (c) intra-fils ; (b) et (d) inter-fils.

	matrice <i>SiC</i> CVI	matrice <i>SiC</i> CVL	pyrocarbone CVI	<i>Si-B-C</i> CVI
symétrie	isotrope	isotrope	anisotrope	isotrope
module d'Young longitudinal ( <i>GPa</i> )	275-420	<200 <sup>1</sup>	30-48	270-373
module d'Young transversal ( <i>GPa</i> )	-	-	12	-
coefficient de Poisson (plan d'isotropie)	0.17-0.2		0.12-0.2	
coefficient de Poisson (hors-plan)	-	-	0.4	-
contrainte à rupture ( <i>GPa</i> )	237-595		350-517	748-853
déformation à rupture (%)	0.035-0.14		1.1-1.8	0.21-0.23

TABEAU 5.3 – Propriétés des constituants de la matrice à température ambiante [Michaux (2003) ; Moevus (2007) ; Chateau (2011)].

1. Rapport interne au LCTS.

Pour simplifier la représentation du matériau, la matrice est considérée comme étant une seule phase réunissant les matrices CVI et CVL. Les travaux de Tranquart (2012) montrent que la forme des blocs de matrice voie liquide ne crée pas de concentration de contrainte notable dans le plan des fils, perpendiculaire aux fibres. De même, les propriétés sont supposées identiques pour les matrices intra et inter-fils.

La structure multi-couche impose de considérer une matrice de symétrie isotrope transverse (tableau 5.4). Les directions  $x_2$  et  $x_3$  sont considérées comme équivalentes, la direction  $x_1$  étant la direction perpendiculaire au plan d'isotropie. Pour rendre compte de la configuration géométrique et de la symétrie de la matrice, les propriétés de la matrice homogénéisée seront attribuées, par blocs, aux éléments du maillage en fonction de leur orientation par rapport au centre de la fibre la plus proche (figure 5.5).

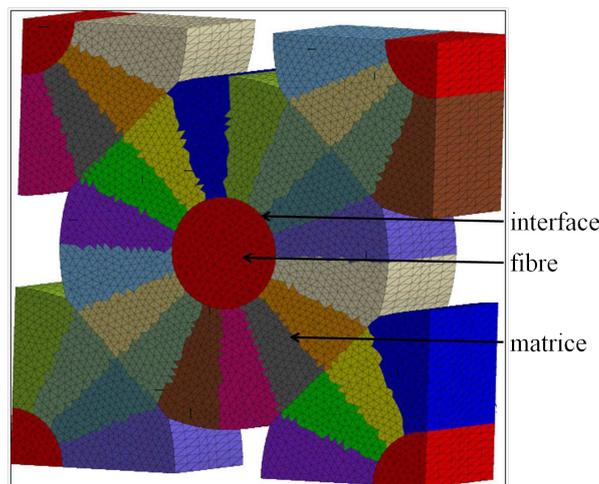


FIGURE 5.5 – Modélisation de la fibre entourée de matrice dont les propriétés dépendent de l'orientation représentée par différentes couleurs (sensibilité de  $\pi/8$ ).

isotrope						isotrope transverse					
$C_{11}$	$C_{12}$	$C_{12}$				$C_{11}$	$C_{12}$	$C_{12}$			
	$C_{11}$	$C_{12}$					$C_{33}$	$C_{23}$			
		$C_{11}$						$C_{33}$			
			$\frac{C_{11} - C_{12}}{2}$						$\frac{C_{33} - C_{23}}{2}$		
				$\frac{C_{11} - C_{12}}{2}$						$C_{55}$	
					$\frac{C_{11} - C_{12}}{2}$						$C_{55}$

TABEAU 5.4 – Tenseur de rigidité pour une symétrie isotrope faisant intervenir deux rigidités non-nulles et indépendantes, et pour une symétrie isotrope transverse faisant intervenir cinq rigidités non-nulles et indépendantes.

À l'échelle microscopique, la composition et l'organisation relative des constituants entre eux sont connues. Deux hypothèses fortes ont été retenues : l'interphase n'est pas représentée et les matrices multi-séquentée et multi-procédé sont représentées par un bloc homogène. Le module d'Young des fibres étant connu, il reste à déterminer cinq inconnues correspondant aux cinq composantes du tenseur de rigidité de la matrice homogénéisée. Une fois la cellule élémentaire modélisée (section 5.2.3), ces propriétés sont identifiées, par la procédure itérative multi-échelle, en comparant les valeurs calculées par homogénéisation et les mesures des propriétés macroscopiques du composite (section 5.2.4).

### 5.2.2 Morphologie et propriétés d'un fil (mini-composite) : fibre, matrice, porosité

Les fibres et la matrice sont regroupées pour former un fil. La réponse mécanique de ce fil dépend de la nature, de la répartition spatiale et des fractions volumiques respectives de ses constituants. Un soin tout particulier doit donc être pris dans la représentation de la microstructure des fils.

De par leur géométrie simple, les mini-composites (ou composites unidirectionnels) sont utilisés pour étudier le comportement mécanique des fils. Ils permettent notamment de mesurer un module d'Young longitudinal<sup>2</sup> en traction, représentatif du module des fils au sein du composite. La différence fondamentale entre un fil et un mini-composite, réside dans l'effet de confinement qu'impose le tissage du composite sur le fil. Pour un même nombre de fibres, les proportions de matrice et de porosité peuvent varier considérablement au sein d'un fil [Etchart-Salas *et al.* (2011)] (tableau 5.5). Cette dispersion, due à l'absence de confinement dans un mini-composite, explique la différence de rigidité transverse entre fils et mini-composites.

Dans la littérature, on trouve quelques données sur les mini-composites (tableau 5.5). Les valeurs des modules d'Young mesurées dépendent du choix de la section utile considérée avec ou sans porosité. Les modules d'Young longitudinaux mesurés sur mini-composites ayant des constituants identiques à ceux du composite étudié, sont utilisées comme référence [Etchart-Salas *et al.* (2011)]. Pour être pertinent avec ces mesures expérimentales, les choix de modélisation doivent conduire à un fil "virtuel" (ou mini-composite) possédant un module d'Young longitudinal  $E_{longi}^{fil}$  compris autour de  $200 \pm 20 \text{ GPa}$  pour une section utile incluant les porosités. Aucune information sur les modules transverses des fils n'a été trouvée.

	SiC/SiC	SiC/SiC
$V_f$ (%)	< 50	>50
$V_f/V_m$	1.12	1.78
module d'Young longitudinal calculé par loi des mélanges (GPa)	190	224
module d'Young longitudinal expérimental (GPa)	181 $\pm 20$	194 $\pm 20$

TABLEAU 5.5 – Caractéristiques des mini-composites (composites unidirectionnels) avec fibre Nicalon et matrice SiC multi-procédé [Etchart-Salas *et al.* (2011)].

Un Volume Élémentaire Représentatif (VER) du fil ne peut être facilement défini compte tenu de la complexité de la microstructure [Chateau (2011)]. Le VER s'apparente au fil entier de section ellipsoïdale. Couégnat (2008) a ainsi défini une méthodologie pour générer un Volume Élémentaire virtuel (VE) représentatif de la microstructure du fil. Un comportement moyen (ou une géométrie moyenne) du fil est alors estimé et associé à ce matériau "virtuel" périodique<sup>3</sup> représentatif de taille inférieure à celle du VER.

Le choix de la microstructure "virtuelle" est basé sur des observations de fils au sein du composite tissé. On considère neuf fils transversaux dont la répartition est présentée figure 5.6. Le diamètre moyen des fibres est  $14 \mu m$  [Bunsell et Piant (2006)]. Le nombre de fibres par fil est compté et le taux de porosité est estimé. On en déduit le volume de matrice dans chaque fil. Le tableau 5.6 résume les mesures effectuées sur ces différents fils et les valeurs moyennes des fractions volumiques des constituants. Le volume des fibres est fixé à 54 %, celui de la matrice à 40 % et le volume des porosités à 6 %.

2. Dans le sens des fibres.

3. La périodicité du Volume Élémentaire "virtuel" permet d'appliquer des conditions aux limites périodiques pour estimer les propriétés effectives du fil entier.

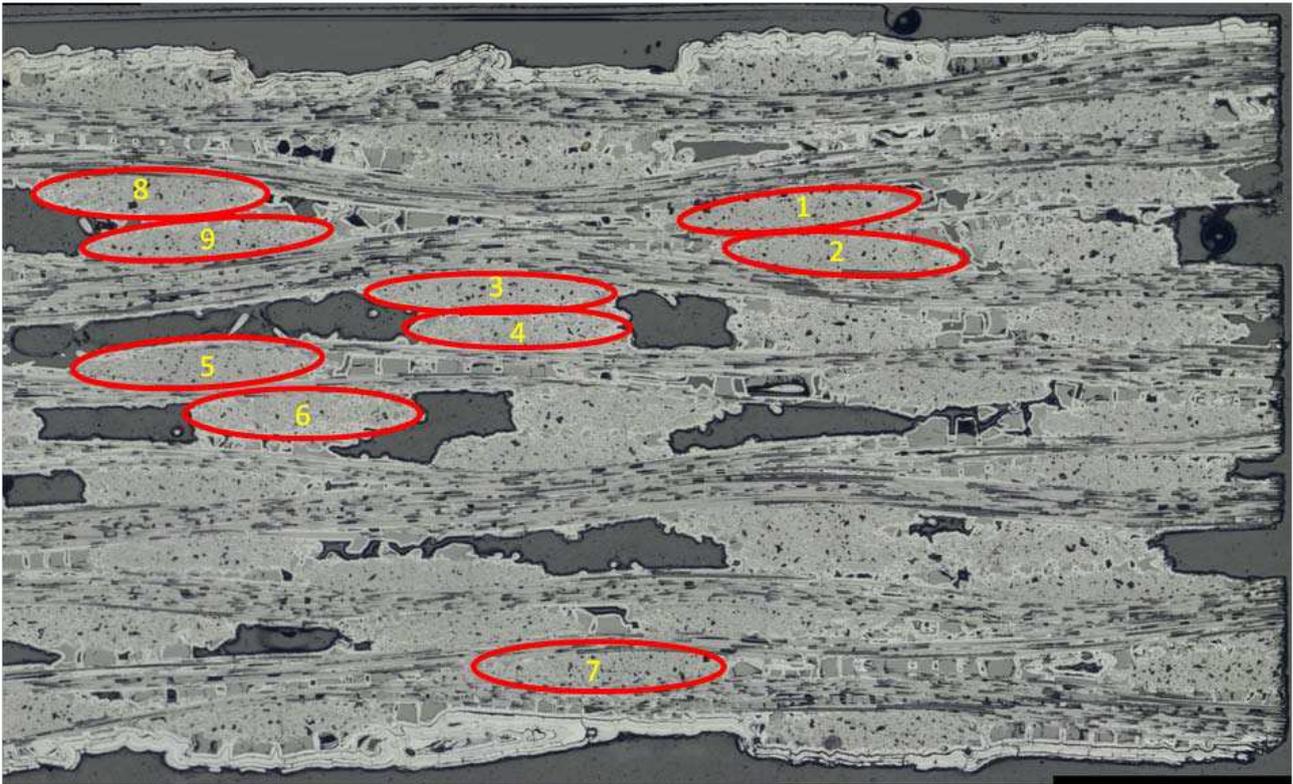


FIGURE 5.6 – Fils sélectionnés au sein d'un échantillon de SiC/SiC tissé 3D.

fil	grand diamètre $\mu m$	petit diamètre $\mu m$	nombre de fibres	$V_f$	$V_p$	$V_m$
1	1200	140	482	0.58	0.06	0.36
2	1130	150	475	0.54	0.06	0.40
3	1145	155	476	0.53	0.05	0.42
4	965	160	458	0.58	0.05	0.37
5	1145	145	486	0.55	0.06	0.39
6	1030	195	473	0.47	0.07	0.46
7	1325	125	486	0.58	0.08	0.34
8	1040	165	464	0.53	0.05	0.42
9	1210	150	468	0.50	0.05	0.45
moyenne	1130	155	475	0.54	0.06	0.40
écart type	$\pm 100$	$\pm 20$	$\pm 10$	$\pm 0.04$	$\pm 0.01$	$\pm 0.04$

TABLEAU 5.6 – Fractions volumiques des constituants d'un fil;  $V_f$  fraction volumique des fibres,  $V_m$  fraction volumique de la matrice et  $V_p$  fraction volumique de porosité.

Pour représenter le Volume Élémentaire "virtuel" du fil, les fibres sont positionnées de façon à respecter un descripteur statistique expérimental (covariance [Zeman et Sejnoha (2001)]). Le choix d'un volume élémentaire réduit par rapport à la taille du VER des fils et des conditions de périodicité, impliquent une compétition entre une taille du VE réduite et une représentation correcte des hétérogénéités de la microstructure. De plus, cette taille, ces conditions aux limites et les répartitions des fibres et des porosités au sein de ce matériau "virtuel" influent les distributions de contraintes locales et les propriétés mécaniques<sup>4</sup> associées au VE [Chateau (2011)]. Il est donc important de préciser l'influence de ces paramètres afin de définir un VE de taille raisonnable, en termes de temps de calcul et de condition de séparabilité des échelles, et représentatif de la microstructure moyenne.

L'étude micrographique (figure 5.6), les travaux de Couégnat (2008) et Chateau (2011) conduisent à définir un VE de taille raisonnable et représentatif à partir de 25 fibres (figure 5.7). Entre les fibres positionnées aléatoirement au sein du VE, une certaine épaisseur de matrice est introduite au sein du matériau virtuel. Cette épaisseur de matrice est choisie afin de respecter les fractions volumiques relatives à chaque constituant ( $V_m$ ,  $V_f$  et  $V_p$ ). Le maillage 3D est construit par extrusion du maillage 2D en faisant l'hypothèse de l'invariance de la microstructure dans cette troisième direction.

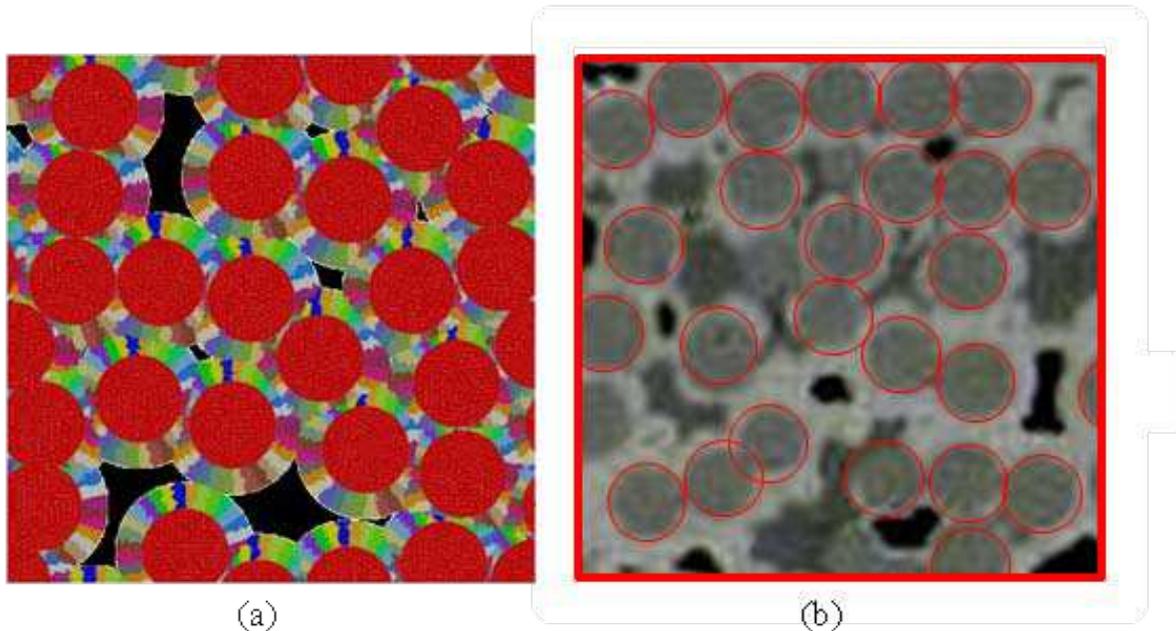


FIGURE 5.7 – Comparaison du fil "virtuel" et d'une micrographie pour un volume élémentaire (VE) de  $85 \mu m$  de côté comportant 25 fibres.

L'influence des répartitions des fibres et des porosités au sein de ce matériau "virtuel" est étudiée en considérant un grand nombre de VE possédant des volumes identiques de constituants, mais présentant une répartition géométrique variable. La figure 5.8 représente un exemple de trois configurations particulières de répartition de fibres dans le fil. Le VE (a) possède un ensemble de porosités dont la direction principale est perpendiculaire à la direction  $x_2$  ; le VE (b) possède un ensemble de porosités dont la direction principale est perpendiculaire à la direction  $x_1$  ; le VE (c) possède une répartition de porosités relativement homogène dans le plan perpendiculaire à la direction des fibres.

4. En particulier, les propriétés hors-plan.

Pour les fils (a) et (b), à fractions volumiques  $V_p$  égales, l'orientation des porosités induit des propriétés d'élasticité plus faibles suivant les directions perpendiculaires à celle-ci. Pour une disposition relativement homogène des porosités au sein du VE (fil (c)), les propriétés d'élasticité de celui-ci correspondent à une symétrie isotrope transverse.

Ainsi, le fil (c) présentant une répartition homogène de porosités et des propriétés très proches de la moyenne des propriétés obtenues sur un grand nombre de tirages, est retenu en tant que volume élémentaire (VE). Le fait de fixer un VE, conduit à une convergence rapide des calculs de propriétés d'élasticité à l'échelle du tissu tout en prenant en compte, à l'échelle inférieure, l'hétérogénéité des fils.

Le tableau 5.10 présente les propriétés d'élasticité de ces trois fils qui ne peuvent être calculées qu'avec les propriétés de la matrice, qui sont elles-même identifiées à partir de la définition de la cellule élémentaire macroscopique représentative du composite. Ce tableau est donc placé dans la section 5.2.4 qui décrit la procédure multi-échelle itérative d'identification des propriétés des constituants.

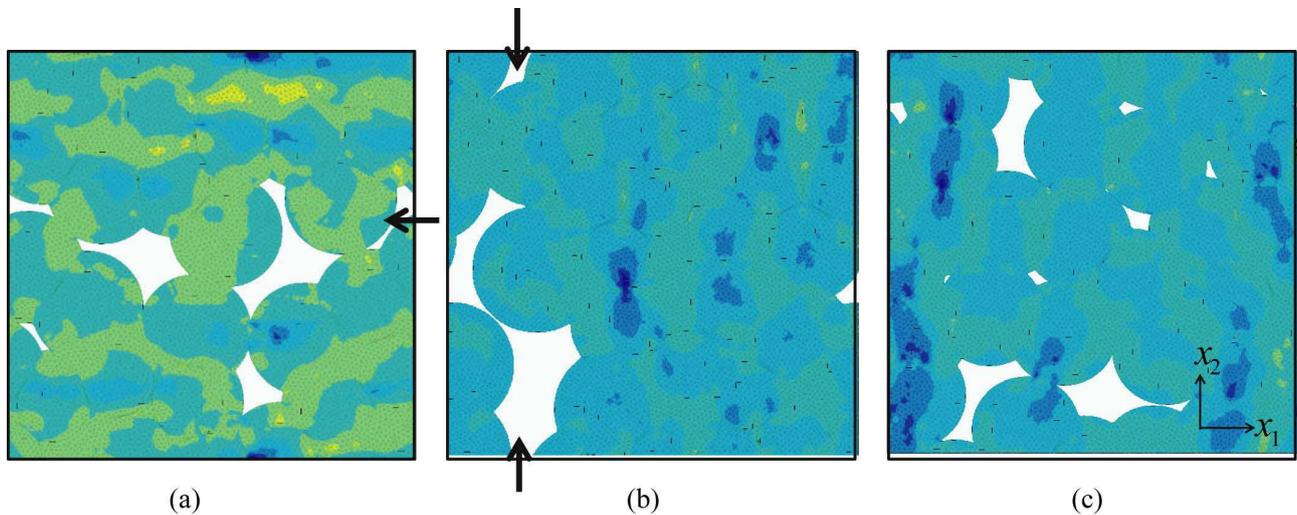


FIGURE 5.8 – Influence sur la contrainte  $\sigma_{11}$  de la répartition des fibres et de la porosité au sein de trois fils virtuels : (a) possède un ensemble de porosités dont la direction principale est perpendiculaire à la direction  $x_2$  ; (b) possède un ensemble de porosités dont la direction principale est perpendiculaire à la direction  $x_1$  et (c) possède une répartition des porosités relativement homogène.

À l'échelle mésoscopique, un Volume Élémentaire "virtuel" est choisi pour représenter la microstructure des fils. On fait l'hypothèse que le comportement moyen des fils peut être représenté par une cellule de  $85 \times 85 \mu m$  composée de 25 fibres. Comme à l'échelle microscopique, l'interphase fibre-matrice n'est pas représentée et la matrice multi-séquencée et multi-procédé est décrite par un bloc homogène de symétrie isotrope transverse. Le VE ainsi obtenu présente une symétrie isotrope transverse. Le module d'Young longitudinal des fils  $E_{longi}^{fil}$  est fixé à  $200 GPa$  et celui des fibres  $E_{longi}^{fibre}$  à  $190 GPa$ . Ce module et les fractions volumiques des constituants permettent, par une loi des mélanges, de retrouver le module d'Young longitudinal de la matrice homogénéisée  $E_{longi}^{matrice}$  tel que,

$$E_{longi}^{fil} = V_f E_{longi}^{fibre} + V_m E_{longi}^{matrice}. \quad (5.1)$$

Les inconnues sont alors les propriétés transverses du fils (quatre composantes du tenseur de rigidité) et les propriétés hors-plan d'isotropie de la matrice (quatre composantes du tenseur de rigidité). Elles seront identifiées par la procédure multi-échelle itérative (section 5.2.4).

### 5.2.3 Morphologie et propriétés du composite tissé 3D : fils tissés, matrice et porosité

À l'échelle du composite, les fils sont tissés pour constituer la préforme 3D. La densification de cette préforme par la matrice donne le composite. Le volume élémentaire représentatif (VER) du composite correspond au motif élémentaire du tissu de  $3.6 \text{ mm} \times 15 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$  [Couégnat (2008)]. À cette échelle, le matériau est représenté en 2D dans le plan  $(x_1, x_3)$ . La cellule 2D représentative du matériau est constituée de 10 fils transversaux et 10 fils longitudinaux dans l'épaisseur (direction  $x_1$ ) ainsi que 10 fils transverses dans la longueur (direction  $x_3$ ). Le matériau est constitué par les fils et la matrice modélisés par deux matériaux homogènes distincts (figure 5.9).

Une orientation (tolérance de  $5^\circ$ ) est attribuée aux éléments des fils. Elle permet notamment de distinguer les fils longitudinaux, des fils transversaux. À cette échelle macroscopique, aucune orientation n'est affectée à la matrice inter-fils qui conserve néanmoins la symétrie isotrope transverse.

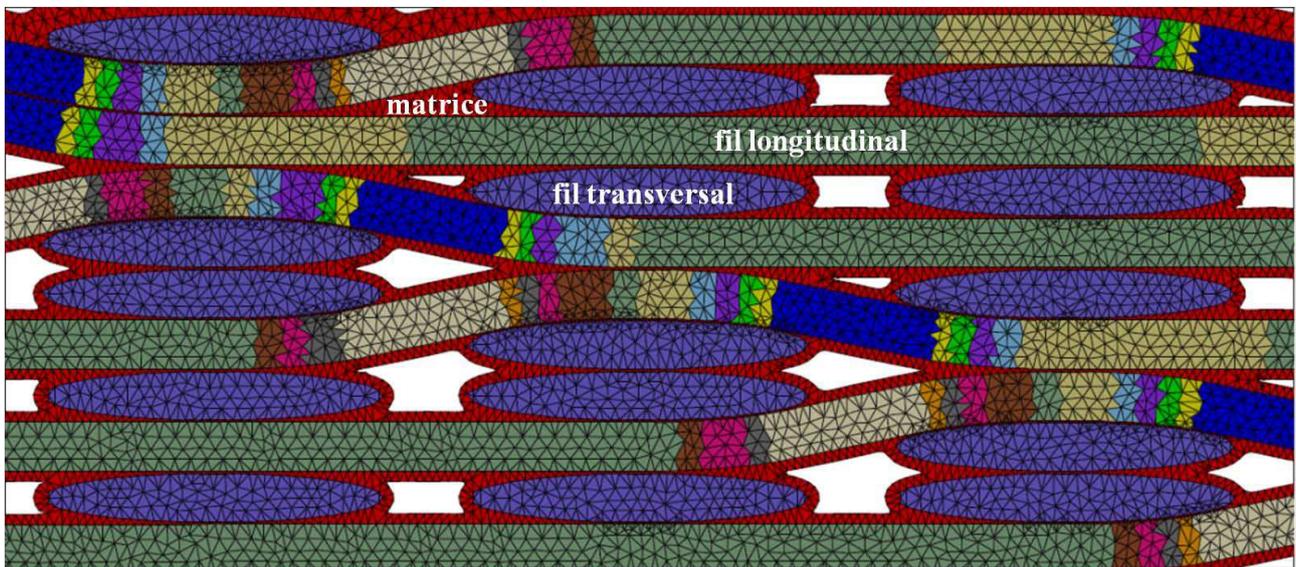


FIGURE 5.9 – Représentation du composite SiC/SiC tissé 3D : zoom du maillage 2D à l'échelle mésoscopique dans le plan  $(x_1, x_3)$ . Les différentes couleurs des fils longitudinaux correspondent à leurs orientations au sein du maillage.

Plusieurs simplifications sont prises en compte :

- la géométrie des fils est ellipsoïdale de dimension constante dans l'ensemble du matériau virtuel. Les dimensions des fils transversaux correspondent aux rayons moyens mesurés sur micrographie (tableau 5.6). La largeur des fils longitudinaux correspond au petit axe de l'ellipse.
- l'épaisseur de matrice est constante au coeur du matériau. Elle est supérieure en surface pour représenter le *sealcoat*. Les épaisseurs sont choisies de façon à respecter la fraction volumique de porosité de 8 % observé sur micrographie par Dupin *et al.* (2013).
- compte tenu de la taille de la cellule élémentaire représentative du matériau à l'échelle du tissé ( $3.6 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$ ), les conditions aux limites permettant la détermination des propriétés effectives ne sont plus des conditions de périodicité mais, correspondent à des déplacements imposés (figure 5.10).

Le tableau 5.7 rappelle les valeurs des rigidités du plan  $(x_1, x_3)$  des éprouvettes caractérisées au chapitre 3. La moyenne sert de référence expérimentale et fournit un support de comparaison aux propriétés d'élasticité du matériau "virtuel".

rigidité	$C_{11}$	$C_{33}$	$C_{55}$	$C_{13}$
épreuve 1	26.1 (0.1)	86.9 (4.7)	14.6 (0.2)	5.9 (0.5)
épreuve 2	19.1 (0.1)	106.4 (11.7)	11.5 (0.1)	4.3 (1.0)
épreuve 3-1	24.4 (0.1)	116.7 (2.5)	15.9 (0.1)	0.3 (0.1)
épreuve 3-2	23.3 (0.3)	106.2 (0.8)	15.2 (0.1)	4.6 (0.1)
épreuve 4-1	14.1 (0.1)	86.5 (10.2)	11.0 (0.1)	3.0 (0.8)
épreuve 4	13.2 (0.1)	97.7 (12.8)	12.0 (0.1)	0.3 (0.6)
moyenne	20.0	100.0	13.4	3.0
écart type	$\pm 5.5$	$\pm 10.9$	$\pm 2.1$	$\pm 2.3$

TABLEAU 5.7 – Valeurs des rigidités (normées<sup>5</sup>  $\times 100$ ) dans le plan  $(x_1, x_3)$  mesurées par ultrasons.

Pour valider les choix de modélisation multi-échelle et de cette représentation 2D dans le plan  $(x_1, x_3)$ , les résultats du calcul des propriétés d'élasticité seront comparés aux composantes du tenseur de rigidité mesurées par ultrasons. Les quatre composantes du tenseur de rigidité sont déterminées en déformation plane en appliquant trois cas de chargement indépendants (deux déplacements imposés suivant  $x_1$  et  $x_3$  et une distorsion). Sur les côtés, le contour d'application des conditions aux limites est restreint par la géométrie spécifique de la préforme non périodique et par la présence de pores (figure 5.10). La même cellule représentative est utilisée pour caractériser les propriétés d'élasticité du matériau sain et du matériau endommagé (section 5.3). En surface du matériau, la présence d'éventuelle fissure ne permettra pas d'appliquer les conditions aux limites sur l'ensemble du contour du composite, au risque d'appliquer un déplacement en fond de fissure.

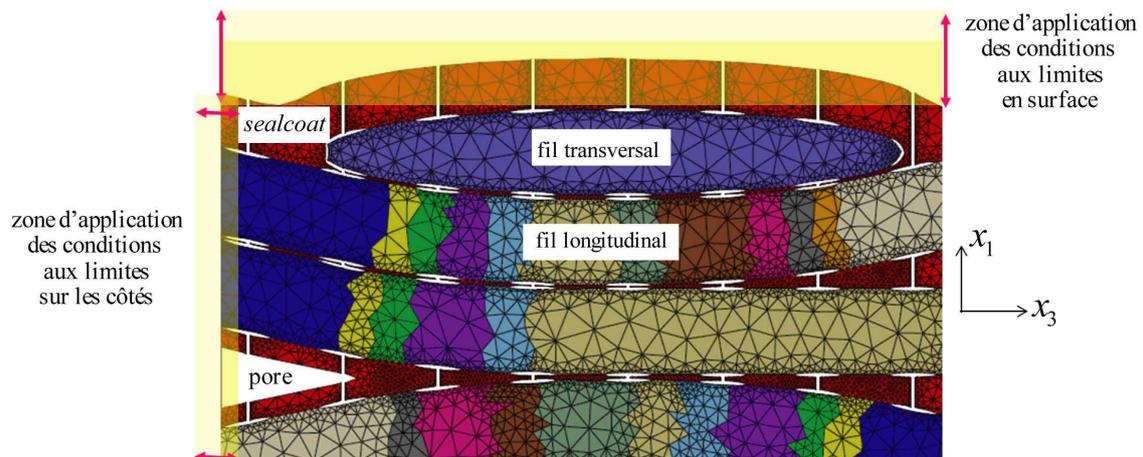


FIGURE 5.10 – Zoom de la cellule 2D représentative du matériau avec définition des zones d'application des conditions aux limites, déterminée par la géométrie du matériau et par l'introduction ultérieure de fissures.

5. Par rapport à la moyenne expérimentale de la composante  $C_{33}$  (tableau 5.7)

### 5.2.4 Procédure multi-échelle itérative d'identification des propriétés des constituants

La figure 5.11 résume les valeurs connues (littérature ou mesurées), les propriétés recherchées (inconnues) et celles obtenue grâce à un calcul par changement d'échelle. Les flèches représentent les échanges autorisés par la modélisation multi-échelle et permettant l'identification des propriétés mécaniques inconnues.

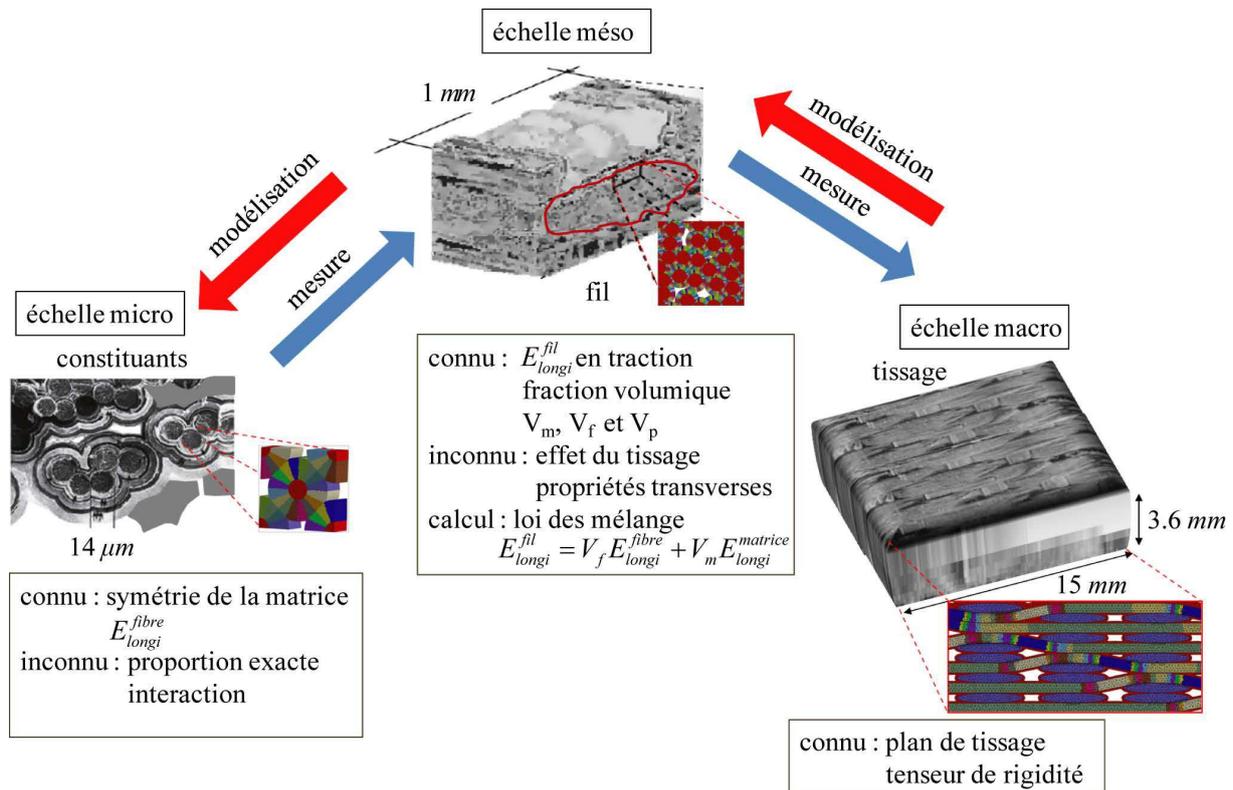


FIGURE 5.11 – Propriétés connues et recherchées lors de l'identification itérative multi-échelle.

Les propriétés de la matrice au sein des fils dépendent de son orientation (figure 5.7 (a)). De même qu'à l'échelle macroscopique, les propriétés d'élasticité des fils dépendent de leur orientation au sein du tissage (figure 5.9). Les propriétés de la matrice dans le plan d'isotropie sont calculées à partir du module d'Young longitudinal des fils et de la loi de mélange (équation 5.1). Pour  $V_f$  égale à 0.54 % et  $V_m$  égale à 0.40 %, avec  $E_{longi}^{fil} = 200 \text{ GPa}$  et  $E_{longi}^{fibre} = 190 \text{ GPa}$ , on obtient  $E_{longi}^{matrice} = 250 \text{ GPa}$ . On considère que les modules d'Young longitudinaux sont approximativement égaux aux rigidités  $C_{33}$  et que  $C_{44} \approx \frac{E_{longi} - C_{23}}{2}$ .

Pour obtenir les propriétés transverses de la matrice, et par changement d'échelle celles des fils, les quatre rigidités du plan  $(x_1, x_3)$  calculées par la modélisation du tissage 3D sont comparées aux mesures ultrasonores. Les itérations sur les propriétés de la matrice sont présentées dans le tableau 5.8, le tenseur de rigidité finalement retenu pour la matrice est noté dans le tableau 5.9, et les propriétés d'élasticité calculées pour les trois fils virtuels de la figure 5.8, dans le tableau 5.10. La figure 5.12 illustre cette recherche itérative des rigidités de la matrice et l'influence des propriétés de la matrice sur celles de la cellule représentative 2D.

itération 1		itération 2	
isotrope		isotrope	
$C_{ij}^{matrice} = \begin{pmatrix} C_{33} & 19.5 & 19.5 & & & \\ & C_{33} & 19.5 & & & \\ & & C_{33} & & & \\ & & & C_{44} & & \\ & & & & C_{44} & \\ & & & & & C_{44} \end{pmatrix}$		$C_{ij}^{matrice} = \begin{pmatrix} \mathbf{19.5} & 19.5 & 19.5 & & & \\ & C_{33} & 19.5 & & & \\ & & C_{33} & & & \\ & & & C_{44} & & \\ & & & & C_{44} & \\ & & & & & C_{44} \end{pmatrix}$	
$C_{ij}^{cellule2D} = \begin{pmatrix} 73.2 & 12.3 & & & & \\ & 121.0 & & & & \\ & & & & & \\ & & & & & \\ & & & & & \\ & & & & & 37.5 \end{pmatrix}$		$C_{ij}^{cellule2D} = \begin{pmatrix} \mathbf{33.7} & 10.2 & & & & \\ & 108.7 & & & & \\ & & & & & \\ & & & & & \\ & & & & & \\ & & & & & 35.3 \end{pmatrix}$	
itération 3		itération 4	
isotrope		isotrope transverse	
$C_{ij}^{matrice} = \begin{pmatrix} 19.5 & 19.5 & 19.5 & & & \\ & C_{33} & 19.5 & & & \\ & & C_{33} & & & \\ & & & C_{44} & & \\ & & & & \mathbf{9.7} & \\ & & & & & \mathbf{9.7} \end{pmatrix}$		$C_{ij}^{matrice} = \begin{pmatrix} 19.5 & \mathbf{3.2} & \mathbf{3.2} & & & \\ & C_{33} & 19.5 & & & \\ & & C_{33} & & & \\ & & & C_{44} & & \\ & & & & 9.7 & \\ & & & & & 9.7 \end{pmatrix}$	
$C_{ij}^{cellule2D} = \begin{pmatrix} 26.5 & 9.1 & & & & \\ & 101.2 & & & & \\ & & & & & \\ & & & & & \\ & & & & & \\ & & & & & \mathbf{14.7} \end{pmatrix}$		$C_{ij}^{cellule2D} = \begin{pmatrix} 26.8 & \mathbf{5.1} & & & & \\ & 102.6 & & & & \\ & & & & & \\ & & & & & \\ & & & & & \\ & & & & & 14.9 \end{pmatrix}$	

TABLEAU 5.8 – Recherche itérative du tenseur de rigidité (normé<sup>5</sup> × 100) de la matrice par calcul des rigidités macroscopiques (normées<sup>5</sup> × 100) de la cellule 2D représentative du composite.

	C <sub>11</sub>	C <sub>22</sub> = C <sub>33</sub>	C <sub>44</sub>	C <sub>55</sub> = C <sub>66</sub>	C <sub>12</sub> = C <sub>13</sub>	C <sub>23</sub>
rigidité	19.5	$E_{longi}^{matrice}$	$\frac{E_{longi}^{matrice} - C_{23}}{2}$	9.7	3.2	19.5

TABLEAU 5.9 – Tenseur de rigidité (normé<sup>5</sup> × 100) retenu pour la matrice.

rigidité	C <sub>11</sub>	C <sub>22</sub>	C <sub>33</sub>	C <sub>44</sub>	C <sub>55</sub>	C <sub>66</sub>	C <sub>12</sub>	C <sub>13</sub>	C <sub>23</sub>
fil (a)	63.9	48.2	$E_{longi}^{fil}$	32.9	44.2	15.8	6.0	9.5	7.8
fil (b)	36.6	64.9	$E_{longi}^{fil}$	23.5	19.9	21.5	8.0	4.2	7.5
fil (c)	53.4	55.7	$E_{longi}^{fil}$	33.9	34.2	17.6	11.5	6.5	6.9
moyenne	51.3	56.3	$E_{longi}^{fil}$	30.1	32.7	18.3	8.5	6.7	7.4

TABLEAU 5.10 – Rigidités (normées<sup>5</sup> × 100) de trois fils virtuels dont la répartition géométrique des fibres diffère (figure 5.8). Le fil (c) ayant des propriétés proches des propriétés moyennes obtenues sur un nombre important de fils, est retenu comme Volume Élémentaire "virtuel" à l'échelle mésoscopique.

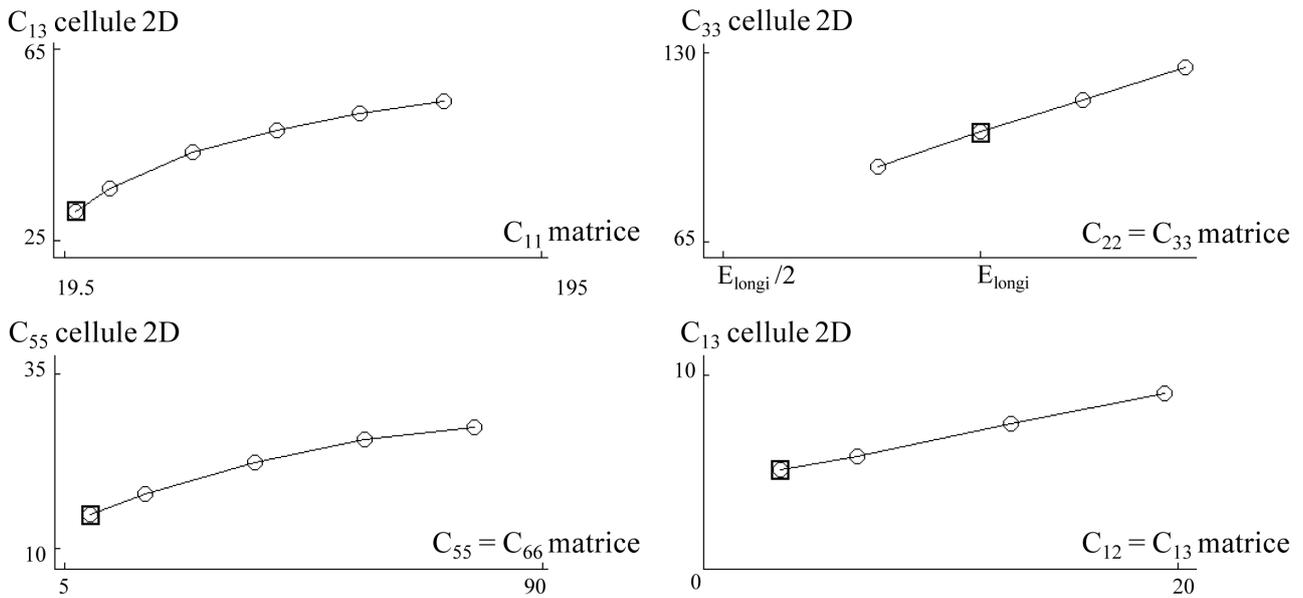


FIGURE 5.12 – Influence des rigidités (normées<sup>5</sup> × 100) de la matrice sur les propriétés d'élasticité macroscopiques (normées<sup>5</sup> × 100) de la cellule 2D représentative du composite. Les carrés représentent les rigidités du matériau "virtuel".

À partir des propriétés de la matrice (tableau 5.9) et du fil (c) (tableau 5.10), on calcule celles du matériau "virtuel" (tableau 5.11). La composante  $C_{11}$  du tenseur de rigidité du matériau "virtuel" est plus importante que la moyenne des valeurs expérimentales. Compte tenu des hypothèses faites sur la géométrie constante des fils et sur la densité constante de la matrice à coeur, cette différence semble justifiée. Suivant la direction  $x_1$ , la géométrie 2D du matériau "virtuel" correspond à la configuration la plus rigide du matériau (figure 5.13). Les différences entre les autres composantes du tenseur de rigidité sont plus faibles et du même ordre de grandeur que les incertitudes expérimentales (écart type).

Les propriétés du matériau "virtuel" (tableau 5.11) sont obtenues pour des déplacements imposés :

- pour le côté, sur les noeuds correspondant aux extrémités de la préforme (figure 5.10),
- en surface, sur les noeuds du contour appartenant à la région supérieure du *sealcoat*.

Les sensibilités des composantes du tenseur de rigidité à la zone d'application des conditions aux limites sont précédées du signe  $\pm$  (tableau 5.11).

rigidité	$C_{11}$	$C_{33}$	$C_{55}$	$C_{13}$
matériau virtuel	26.8 $\pm 7.1$	102.6 $\pm 0.8$	14.9 $\pm 2.0$	5.1 $\pm 1.3$
moyenne expérimentale	20.0	100.0	13.4	3.0
écart type	$\pm 5.5$	$\pm 10.9$	$\pm 2.1$	$\pm 2.3$

TABLEAU 5.11 – Rigidités moyennes expérimentales (normées<sup>5</sup> × 100) et rigidités calculées (normées<sup>5</sup> × 100) du matériau "virtuel" dans le plan  $(x_1, x_3)$ . Les valeurs précédées du signe  $\pm$  correspondent à la sensibilité aux conditions aux limites.

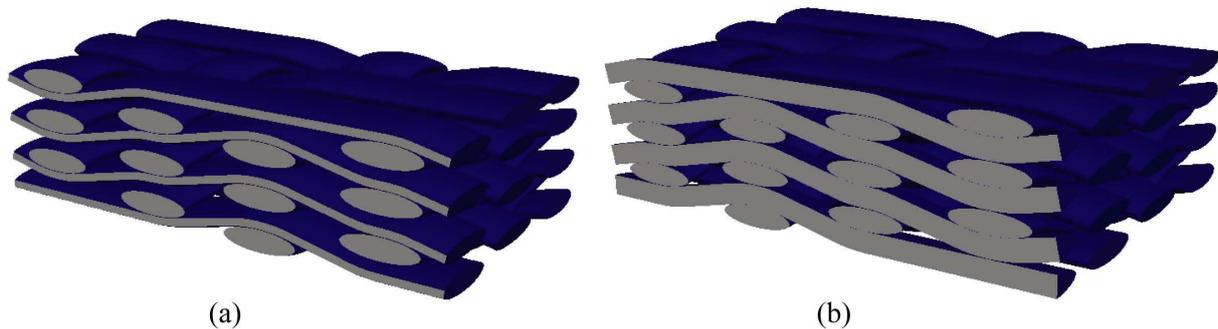


FIGURE 5.13 – Description du composite SiC/SiC tissé 3D : (a) exemple de plan possible et (b) plan choisi pour la modélisation 2D<sup>6</sup> du composite.

### 5.3 Modélisation multi-échelle de l'endommagement du SiC/SiC tissé 3D

Au-delà d'un domaine élastique limité, les composites à matrice céramique présentent un comportement non-linéaire induit par la multi-fissuration de la matrice fragile. De par la structure multi-échelle du composite tissé, ces mécanismes micromécaniques doivent être introduits de manière discrète au sein des cellules élémentaires du composite : fils et tissu. Les fissurations mésoscopiques de la matrice inter-fils et celle intra-fils transversaux sont traitées à l'échelle macroscopique du tissage 2D. La microfissuration des fils longitudinaux est représentée à l'échelle mésoscopique du VE 3D. Ainsi, chaque mode d'endommagement est représenté à son échelle caractéristique.

Les principaux mécanismes d'endommagement sont la fissuration transverse (perpendiculaire au chargement) et les décohésions interfaciales associées (parallèles au renfort). Pour chaque région de fissuration du matériau décrite précédemment au chapitre 4, deux variables  $d_i$  et  $L_i$  décrivent respectivement la densité de fissuration transverse et les longueurs de décohésion en  $mm$ . L'indice  $i = [mat, trans$  et  $longi]$  correspond à ces trois régions d'endommagement : la matrice inter-fils, les fils transversaux et les fils longitudinaux. Si la densité maximale de fissures matricielles transverses peut être mesurée sur des observations micrographiques d'éprouvettes rompues, la détermination de la longueur maximale des décohésions y est extrêmement difficile. La modélisation multi-échelle permet de quantifier cette longueur.

On considère que la longueur d'une décohésion associée à une fissure transverse est constante et donc que la densité de fissuration transverse et la longueur totale des décohésions augmentent proportionnellement. On rappelle que les calculs issus de la modélisation étant élastiques<sup>7</sup>, les phénomènes d'ouverture de fissure par glissement aux interfaces n'entrent pas en considération. Les ouvertures de fissures sont ainsi arbitrairement fixé à  $2 \mu m$ . Ce choix raisonnable n'a pas d'influence sur les variations des composantes du tenseur de rigidité [Barret (1999)].

La figure 5.14 reprend les figures 4.17 et 4.18 du chapitre 4. Les densités de fissuration sont tracées en fonction des quatre zones "typiques" d'endommagement du matériau CMC SiC/SiC tissé 3D (figure 5.14 (a)). Les variations moyennes des rigidités correspondant au plan  $(x_1, x_3)$  sont tracées en fonction de la densité de fissuration  $d_{mat}$  (figure 5.14 (b)). L'évolution des composantes du tenseur de rigidité correspond à l'effet des trois réseaux de fissuration inter-matricielle, intra-fils longitudinaux et intra-fils transversaux.

6. Dans cette configuration, le taux de porosité et l'épaisseur de matrice sont représentatifs des grandeurs mesurées sur micrographies.

7. Les rigidités sont calculées par petit incrément de chargement [Coradi (2014)].

Ainsi, les cinétiques de fissuration identifiées au chapitre 4, la correspondance densité de fissuration-zone d'endommagement (figure 5.14 (a)) et la variation des rigidités moyennes en fonction de la densité de fissuration dans le plan  $(x_1, x_3)$  (figure 5.14 (b)) sont confrontées aux prédictions de la modélisation multi-échelle.

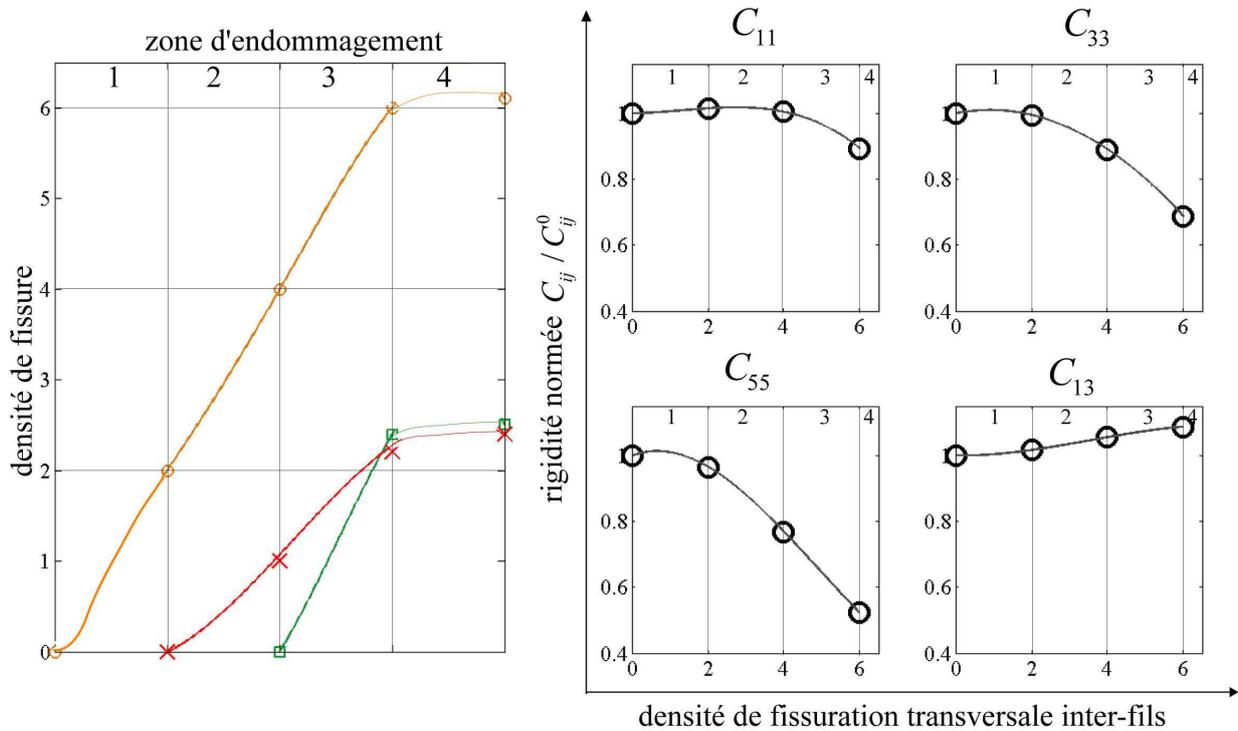


FIGURE 5.14 – (a) Cinétique de fissuration en fonction des quatre zones "typiques" de l'endommagement du SiC/SiC tissé 3 D (figure 4.16) et (b) relation densité de fissuration - tenseur de rigidité moyen normé<sup>8</sup> dans le plan  $(x_1, x_3)$ .

Afin d'appréhender les effets des différents endommagements, deux types de calculs ont été réalisés. Une première série de calculs a été menée en ne considérant qu'un mode d'endommagement. Ils permettent d'observer les effets individuels des différents réseaux (fissures transverses et des décohésions) ou régions (inter et intra fils) d'endommagement sur les propriétés effectives du matériau. Dans un second temps, afin d'identifier les couplages entre endommagement, une deuxième série de calculs a été réalisée.

### 5.3.1 Matrice inter-fils : endommagement mésoscopique

Le mécanisme d'endommagement mésoscopique prépondérant est la fissuration matricielle inter-fils (figure 5.14 (a)). Pour représenter la réponse non-linéaire du matériau, le nombre de fissures, c'est-à-dire la valeur de la densité  $d_{mat}$  de fissures au sein de la matrice inter-fils, est progressivement incrémentée au sein du maillage macroscopique (figure 5.15).

8. Par rapport aux rigidités initiales.

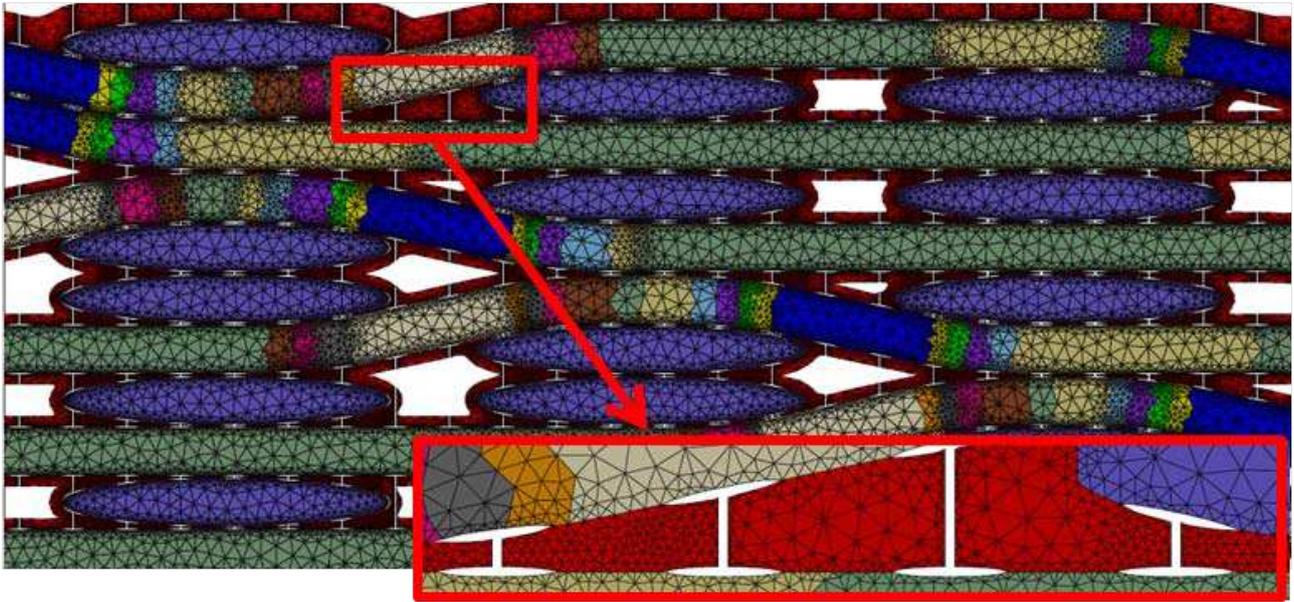


FIGURE 5.15 – Maillage macroscopique du plan  $(x_1, x_3)$  dans lequel est introduite la fissuration mésoscopique matricielle transversale et les décohésions. La taille des mailles est raffinée à proximité des fissures.

La figure 5.16 représente les composantes du tenseur de rigidité en fonction de la densité de fissures matricielles inter-fils  $d_{mat}$  pour six longueurs de décohésion  $L_{mat}$ , allant de 0 à 0.1 mm par pas de 0.02 mm. Pour un nombre de fissure donné, les fissures sont placées uniformément au sein de la cellule élémentaire 2D du tissage. Ainsi, la position de celles-ci change à chaque incrément. Ce choix de répartition des fissures arbitraire et dépourvu de critère de rupture, entraîne la légère fluctuation des variations des composantes du tenseur de rigidité.

Les calculs élastiques (figure 5.16) confirment l'influence des fissures transversales sur la rigidité  $C_{33}$ , l'influence prédominante<sup>9</sup> des fissures de décohésion sur la composante  $C_{11}$  et l'importance du couplage entre les directions  $x_1$  et  $x_3$  sur la composante  $C_{55}$ . On ne retrouve pas l'augmentation expérimentale de la rigidité  $C_{13}$  mais l'effet de la fissuration sur cette composante reste inférieur à une chute de 10 %. Les symboles noirs de la figure 5.16 correspondent aux rigidités expérimentales moyennes mesurées lors des essais ultrasonores (figure 5.14). La chute expérimentale de la rigidité  $C_{11}$  limite la longueur des décohésions de la matrice inter-fils à 0.04 mm (courbe rose). Il est clair que la fissuration mésoscopique au sein de la matrice inter-fils ne peut décrire seule, l'intégralité des variations macroscopiques des composantes du tenseur de rigidité plan. En particulier, pour un état de fissuration décrivant correctement la chute de la composante  $C_{11}$  (décohésions inférieures à 0.04 mm), la chute expérimentale des rigidités  $C_{33}$  et  $C_{55}$  ne peut être reproduite. Il convient donc de prendre en compte l'effet de la fissuration des fils transversaux.

9. Due à l'inclinaison des fils longitudinaux et à la forme ellipsoïdale des fils transversaux, les décohésions ne sont pas strictement perpendiculaires à la direction  $x_1$ .

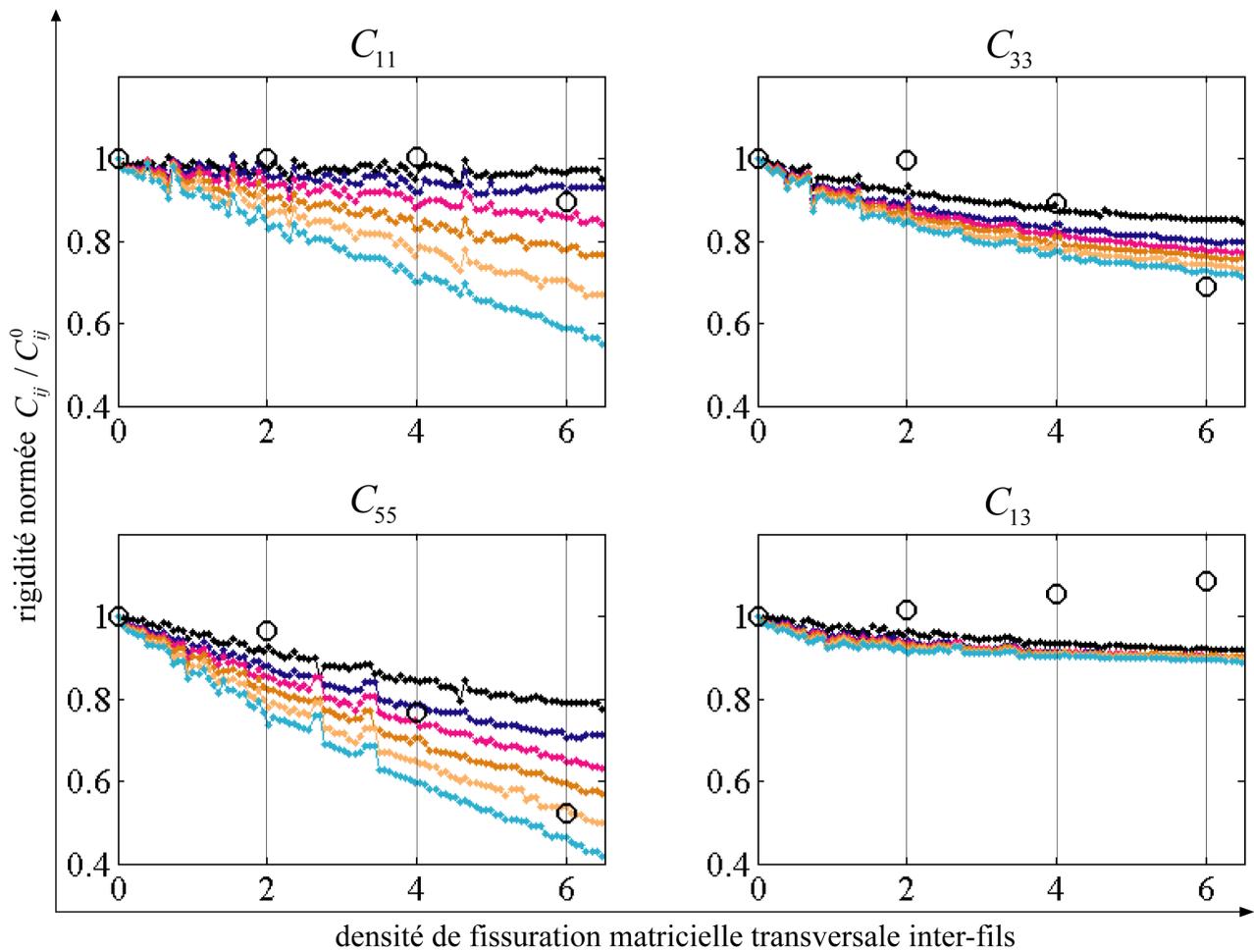


FIGURE 5.16 – Variations des composantes normées<sup>8</sup> du tenseur de rigidité du composite dans le plan  $(x_1, x_3)$ , en fonction de la densité  $d_{mat}$  de fissures transverses au sein de la matrice inter-fils. Le dégradé de couleurs correspond à une augmentation des longueurs de décohésion de 0 à 0.1 mm par pas de 0.02 mm. La courbe noire est associée à des fissures sans décohésion. Les symboles "O" représentent les valeurs expérimentales mesurées par ultrasons aux limites des quatre zones de comportement.

### 5.3.2 Fils transversaux : endommagement mésoscopique

Une densité de 2.5 fissures par fils transversaux avant rupture a été mesurée éprouvette rompue (figure 5.14 (a)). Une longueur de décohérence fixe est associée à chaque fissure transversale (figure 5.17). La figure 5.18 représente l'effet de la densité  $d_{trans}$  de fissures au sein des fils transversaux sur les composantes du tenseur de rigidité pour six longueurs de décohérence,  $L_{trans}$ , allant de 0 à 0.1 mm par pas de 0.02 mm.

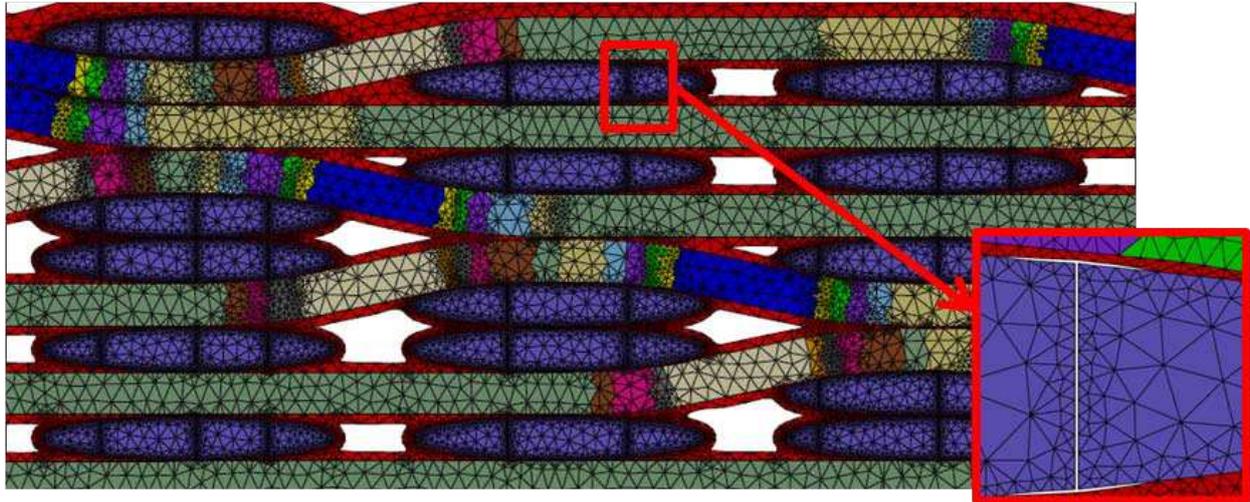


FIGURE 5.17 – Maillage mésoscopique dans lequel est introduite la fissuration transversale et les décohérences au sein des fils transversaux.

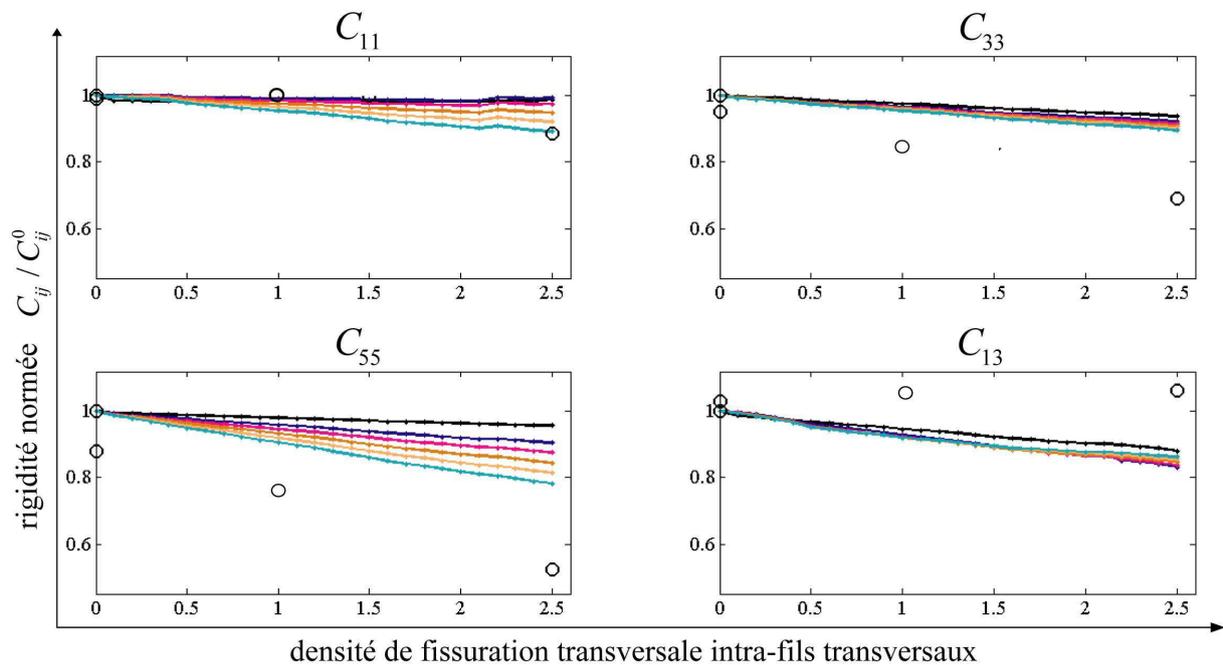


FIGURE 5.18 – Variations des composantes normées<sup>8</sup> du tenseur de rigidité du composite dans le plan  $(x_1, x_3)$ , en fonction de la densité de fissures transversales au sein des fils transversaux. La longueur de décohérence varie de 0 à 0.1 mm par pas de 0.02 mm. La courbe noire est associée à des fissures transversales sans décohérence. Les symboles "O" représentent les valeurs expérimentales ultrasonores.

Les fissures mésoscopiques intra-fils transversaux affectent peu le tenseur de rigidité [Couégnat (2008)]. L'introduction de cet unique réseau de fissuration ne peut décrire les variations expérimentales des rigidités (symboles noirs de la figure 5.18). Afin de reproduire les variations des composantes du tenseur de rigidité, la fissuration mésoscopique intra-fils transversaux est ajoutée à la fissuration matricielle inter-fils (figure 5.19).

Compte tenu des résultats de la figure 5.16, les longueurs de décohésion inter-fils sont fixées à  $0.02 \text{ mm}$ . Pour les décohésions inter-fils et intra-fils transversaux, l'interphase matrice-fils ou fils-matrice est identique. Les longueurs de décohésion des fils transversaux  $L_{trans}$  sont alors choisies égales à celles de la matrice inter-fils ( $L_{mat} = 0.02 \text{ mm}$ ).

La fissuration au sein des fils transversaux commence lorsque la densité de fissures inter-fils atteint 2 fissures/ $\text{mm}$ . La figure 5.19 représente les composantes du tenseur de rigidité dans le plan  $(x_1, x_3)$  en fonction de la densité de fissures matricielles inter-fils, pour des densités de fissures intra-fils transversaux de 0, 1 et 2.5 fissures/ $\text{mm}$ .

La combinaison de la fissuration mésoscopique intra-fils transversaux et de la fissuration matricielle inter-fils permet de décrire la cinétique de l'endommagement jusqu'au point expérimental correspondant à la fin du "coude" de la courbe contrainte-déformation (fin de la zone 2 de la figure 5.14 (a)). Au-delà de 4 fissures/ $\text{mm}$  matricielle inter-fils, la prise en compte de la fissuration intra-fils transversaux ne suffit pas à décrire la chute expérimentale finale des quatre composantes du tenseur de rigidité. Il est alors nécessaire de considérer la fissuration microscopique au sein des fils longitudinaux.

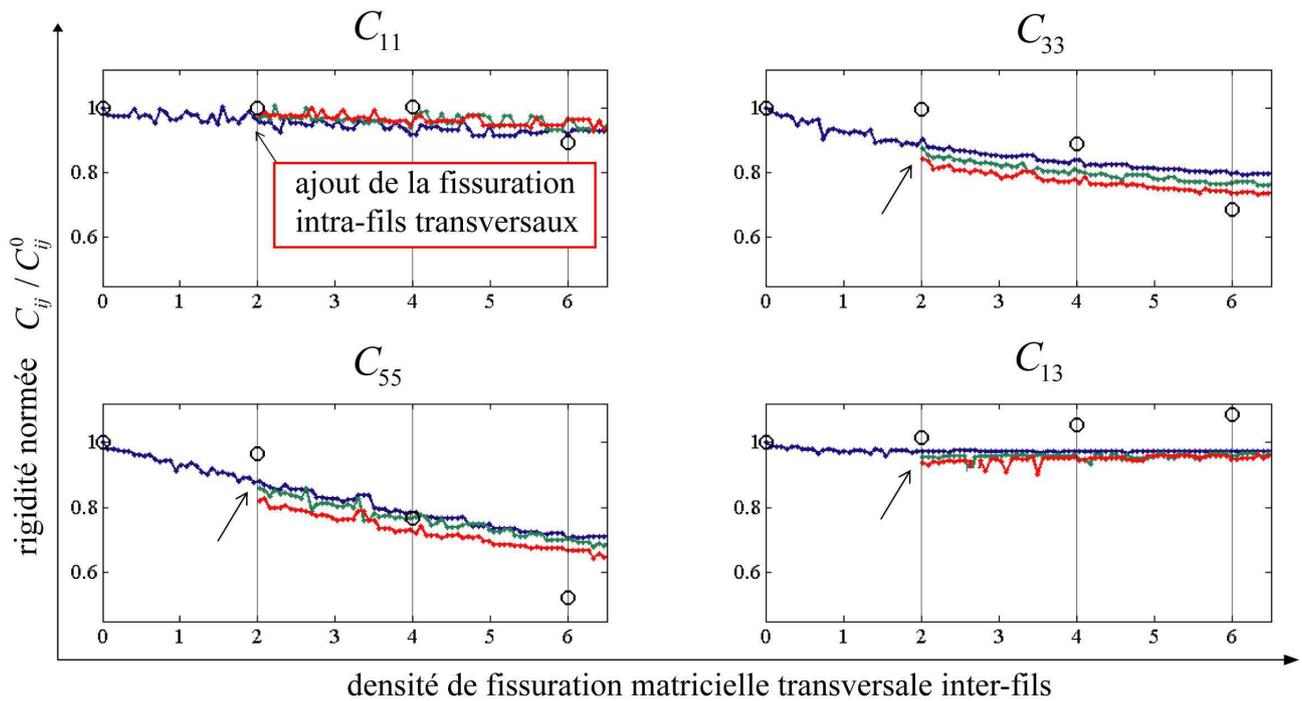


FIGURE 5.19 – Variations des composantes normées<sup>8</sup> du tenseur de rigidité du composite dans le plan  $(x_1, x_3)$ , en fonction de la densité de fissures de la matrice inter-fils. À partir d'une densité  $d_{mat}$  supérieure à 2 fissures/ $\text{mm}$ , des densités  $d_{trans}$  de 0, 1, 2.5 fissures par fils transversaux sont ajoutées avec une décohésion fixée à  $0.02 \text{ mm}$ . Les symboles "O" représentent les valeurs expérimentales ultrasonores aux limites des quatre zones de comportement.

### 5.3.3 Fils longitudinaux : endommagement microscopique

Les propriétés d'élasticité du fil 3D ont été estimées (tableau 5.10 fil (c)). À l'échelle mésoscopique du fil, le mécanisme d'endommagement prépondérant est également la microfissuration matricielle transversale qui s'accompagne de décohésions aux interfaces fibre-matrice. Les deux variables  $d_{longi}$  et  $L_{longi}$  caractérisent l'état d'endommagement du fil. La longueur de la cellule élémentaire virtuelle du fil 3D doit respecter des conditions de périodicité dépendant de la densité de fissuration  $d_{longi}$  et de la longueur de décohésion  $L_{longi}$  [Coradi (2014)] (figure 5.20).

Une fissure est introduite dans la matrice à mi-hauteur de la cellule élémentaire de longueur égale au pas de fissuration  $1/d_{longi}$  (en  $mm$ ). Les décohésions sont réparties de part et d'autre de la fissure transverse aux interfaces fibre-matrice sur une longueur totale de  $L_{longi}$ . On considère que les ruptures des fibres apparaissent juste avant rupture du matériau. Elles ne sont donc pas prises en compte.

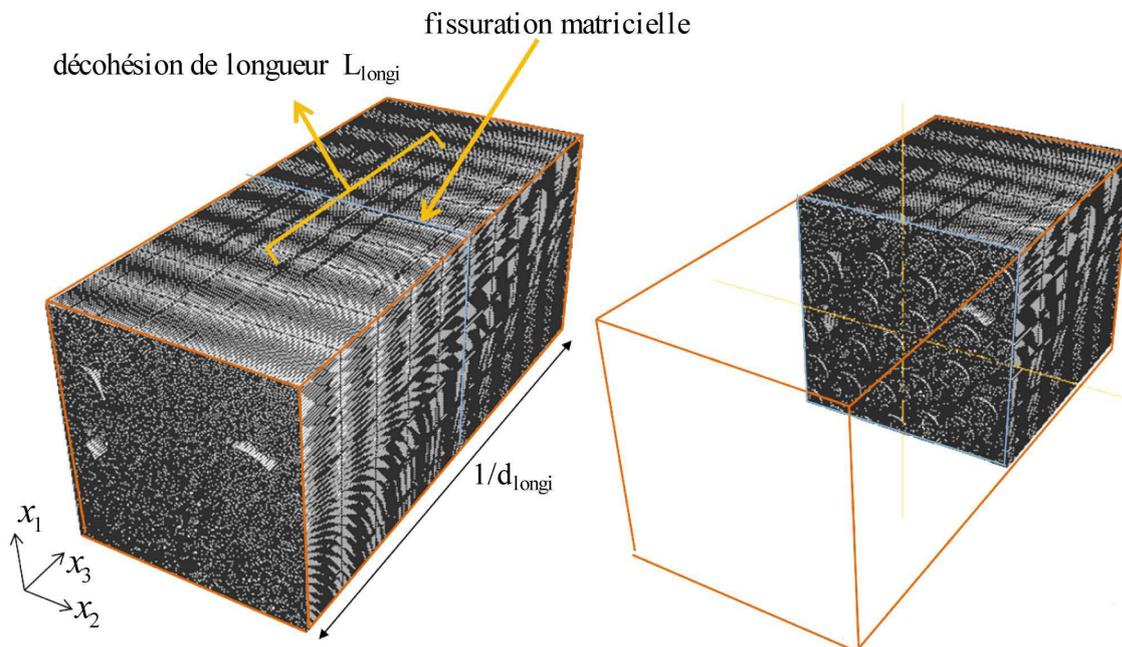


FIGURE 5.20 – Cellule élémentaire d'un mini-composite (ou fil longitudinal) fissurée :  $d_{longi}$  est la densité de fissuration,  $1/d_{longi}$  le pas de fissuration en  $mm$  et  $L_{longi}$  la longueur de décohésion.

Les propriétés d'élasticité du fil endommagé sont calculées pour différentes densités de fissuration et longueurs de décohésion associées. Celles-ci sont ensuite introduites au sein de la cellule macroscopique 2D représentant le tissage afin de déterminer les propriétés du composite ainsi endommagé.

La densité de fissuration des fils longitudinaux mesurée sur micrographie *in situ* avant rupture atteint 2.5 fissures/ $mm$ . Toutefois, pour quantifier l'influence d'éventuelles fissures non visibles dans le plan d'observation des fils longitudinaux [Bertrand *et al.* (2001)], le calcul est mené pour une densité de fissure  $d_{longi}$  atteignant 5 fissures/ $mm$ .

La figure 5.21 représente l'influence de la densité de fissures  $d_{longi}$  dans les fils longitudinaux, pour des longueurs de décohésion allant de 0 à 0.1  $mm$  par pas de 0.02  $mm$ , sur les composantes du tenseur de rigidité dans le plan  $(x_1, x_3)$ . La densité expérimentale de fissuration  $d_{longi}$  avant rupture est considérée comme approximativement égale à 3.33 fissures/ $mm$  (correspondant à un pas de fissuration égal à 300  $\mu m$ ). Cette microfissuration laissant la plus grande partie du matériau sain a très peu d'influence sur les rigidités.

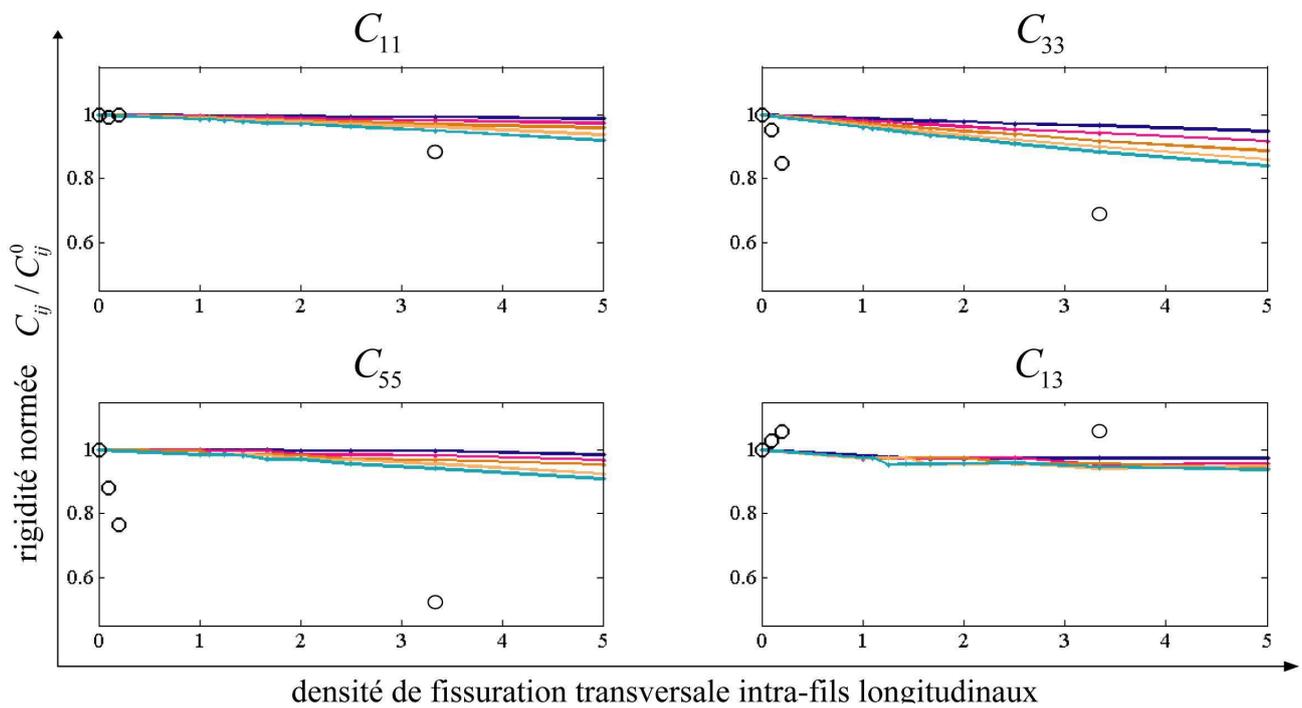


FIGURE 5.21 – Variations des composantes normées<sup>8</sup> du tenseur de rigidité du composite dans le plan  $(x_1, x_3)$ , en fonction de la densité de fissures transversales au sein des fils longitudinaux. La longueur de décohesion varie de 0 à 0.1 mm par pas de 0.02 mm. La courbe bleue est associée à des fissures transversales avec 0.02 mm de longueur de décohesion. Les symboles "O" représentent les valeurs expérimentales ultrasonores.

Le fil (ou un composite unidirectionnel) est classiquement utilisé comme outil de compréhension du comportement global des composites. À partir de la cellule mésoscopique 3D représentative du fil, on pourrait facilement reproduire la variation expérimentale de la composante  $C_{33}$  du tenseur de rigidité. Mais pour l'état de fissuration correspondant, les valeurs des autres composantes du tenseur de rigidité calculées seraient très éloignées des mesures expérimentales. Cette remarque souligne l'importance de la prise en compte du caractère tissé du composite SiC/SiC et l'intérêt d'accéder expérimentalement à des informations tridimensionnelles.

### 5.3.4 Endommagement multi-échelle du SiC/SiC tissé 3D

Pour décrire la diminution des composantes du tenseur de rigidité, c'est-à-dire la cinétique de l'endommagement, les trois réseaux de fissuration doivent être combinés. La fissuration des fils longitudinaux est ajoutée à la fissuration matricielle inter-fils et intra-fils transversaux en introduisant les propriétés d'élasticité des fils endommagés dans la cellule 2D elle-même endommagée.

La figure 5.22 représente les composantes du tenseur de rigidité dans le plan  $(x_1, x_3)$  en fonction de la densité de fissures transversales dans la matrice inter-fils et d'une densité variable de fissures des fils transversaux et longitudinaux. La fissuration intra-fils transversaux débute lorsque la fissuration inter-fils atteint 2 fissures/mm. Des décohésions de longueurs fixées à 0.02 mm sont créées par la déviation de ces deux réseaux de fissures transversales. La fissuration des fils longitudinaux débute lorsque la densité de fissures matricielles inter-fils atteint 4 fissures/mm et la densité de fissuration intra-fil transversaux 1 fissures/mm (figure 5.14). La densité  $d_{longi}$  de fissure dans les fils longitudinaux varie de 0 à 4 fissures/mm et la longueur de décohesion associées,  $L_{longi}$ , de 0 à 0.12 mm par pas de 0.02 mm.

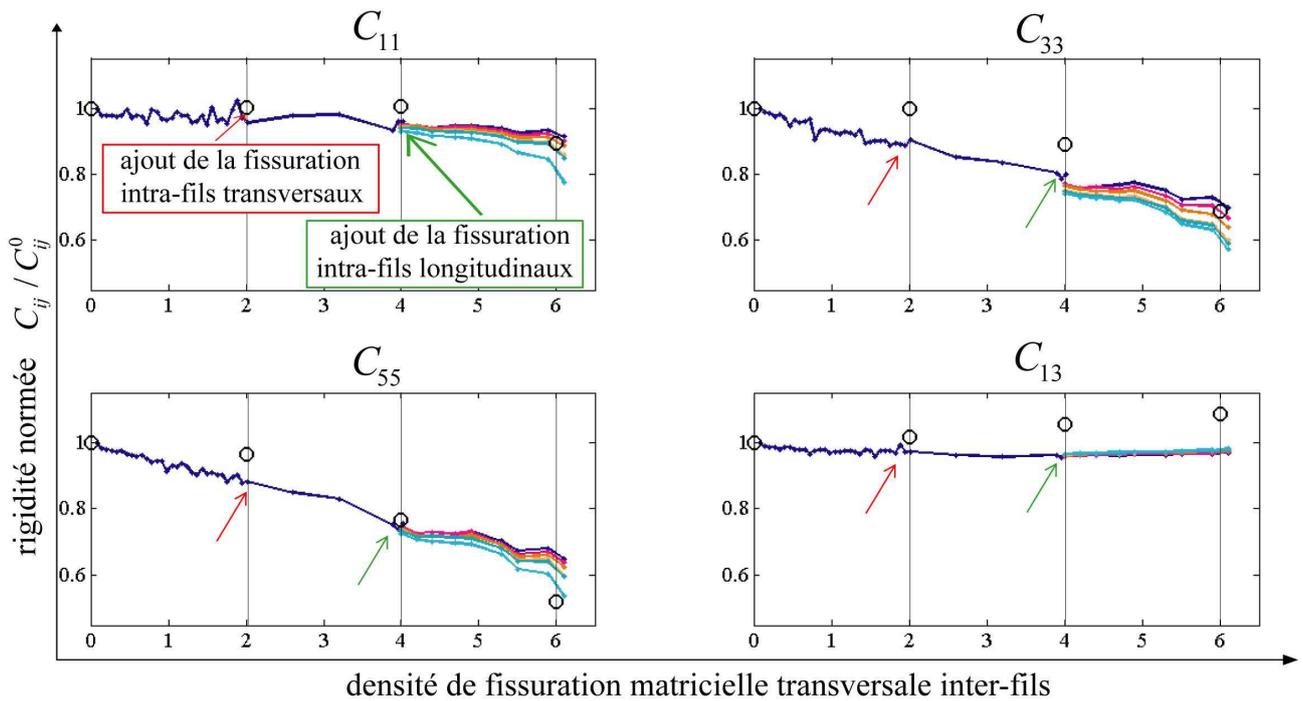


FIGURE 5.22 – Variations des composantes normées<sup>8</sup> du tenseur de rigidité dans le plan  $(x_1, x_3)$ , en fonction de la densité de fissures de la matrice inter-fils. À partir d'une densité  $d_{mat}$  supérieure à 2 fissures/mm, les fissures par fils transversaux sont ajoutées avec une décohésion fixée à 0.02 mm. À partir d'une densité  $d_{mat}$  supérieure à 4 fissures/mm, les fissures par fils longitudinaux sont ajoutées avec une décohésion qui varie de 0.02 à 0.12 mm par pas de 0.02 mm. Les symboles "O" représentent les valeurs expérimentales ultrasonores au limites des quatre zones de comportement.

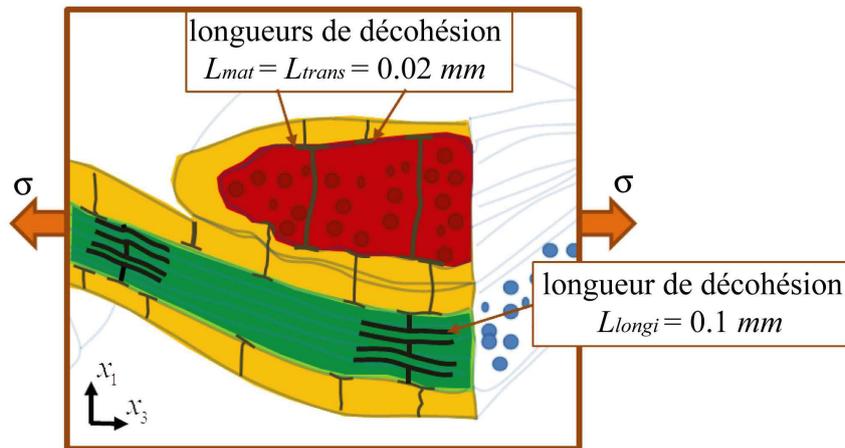


FIGURE 5.23 – Schéma des réseaux de fissuration.

À partir de la combinaison des trois réseaux de fissuration, les prédictions de la modélisation multi-échelle coïncident avec les mesures expérimentales pour une longueur de décohésion intra-fils longitudinaux voisine de  $L_{longi} = 0.1 \text{ mm}$  et une densité de  $d_{longi} = 3.33 \text{ fissures/mm}$  (correspondant à un pas de fissuration égal à  $300 \mu\text{m}$ ). Les longueurs de décohésion inter-fils ( $L_{mat} = 0.02 \text{ mm}$ ) seraient donc inférieures aux longueurs de décohésion intra-fils longitudinaux pour une densité de fissures supérieure (figure 5.23).

Ces résultats sont conformes à ceux des travaux antérieurs [Aveston *et al.* (1971) ; Lamon *et al.* (1993)], qui ont montré que le pas de fissuration à saturation est inversement proportionnel à la résistance interfaciale. Ainsi, les longueurs de décohésion sont d'autant plus courtes que les distances interfissures sont petites et que la liaison interfaciale est forte [El Yagoubi (2011)].

## 5.4 Développement et autres applications de l'approche multi-échelle

La représentation par éléments finis 2D de l'endommagement macroscopique du composite SiC/SiC tissé 3D valide les évolutions des réseaux de fissuration et reproduit les variations simultanées de quatre rigidités du plan ( $x_1, x_3$ ). L'influence des fissures est considérée dans tout ce plan. Les couplages entre ces deux directions induits par ces discontinuités sont alors explicités à partir d'un seul essai de traction instrumenté par méthode ultrasonore.

Les métrologies mécaniques classiques identifient ces paramètres de couplage à l'aide de plusieurs essais suivant différents axes du matériau, par exemple, des tractions à 0°, 90°, 45°, ... [ Camus (2000) ; Couégnat (2008) ; Marcin (2010)]. La variation de module de cisaillement lors d'un essai de traction ou inversement la variation de module d'Young lors d'une essai de torsion ou encore les couplages entre traction et cisaillement lors d'un essai hors-axes (perte d'orthotropie, effet de fermeture de fissures sur le module de cisaillement, ...) ne sont accessibles en métrologie classique que par des essais multi-axiaux cyclés : essais de traction-torsion sur tubes [Maire et Pacou (1996)] ou de traction biaxiale sur éprouvette plate [Lesne *et al.* (1996)].

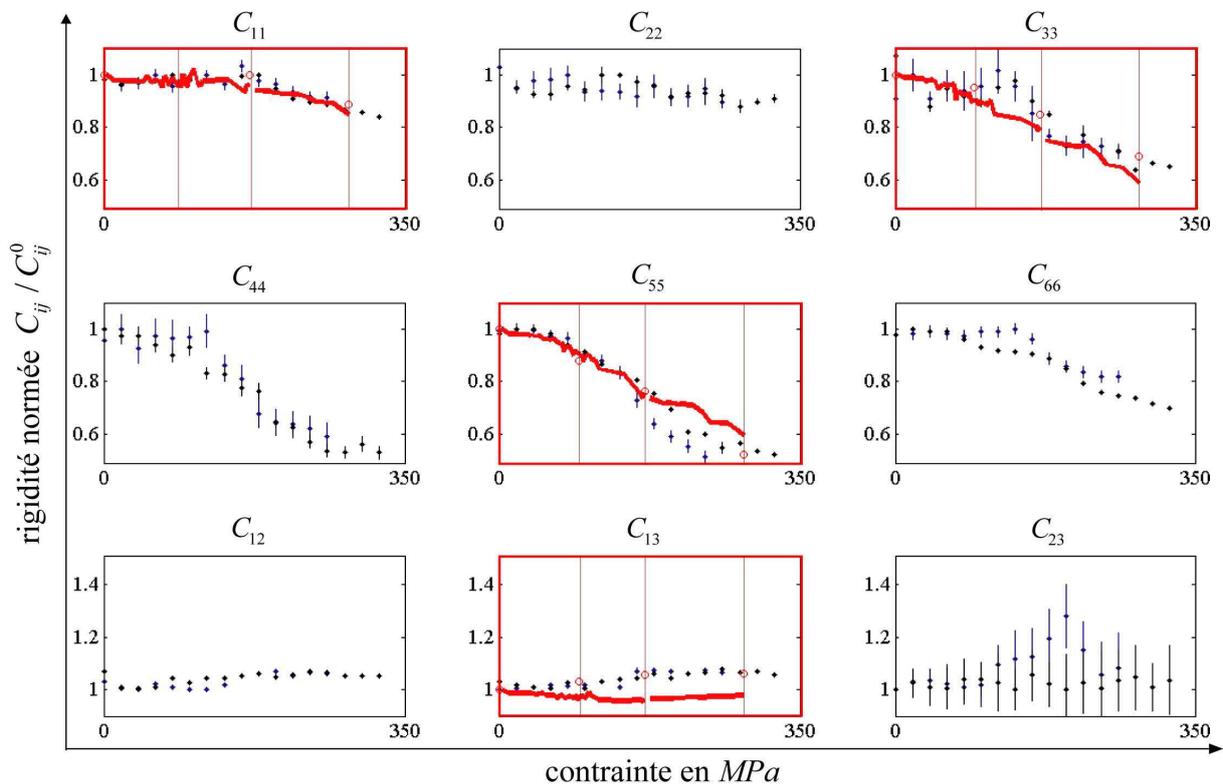


FIGURE 5.24 – Variations du tenseur de rigidité normées<sup>8</sup> identifiées par méthode ultrasonore (éprouvettes 1 et 2 en "."; moyenne en "o" rouge) confrontées aux prédictions normées<sup>8</sup> du calcul multi-échelle dans le plan ( $x_1, x_3$ ) (en rouge).

Une représentation multi-échelle tridimensionnelle du composite reproduirait les variations simultanées des neuf composantes du tenseur de rigidité expérimental (figure 5.24). L'influence et les dimensions "volumiques" des fissures, seraient ainsi estimées et permettraient, par exemple, de répondre à la question suivante : *une fissure transverse intra-fils transversaux, est-elle finie (figure 5.25) ou étendue (figure 5.26) sur la totalité de la longueur du fil?*

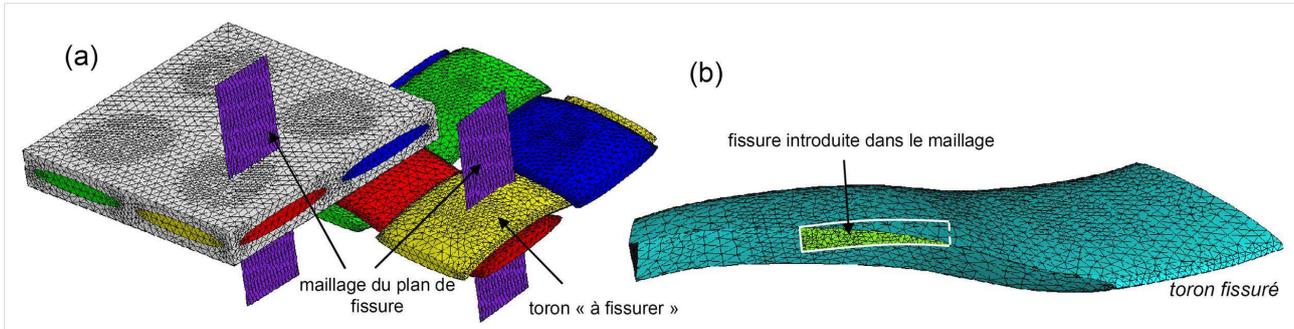


FIGURE 5.25 – (a) Maillage d'une cellule mésoscopique de composite tissé et de son renfort et (b) maillage du toron dans lequel on a introduit une fissure plane, intersection entre le toron et le plan de fissure visible sur (a) [Grail *et al.* (2011)].

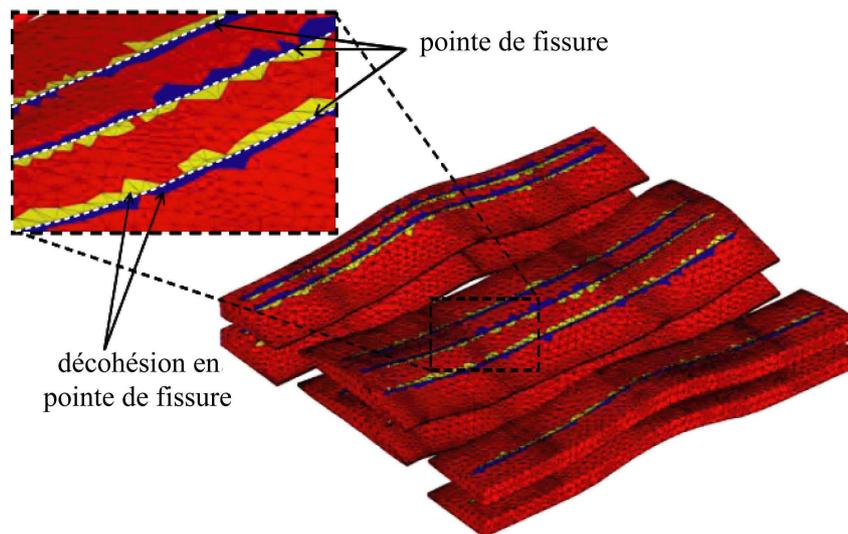


FIGURE 5.26 – Introduction de fissures transverses avec zone de décohésion sur toute la longueur des fils transversaux [Fagiano *et al.* (2013)].

Les applications de la méthodologie multi-méthode sont nombreuses. Par exemple, la confrontation des prévisions du calcul multi-échelle et des variations expérimentales des rigidités des éprouvettes 1 et 2 (figure 5.27) ouvre une voie à la compréhension de la dispersion matériau. Bien que ces deux éprouvettes soient représentatives du comportement "typique" du composite, certaines spécificités sont observables. Si la valeur initiale et la variation expérimentale de la composante  $C_{11}$  de l'éprouvette 1 coïncide avec la variation prédite numériquement, ce sont les composantes  $C_{33}$  et  $C_{55}$ , de l'éprouvette 2, qui sont plus proches des prédiction.

Puisque les outils de représentation géométrique du composite SiC/SiC tissé 3D sont opérationnels, on peut, par exemple, concevoir une fraction volumique de la matrice variant d'une éprouvette "virtuelle" à l'autre, qui serait responsable de la différence des composantes initiales du tenseur de rigidité. De plus, le lien entre les variations des rigidités et les réseaux de microfissuration étant établi, on peut alors imaginer une cinétique de fissuration légèrement différente entre les deux éprouvettes. L'éprouvette 2 a peut être eue une fissuration transversale identique pour des longueurs de décohésion plus importantes. Les combinaisons possibles des deux variables **densité de fissures transverses** et **longueur de décohésion** sont multipliées par les trois régions de fissuration inter et intra-fils. Seule une identification des lois d'évolution de la fissuration par passage micro-macro itératif permettrait de confirmer cette hypothèse.

Connaissant les réseaux et régions de fissuration propres au composite SiC/SiC tissé 3D, cette procédure itérative multi-échelle peut servir de support à une conception numérique par identification inverse des propriétés des constituants, des densités de fissuration et des longueurs de décohésion. Elle évite le recours systématique à des observations micrographiques invasives et coûteuses en temps. Dans le cas de l'adaptation du modèle de comportement à une nuance de matériau légèrement différente, l'identification des cinétiques d'endommagement ne dépendrait plus uniquement d'analyses microstructurales.

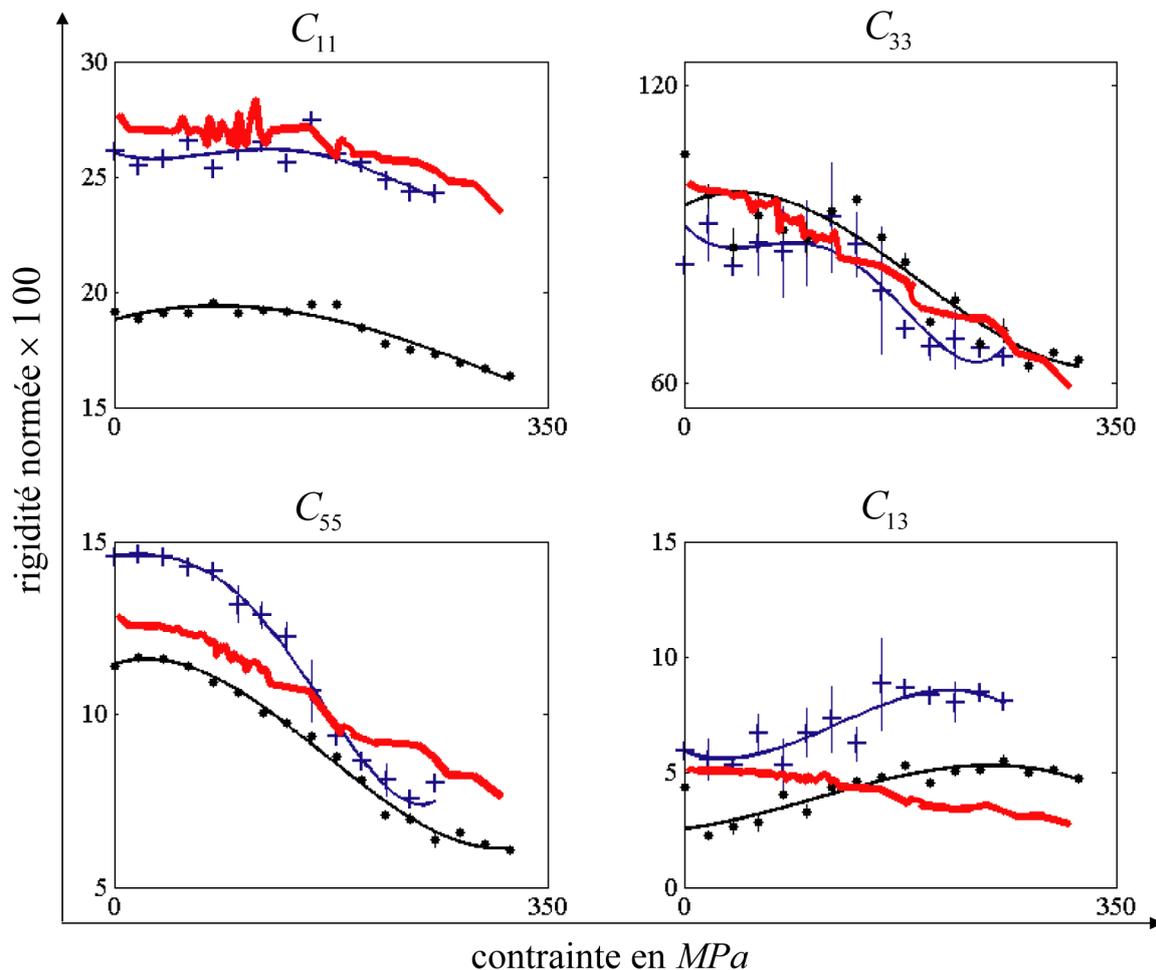


FIGURE 5.27 – Comparaison des variations des rigidités (normées<sup>5</sup> × 100) du plan  $(x_1, x_3)$  des éprouvettes 1 ("+" ) et 2 ("." ) et des prédictions du calcul multi-échelle 2D illustrant la dispersion matériau.

La dispersion du comportement macroscopique d'un matériau fissurable est liée à la variabilité des propriétés des interfaces fibre-matrice et fil-matrice à l'échelle microscopique. L'effet de la résistance interfaciale, c'est-à-dire des longueurs de décohesion, sur la réponse macroscopique contrainte-déformation est illustré figure 5.28 pour un mini-composite. L'existence de trois régions de fissuration dans le composite SiC/SiC tissé 3D complexifie la relation entre mécanisme de fissuration et courbe contrainte-déformation macroscopique. L'approche multi-méthode permet néanmoins l'identification itérative multi-échelle des longueurs de décohesion. De plus, la partition des déformations, c'est-à-dire le calcul de la part "anélastique" de la déformation, explicite le lien entre ces longueurs de décohesion, la résistance interfaciale et les ouvertures de fissure.

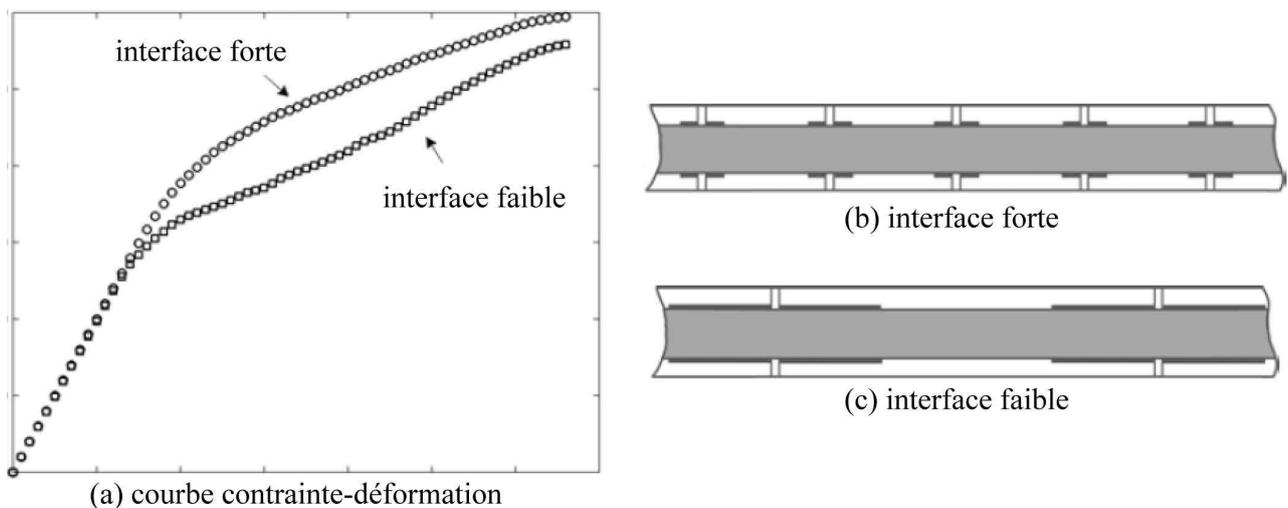


FIGURE 5.28 – (a) Courbe contrainte-déformation de minicomposites en traction et illustration des états d'endommagement associés à une résistance interfaciale (b) forte et (c) faible [El Yagoubi (2011)].

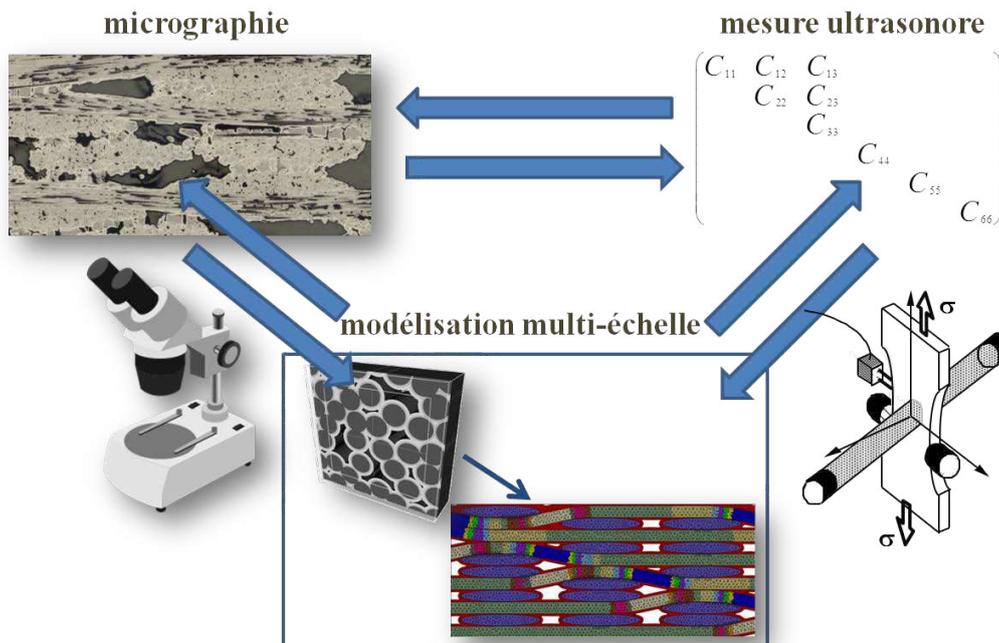
Les ouvertures de fissure et les longueurs de décohesion sont, notamment, indispensables à la prévision des phénomènes d'oxydation [Hun *et al.* (2010)], problématique essentielle des composites thermostructuraux destinés aux parties chaudes des moteurs d'avion. De même, la connaissance des lois d'évolutions des longueurs de décohesion et de la résistance interfaciale gouvernant l'ouverture-fermeture des fissures sous charge, est indispensable à la compréhension et à la modélisation du comportement sous sollicitation cyclée. Elles sont donc la clé du dimensionnement du CMC SiC/SiC tissé 3D dont la tenue mécanique doit atteindre 100 000 heures de fonctionnement.



# Conclusion

Ces travaux contribuent à une meilleure connaissance du comportement mécanique du composite SiC/SiC tissé 3D. Des interrogations persistaient sur la compréhension des mécanismes d'endommagement : quels sont les réseaux de fissuration critiques du matériau ? Quand interviennent-ils ? Quelle est l'importance des couplages dus à l'endommagement anisotrope ? Quelle est l'influence du tissage, des constituants, de l'interface ?

Face à ces nombreuses problématiques, l'industriel cherche à minimiser le nombre d'essais en adoptant une stratégie de multi-instrumentation. La caractérisation ultrasonore sous charge entre dans cette catégorie en autorisant la mesure classique de la courbe contrainte-déformation complétée par celles des propriétés d'élasticité tridimensionnelles et des cinétiques des réseaux de fissuration. Il restait à approfondir le lien entre ces mesures ultrasonores macroscopiques et la microstructure complexe d'un composite tissé 3D. Ceci est réalisé par une analyse micrographique *in situ* d'un essai de traction et le développement d'une modélisation multi-échelle par éléments finis. Le calcul homogénéisé des propriétés d'élasticité effectives d'une cellule élémentaire représentative du composite SiC/SiC tissé 3D est comparé avec les propriétés d'élasticité macroscopiques identifiées par mesures ultrasonores.



La première étape a été d'adapter la **méthode de caractérisation ultrasonore** à la réponse acoustique du CMC SiC/SiC tissé 3D. Le choix d'un **algorithme d'optimisation génétique** assure la robustesse de l'identification ultrasonore malgré un mélange de modes prononcé particulier à ces composites tissés 3D.

À l'échelle macroscopique, l'endommagement est défini par la **variation du tenseur de rigidité**. Quatre essais en traction monotone et un essai en traction cyclé dans le sens chaîne ont servi à identifier les mécanismes et les réseaux de fissuration. La prédominance des fissures perpendiculaires à la direction de chargement a été mise en évidence. Cette **fissuration transverse** s'accompagne de **décohésion** ; lorsque celle-ci est dans un plan perpendiculaire à la direction de l'épaisseur de l'éprouvette, le comportement est "typique" du CMC SiC/SiC tissés 3D ; si la décohésion se développe suivant une autre direction, le comportement de l'éprouvette testée devient "atypique" (rupture prématurée ou déformation importante). L'effet dominant des interfaces fibre-matrice et fils-matrice sur ces deux comportements est classique pour les composites à matrice céramique.

En partitionnant la déformation totale en une part "élastique endommagée" et une part "anélastique", le mécanisme d'**ouverture des fissures** a été quantifié. Le maintien de la contrainte au cours de paliers et l'essai cyclé ont souligné l'importance du frottement aux interfaces et le caractère unilatéral des fissures qui peuvent être "actives" ou "passives".

L'**étude micrographique sous charge** a associé les réseaux de fissuration identifiés par la méthode ultrasonore à des régions matériau : la matrice inter-fils, les fils transversaux et les fils longitudinaux. Le mécanisme d'ouverture de fissure a été observé et quantifié. La mise en relation des **cinétiques de fissuration** mesurées sur les micrographies avec les évolutions des composantes de rigidité  $a$ , par exemple, confirmé le transfert de charge matrice-fibre piloté par les décohésions lorsque les fissures atteignent les fils longitudinaux. La contribution des deux méthodes a conduit à attribuer une valeur chiffrée à l'ouverture de fissures suivant la région matériau qu'elles affectent : l'allongement "anélastique" (mesure ultrasonore et sensorimétrique) divisé par le nombre de fissure (mesure micrographique) définit l'ouverture de celles-ci.

Une caractérisation détaillée de la microstructure du fil et du composite tissé ont été proposées à partir de ces micrographies. La description de l'arrangement des fibres, les moyennes "statistiques" d'épaisseur de matrice et de taux de porosité guident le choix d'une géométrie simplifiée de la microstructure complexe du CMC SiC/SiC tissé 3D. Les morphologies et la propagation des fissures au sein de la microstructure du composite ont été étudiées à partir de l'analyse des images micrographiques à différents niveaux de chargement.

Le **modèle multi-échelle** considéré permet de décrire la structure du composite. Les premiers **choix de la représentation** se basent sur l'étude micrographique qui caractérise la microstructure en termes de répartition spatiale des fibres, de forme et de fraction volumique des constituants et porosités.

Le comportement mécanique non linéaire du CMC SiC/SiC tissé 3D est dû à l'initiation et à la croissance de microfissures. Deux réseaux de fissuration d'orientation différente ; la fissuration perpendiculaire à la direction de chargement et la décohésion interfaciale colinéaire à cette direction, sont localisés dans trois régions multi-échelle ; la matrice inter-fils, les fils transversaux et les fils longitudinaux. L'**introduction discrète des modes d'endommagement** au sein de la modélisation multi-échelle de la cellule élémentaire du composite quantifie l'effet macroscopique de chaque réseau de fissuration sur les propriétés d'élasticité du composite. Leur superposition permet de retrouver les couplages et les cinétiques d'endommagement expérimentales.

---

La comparaison des mesures ultrasonores aux prédictions multi-échelle a alors confirmé les orientations, les dimensions multi-échelle des fissures et les cinétiques d'endommagement. Cette confrontation conduit également à l'identification des **longueurs de décohésion** particulièrement difficiles à mesurer expérimentalement et confirme l'importance de la dimension 3D du tissage sur le comportement du CMC SiC/SiC étudié. La connaissance des longueurs de décohésion et des ouvertures des fissures sont des données essentielles pour la compréhension et la prévision des phénomènes d'oxydation.

### **Vers une analyse tridimensionnelle**

Le lien entre les propriétés d'élasticité du matériau et l'effet des fissures sur celles-ci a été précisé par l'introduction discrète des réseaux de fissuration au sein de la modélisation multi-échelle. La méthodologie multi-échelle ne nécessite pas de ré-identification microstructurale à chaque nouvelle nuance de matériau. La reproductibilité des variations du tenseur de rigidité ultrasonore confirme l'identification des cinétiques d'endommagement. Le fait de se passer d'une caractérisation microstructurale est particulièrement intéressant lorsque l'on souhaite comprendre les mécanismes et les réseaux de fissuration se créant lors d'un essai hors-axe matériau. Suivant l'orientation d'un essai de traction, les micrographies d'éprouvette polie ne permettent pas d'observer de fissure.

Les futurs travaux de modélisation devront donc intégrer une représentation tridimensionnelle du tissage. L'ensemble des relations de couplage pourra être identifié à partir des résultats issus de l'évaluation ultrasonore et de la modélisation multi-échelle. La méthodologie ultrasonore autorise la caractérisation du tenseur de rigidité d'un matériau présentant une symétrie monoclinique. Cette symétrie traduit l'anisotropie totale induite par l'endommagement lorsque le chargement ne coïncide plus avec le repère principal du matériau.

### **Vers l'optimisation de la conception (matériau "virtuel")**

Le degré de raffinement de matériau "virtuel" proposé n'est pas optimal, mais donne une représentation conforme aux spécificités du composite. La nature multi-procédé et multi-séquenté de la matrice n'est pas représentée mais la procédure multi-échelle d'identification a permis d'accéder aux propriétés volumiques de cette matrice homogénéisée. Une procédure identique de ré-identification multi-échelle permettrait de quantifier l'influence d'un changement d'un des constituants sur la réponse globale du matériau.

Les spécificités des composites à matrice céramique les amènent à être utilisés dans des conditions de température et d'environnement extrêmes. L'amélioration des modèles de comportement passe donc par la prise en compte des phénomènes physico-chimiques provoqués par ces environnements sévères. L'aspect microstructural intrinsèque aux choix des variables d'endommagement et l'introduction de l'endommagement sous forme discrète offrent un cadre rationnel au couplage de l'approche proposée avec les modélisations micromécaniques existantes. Par exemple, l'étude des phénomènes d'oxydation-cicatrisation des fissures matricielles nécessite l'identification de leur ouverture et des longueurs de décohésion associées.



# Bibliographie

- O. ALLIX, C. CLUZEL, A. GASSER et P. LADEVÈZE : Modélisation des composites céramique-céramique à différentes échelles. *Revue des composites et matériaux avancés*, 3:277–297, 1993.
- C. ARISTÉGUI : *Anisotropie élastique totale naturelle ou induite*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, mars 1997.
- C. ARISTÉGUI et S. BASTE : Optimal determination of the material symmetry axes and associated elasticity tensor from ultrasonic velocity data. *Journal of the Acoustical Society of America*, 102(3):1503–1521, 1997a.
- C. ARISTÉGUI et S. BASTE : Optimal recovery of the elasticity tensor of general anisotropic materials from ultrasonic velocity data. *Journal of the Acoustical Society of America*, 101(2):813–833, 1997b.
- X. AUBARD : *Modélisation et identification du comportement mécanique des matériaux composites 2D SiC/SiC*. Thèse de doctorat, Université de Paris VI, novembre 1991.
- B. AUDOIN et S. BASTE : Ultrasonic evaluation of stiffness tensor changes and associated anisotropic damage in a ceramic matrix composite. *Journal of Applied Mechanics*, 61:309–316, 1994.
- B. AUDOIN et J. ROUX : Traitement de signal ultrasonore adapté à l'évaluation non destructive de matériaux dispersifs. *Revue de Physique Appliquée*, 25:1011–1017, 1990.
- B. AUDOIN : *Évaluation ultrasonore de l'endommagement anisotrope d'un composite à matrice fragile*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1, juin 1991.
- J. AVESTON, G. A. COOPER et A. KELLY : Single and multiple fracture. *Proceedings of Properties of Fiber Composites*, 4:15–26, 1971.
- M. AXELSEN : *Quantitative description of the morphology and microdamages of composite materials*. Thèse de doctorat, Aalborg University, juin 1995.
- S. BARBERO et E. J. SONTI : Determination of shear properties for RP pultruded composite. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 14:390–400, 1995.
- C. BARRET : *Endommagement induit par des fissures ellipsoïdales d'orientations multiples dans des matériaux composites à matrice céramique*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, décembre 1999.
- S. BASTE : Déformations transverses positives et décohésions. Rapport interne, mai 2013.
- S. BASTE et B. AUDOIN : On internal variables in anisotropic damage. *Journal of Applied Mechanics*, 10:587–606, 1991.

- S. BASTE et A. GERARD : Off-diagonal elastic constants and anisotropic damage. *Journal of energy resources technology*, 244:244–249, 1992.
- S. BASTE : Comportement non linéaire des composites à matrice fragile, théorie et mesure de leur endommagement. *Journal d'Acoustique*, 5(1):35–98, 1992.
- S. BASTE et R. E. BOUAZZAOUI : An experimental investigation of stiffness reduction and cracks geometry in a unidirectional brittle matrix composite. *Journal of Composite Materials*, 30(3):282–308, 1996.
- S. BASTE et B. HOSTEN : Évaluation de la matrice d'élasticité des composites orthotropes par propagation ultrasonore en dehors des plans principaux de symétrie. *Revue Physique Appliquée*, 25(2):161–168, 1990.
- G. BERNHART, P. LAMICQ et J. MACE : Fiabilité des composites céramiques-céramiques. *Industrial Ceramics*, 790:51–56, 1985.
- S. BERTRAND, R. PALLIER et J. LAMON : SiC/SiC minicomposites with nanoscale multilayered fibre coatings. *Composites Science and Technology*, 61:363–367, 2001.
- P. A. BODIAN : *Propagation des ultrasons en milieu hétérogène et anisotrope : application à l'évaluation des propriétés d'élasticité et d'atténuation d'aciers moulés par centrifugation et de soudures en inconel*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, mars 2011.
- R. E. BOUAZZAOUI : *Caractérisation de l'endommagement anisotrope par métrologie ultrasonore. Application à un matériau composite industriel : le 2D Carbone-SiC*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, avril 1994.
- E. BOUILLON, P. SPRIET, G. HABAROU, C. LOUCHET, T. ARNOLD, G. OJARD, D. FEINDEL, C. LOGAN, K. ROGERS et D. STETSON : Engine test and post engine test characterization of self sealing ceramic matrix composites for nozzle applications in gas turbine engines. *Proceedings of turbine technical conference and exposition*, 2004.
- F. BOUSSU, X. LEGRAND et A. SERRET : General clustering of warp interlock structures. *Proceedings of ITMC International Conference*, 2007.
- A. R. BUNSELL et A. PIANT : A review of the development of three generations of small diameter silicon carbide fibres. *Journal of Materials Science*, 41:823–839, 2006.
- V. CALARD : *Approches statistiques-probabilistes du comportement mécanique des composites à matrice céramique*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, 1998.
- G. CAMUS : Modelling of the mechanical behavior and damage processes of fibrous ceramic matrix composites : application to a 2-D SiC/SiC. *International Journal of Solids and Structures*, 37:919–942, 2000.
- B. CASTAGNÈDE : *Mesure des constantes élastiques de solides anisotropes par une méthode ultrasonore*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I, juillet 1984.
- J.-L. CHABOCHE : Damage induced anisotropy : on the difficulties associated with the active/passive unilateral condition. *International Journal of Damage Mechanics*, 1:148–171, 1992.
- J.-L. CHABOCHE et J.-F. MAIRE : A new micromechanics based CDM model and its application. *Aerospace Science and Technology*, 6:131–145, 2002.

- 
- C. CHATEAU : *Analyse expérimentale et modélisation micromécaniques du comportement élastique et de l'endommagement de composites SiC/SiC unidirectionnels*. Thèse de doctorat, École Polytechnique, octobre 2011.
- F. CHRISTIN : A global approach to fiber nD architectures and self-sealing matrices from research to production. *Journal of Applied Ceramic Technologies* 2, 2:97–104, 2005.
- Y. C. CHU, A. D. DEGTYAR et S. I. ROKHLIN : On determination of orthotropic material moduli from ultrasonic velocity data in nonsymmetry planes. *Journal of the Acoustical Society of America*, 95(6):3191–3203, 1994.
- F. COLLOBET : Modélisation de l'endommagement du béton sous compression triaxiale. Mémoire de D.E.A., Université de Paris 6, 1985.
- A. CORADI : *Modélisation multiéchelle du comportement mécanique de matériaux composites à renfort tissé*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, janvier 2014.
- J.-P. CORDEBOIS et F. SIDOROFF : Endommagement anisotrope en élasticité et plasticité. *Journal de mécanique théorique et appliquée*, (numéro spécial):45–60, 1982.
- G. COUÉGNAT : Identification numérique et expérimentale d'un modèle de comportement appliqué à un matériau composite à matrice céramique. Mémoire de D.E.A., École de Mines d'Albi-Carmaux, juin 2004.
- G. COUÉGNAT : *Approche multiéchelle du comportement mécanique de matériaux composites à renfort tissé*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, décembre 2008.
- T. CUTARD : *Caractérisation ultrasonore à haute température et sous contrainte de traction de composites céramique-céramique*. Thèse de doctorat, Université de Limoges, février 1993.
- I. M. DANIEL, J.-J. LUO et P. M. SCHUBE : Three-dimensional characterization of textile composites. *Composites Part B*, 39:13–19, 2008.
- M. DESCHAMPS : *Étude en ondes planes et faisceaux bornés de la réfraction à une interface liquide-solide, application à la caractérisation viscoélastique des composites*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I, juillet 1985.
- C. DUPIN, E. MARTIN et G. COUÉGNAT : Damage and failure mechanisms of 3D-SiC/SiC composite under tensile and flexural loading. *To be submitted to Composites Part A*, 2013.
- J. D. ESHELBY : The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *Proceedings of the Royal Society*, 241:376–396, 1957.
- R. ETCHART-SALAS, S. JACQUES, A. CORADI et E. MARTIN : Élaboration et caractérisation mécanique de composites à matrice céramique unidirectionnels. *Comptes Rendus des JNC* 17, 2011.
- A. G. EVANS, J. DAVIS et F. ZOK : The role of interfaces in fiber reinforced brittle matrix composites. *Composites Science and Technology*, 42:3–24, 1991.
- A. G. EVANS, J.-M. DOMERGUE et E. VAGAGGINI : Methodology for relating the tensile constitutive behavior of ceramic matrix composites to constituent properties. *Journal of American Ceramic Society*, 77(6):1425–1435, 1994a.
-

- A. G. EVANS et F.-W. ZOK : Review the physics and mechanics of fiber-reinforced brittle matrix composites. *Journal of Materials science*, 29:3857–3896, 1994.
- A. G. EVANS, F.-W. ZOK et R. M. McMEEKING : Fatigue of ceramic matrix composites. *Acta Metallurgica et Materialia*, 43(3):859–875, 1994b.
- C. FAGIANO, M. HIRSEKORN, G. GRAIL et V. CHIARUTTINI : Characterization and modeling of damage at the mesoscale of woven polymer matrix composites. *Proceedings of The 19th International Conference on Composite Materials*, 1:5420–5429, 2013.
- G. FANTOZZI, J.-C. NIÈPCE et G. BONNEFONT : *Les céramiques industrielles : Propriétés, mise en forme et applications*. L'usine nouvelle. Dunod, 2013.
- N. FRÉTY : *Comportement et endommagement mécaniques de torons densifiés et de matériaux 1D et 2D SiC/SiC non protégés - Influence de vieillissements sous air à haute température*. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines ParisTech, 1991.
- G. GRAIL, M. HIRSEKORN, N. CARRÈRE, G. HIVET et R. HAMBLI : Lien entre paramètres matériaux/procédés et performances d'une structure composite à renfort tissé : approche multimodèle et multiéchelle. *Comptes Rendus des JNC 17*, 2011.
- E. GREENHALGH et M. HILEY : The assessment of novel materials and processes for the impact tolerant design of stiffened composite aerospace structures. *Composite Part A*, 39:151–161, 2002.
- E. GRIPPON, S. BASTE, E. MARTIN, C. ARISTÉGUI et G. COUÉGNAT : Damage characterization of ceramic matrix composites. *Proceedings of The 15th European Conference on Composite Materials*, 2012.
- L. GUILLAUMAT : *Microfissuration des CMC : relation avec la microstructure et le comportement mécanique*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, 1994.
- M. Y. HE, B. X. WU, A. G. EVANS et J. W. HUTCHINSON : Inelastic strains due to matrix cracking in unidirectional fiber-reinforced composites. *Mechanics of Materials*, 18:23–29, 1994.
- V. HERB, E. MARTIN et G. COUÉGNAT : Damage analysis of thin 3d-woven sic/sic under low velocity impact loading. *Composite Part A*, 43:247–253, 2012.
- B. HOSTEN : Stiffness matrix invariant to validate the characterization of composite materials with ultrasonic methods. *Ultrasonics*, 30(6):365–371, 1992.
- B. HOSTEN, A. BARROT et J. ROUX : Interférométrie numérique ultrasonore pour la détermination de la matrice de raideur des matériaux composites. *Acoustica*, 53:212–217, 1983.
- B. HOSTEN et B. CASTAGNÈDE : Mesures des composantes élastiques du bois à l'aide d'un interféromètre ultrasonore numérique et leur optimisation. *Comptes Rendus de l'Académie des sciences Paris*, 296(II): 1761–1764, 1983.
- N. HUN, L. BRISSONNEAU et F. REBILLAT : Oxidation of SiC/SiC composites in gas fast reactors in operating conditions : Thermodynamic and experimental approaches. *Proceedings of HTCMC 7 Conference*, 2010.
- J. HUTCHINSON et H. JENSEN : Models of fiber debonding and pull-out in brittle composites with friction. *Mechanics of Materials*, 9:139–163, 1990.

- 
- S. JOURDAIN-BAUDOIN : *Mesure et modélisation de l'atténuation ultrasonore anisotrope dans les matériaux composites*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, 1996.
- M. KACHANOV : A continuum model of medium with cracks. *Journal of the Engineering Mechanics Division*, 106:1039–1051, 1980.
- A. KAFLOU : *Étude du comportement des interfaces et des interphases dans les composites à fibres et à matrices céramiques*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2006.
- R. KOTIL, J. HOLMES et M. COMNINOU : Origins of hysteresis observed during fatigue of ceramics matrix composites. *Journal of the American Ceramic Society*, 73(7):1879–1889, 1990.
- J. LAMON, N. LISSART, C. RECHIGNIAC, D. ROACH et J. JOUIN : Micromechanical and statistical approach to the behavior of CMC's. *Proceedings of In Composites and Advanced Ceramics*, 1993.
- F. LAMOUREUX, R. PAILLER, R. NASLAIN et M. CATALDI : High temperature composite materials with carbon or carbon coated fiber reinforcement and enhanced oxidation resistance. *US patent*, 068(6):930, 2000.
- P. LAPEYRONNIE : *Mise en oeuvre et comportement mécanique de composites organiques renforcés de structures 3D interlocks*. Thèse de doctorat, Université de Lille 1, décembre 2010.
- N. LAWS : A note on penny-shaped in transversely isotropic materials. *Mechanics of Materials*, 4:209–212, 1985.
- N. LAWS, G.-J. DVORAK et M. HEJAZI : Stiffness changes in unidirectional composites caused by crack systems. *Mechanics of Materials*, 2:123–137, 1983.
- J. LEMAITRE et J.-L. CHABOCHE : *Mécanique des matériaux solides*. Bordas, Paris, 1985.
- P. M. LESNE, J.-F. MAIRE et P. PAULIMIER : Mise au point d'un essai de traction biaxiale sur éprouvette carrée en composite tissé C/PMR15. *Office National d'Études et de Recherches Aérospatiales*, 1:471–480, 1996.
- N. LEYMARIE : *Analyse du comportement viscoélastique de matériaux anisotropes par reconstruction de formes d'ondes*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, janvier 2002.
- M. J. LODEIRO, W. R. BROUGHTON et G. D. SIMS : Understanding the limitations of the through-thickness test methods. *Proceedings of 4th European Conference on Composites : Testing and standardization*, 1:80–90, 1998.
- J.-F. MAIRE et P. M. LESNE : An explicit damage model for the design of composites structures. *Composites Science and Technology*, 58:773–778, 1998.
- J.-F. MAIRE et D. PACOU : Essais de traction-compression-torsion sur tubes composites céramique-céramique. *Comptes Rendus des JNC 10*, 3:1225–1235, 1996.
- J.-F. MAIRE : *Étude théorique et expérimentale du comportement de matériaux composites en contraintes planes*. Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté, 1992.
- L. MARCIN : *Modélisation du comportement, de l'endommagement et de la rupture de matériaux composites à renforts tissés pour le dimensionnement robuste de structures*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, janvier 2010.
-

- A. MICHAUX : *Amélioration de la durée de vie de composites à matrice céramique à renfort carbone*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, juin 2003.
- M. MOEVUS : *Mécanisme d'endommagement, émission acoustique et durée de vie en fatigue statique du composite SiC<sub>f</sub>/[Si-B-C] aux températures intermédiaire (<800°C)*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, décembre 2007.
- G. N. MORSCHER : Stress-dependent matrix cracking in 2D woven SiC-fiber reinforced melt-infiltrated SiC matrix composites. *Journal of the American Ceramic Society*, 64(2004):1311–1319, 2003.
- G. N. MORSCHER, J. A. DICARLO et H. M. YUN : Effects of fiber architecture on matrix cracking for melt-infiltrated SiC/SiC composites. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 7:276–290, 2010.
- G. N. MORSCHER, H. M. YUN et J. A. DICARLO : Matrix cracking in 3D orthogonal melt-infiltrated SiC/SiC composites with various z-fiber types. *Journal of the American Ceramic Society*, 88(1):146–153, 2005.
- J.-M. MORVAN et S. BASTE : Effects of the opening-closure of micro-cracks on the non linear behavior of a 2D C-SiC composite under cyclic loading. *International Journal of Damage Mechanics*, 7:381–402, 1998.
- J.-M. MORVAN : Reconstruction de la courbe contrainte-déformation d'un SiC/SiC 2D à partir de mesures ultrasonores. Mémoire de D.E.A., Université Bordeaux 1, novembre 1993.
- J.-M. MORVAN : *Comportement anélastique des matériaux composites à matrice céramique*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, novembre 1997.
- A. MOUCHTACHI, R. E. GUERJOUA, J.-C. BABOUX, D. ROUBY et D. BOUAMI : Optimal determination of the elastic constants of woven 2D SiC/SiC composite materials. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 37:3323–3329, 2004.
- A. P. MOURITZ, M. K. BANNISTER, P. J. FALZON et K. H. LEONG : Review of applications for advanced three-dimensional fibre textile composites. *Composites Part A*, 30:1445–1461, 1999.
- E. MUNIER : *Identification expérimentale et modélisation statistique multi-échelle de comportement mécanique de composite SiC/SiC tissés*. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, décembre 1994.
- S. MURAKAMI et T. IMAIZUMI : Mechanical description of creep damage state and its experimental verification. *Journal Of Theoretical And Applied Mechanics*, 1:743–761, 1982.
- R. NASLAIN : Fibre matrix interphases and interfaces in ceramic matrix composites processed by CVI. *Composite Interfaces*, 1:253–286, 1993.
- T. OGASAWARA, T. ISHIKAWA, T. YOKOZEKI, T. SHIRAISHI et N. WATANABE : Effect of on-axis tensile loading on shear properties of an orthogonal 3D woven SiC/SiC composite. *Science and Technology*, 65(15-16):2541–2549, décembre 2005.
- C. OLIVIER : *Élaboration et étude du comportement mécanique de composites unidirectionnels C/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> et SiC/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, mai 1998.
- O. PENAS : *Étude de composites SiC/SiBC à matrice multiséquentée en fatigue cyclique à hautes températures sous air*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, décembre 2002.

- 
- P. PINEAU : *Essais virtuels et modèle statistique de multifissuration transverse des fils dans les composites tissés à matrice céramique*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, décembre 2010.
- J. POUYET et C. BACON : *Mécanique des solides déformables*. Hermes, 2000.
- G. PUYOO : *Augmentation de la durée de vie de composites à matrice céramique : rôle des fibres Si-C-O et des interphases B-C-N*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, mars 2012.
- Y. RICHARD : Commercial aircraft engines use innovative materials. <http://lebourget.safran-group.com/news/commercial-aircraft-engines-use-innovative-materials.html>, avril 2013.
- S. I. ROKHLIN et W. WANG : Double through-transmission bulk wave method for ultrasonic phase velocity measurement and determination of elastic constants of composite materials. *Journal of Acoustical Society of America*, 91(6):3303–3312, 1992.
- J. ROUX, B. HOSTEN, B. CASTAGNÈDE et M. DESCHAMPS : Caractérisation mécanique des solides par spectro-interférométrie ultrasonore. *Revue Physique Appliquée*, 20(6):351–358, 1985.
- N. SAVY : *Probabilités et statistiques pour modéliser et décider*. Ellipses, 2006.
- J. SCHNEIDER, Z. ABOURA, K. KHELLIL, M. BENZEGAGGH et D. MARSAL : Caractérisation du comportement hors plan d'un tissu interlock. *Comptes Rendus des JNC 16*, 101(2):813–833, 2009.
- R. TALREJA : A continuum mechanics characterization of damage in composite materials. *Proceedings of Royal Society London*, A399:195–216, 1985.
- B. TRANQUART : *Vers un matériau virtuel pour l'optimisation qualitative d'une nouvelle famille de CMCs*. Thèse de doctorat, École Normale Supérieure de Cachan, mars 2012.
- E. VAGAGGINI, J.-M. DOMERGUE et A. G. EVANS : Relationships between hysteresis measurements and the constituent properties of ceramic matrix composites : 1, Theory. *Journal of American Ceramic Society*, 78:2709–2720, 1995.
- E. VANSWIJGENHOVEN et O. V. D. BIEST : The relationship between longitudinal stress and transverse strain during tensile testing of unidirectional fibre toughened ceramic matrix composites. *Acta Materialia*, 45(8):3349–3362, 1997.
- T. VAUGHAN et C. MCCARTHY : A combined experimental-numerical approach for generating statistically equivalent fibre distributions for high strength laminated composite materials. *Composites Science and Technology*, 70(2):291–297, 2010.
- J. VISHNUVARDHAN, C. V. KRISHNAMURTHY et K. BALASUBRAMANIAM : Genetic algorithm reconstruction of orthotropic composite plate elastic constants from a single non-symmetric plane ultrasonic velocity data. *Composites part B : engineering*, 38:216–227, 2006.
- J. VOREL, S. URBANOVA, E. GRIPPON, I. JANDEJSEK, M. MARSALKOVA et M. SEJNOHA : Multi-scale modeling of textile reinforced ceramic composites. *Proceedings of ICACC-37th*, janvier 2013.
- Y. XU, L. CHENG, L. ZHANG, H. YIN et X. YIN : Microstructure and mechanical properties of three-dimensional textile Hi-Nicalon SiC/SiC composites by chemical vapour infiltration. *Journal of the American Ceramic Society*, 85:1217–1221, 2002.
-

- J. E. YAGOUBI : *Effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques de composites à matrice céramique : approche multiéchelle*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, juillet 2011.
- J. ZEMAN et M. SEJNOHA : Numerical evaluation of effective elastic properties of graphite fiber tow impregnated by polymer matrix. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 49:69–90, 2001.

## **Endommagement et microfissuration d'un composite à matrice céramique tissé 3D : approche multi-échelle et évaluation ultrasonore**

Le comportement mécanique non linéaire des composites à matrice céramique SiC/SiC tissés 3D résulte de la microfissuration de ses constituants fragiles. Cet endommagement induit une variation des composantes du tenseur de rigidité. La caractérisation ultrasonore de ce tenseur a nécessité l'utilisation d'un algorithme d'optimisation génétique robuste à un mélange prononcé des modes acoustiques. Le suivi sous charge de ces propriétés macroscopiques a conduit à identifier les mécanismes d'endommagement et les réseaux de fissuration. Trois régions de microfissuration matricielle : inter-fils, intra-fils transversaux et intra-fils longitudinaux, ont été localisés par analyse micrographique. Les densités associées ont été corrélées aux cinétiques d'endommagement mesurées par ultrasons, reliant la réponse macroscopique du matériau à son endommagement microstructural. L'introduction de ces réseaux et de leur cinétique d'évolution dans une modélisation multi-échelle du composite, a permis de confirmer les variations expérimentales des rigidités et d'accéder aux longueurs de décohésion de chaque réseau, quantités difficilement mesurables.

**Mots-clés** : composites à matrice céramique ; caractérisation ultrasonore ; modélisation multi-échelle ; endommagement ; microfissuration.

---

## **Damage and microcracking of a 3D woven ceramic matrix composite: multi-scale approach and ultrasonic evaluation**

The non-linear mechanical behaviour of CMC involves the initiation and growth of micro-cracks. At a macroscopic scale, mechanisms of damage can be associated with changes in the stiffness tensor components. By using an ultrasonic device coupled with a tensile machine, a spectro-interferometry method allows the characterisation of materials during their damaging and thus, the measurement of the state of material cracking. Ultrasonic test results have yielded a typical behaviour of the 3D SiC/SiC composite. Two arrays of multi-scale cracks are detected: i) crack perpendicular to the load, *i.e.*, the transverse cracking, ii) debonding on interfaces yarn / matrix or fibre / matrix. The simultaneous use of ultrasonic characterisation results and micrographic observations under load lead to make assumptions about the kinetics of cracking of these materials: i) transverse matrix cracking between yarns, ii) superimposed on the transverse cracking of transversal yarns, iii) when those both arrays of cracking saturate, transverse cracking reaches the longitudinal yarns. This microscopic cracking array is coupled to matrix/fibre debonding. The micrographic observations made during a tensile test have been used to estimate the density of transverse cracking versus the applied stress. The lengths of the decohesion are not measured but can be estimated by comparison with a multi-scale modelling.

**Keywords** : ceramic matrix composites ; ultrasonic method of characterisation ; multi-scale modeling ; damage ; microcrack.

