



HAL
open science

Modélisation du comportement des composites à matrice céramique auto-cicatrisante sous charge et atmosphère oxydante

Grégory Perrot

► **To cite this version:**

Grégory Perrot. Modélisation du comportement des composites à matrice céramique auto-cicatrisante sous charge et atmosphère oxydante. Matière Condensée [cond-mat]. Université de Bordeaux, 2015. Français. NNT : 2015BORD0442 . tel-01289705

HAL Id: tel-01289705

<https://theses.hal.science/tel-01289705>

Submitted on 17 Mar 2016

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

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

THÈSE

PRÉSENTÉE À

L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX

ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES CHIMIQUES

Par Grégory PERROT

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR

SPÉCIALITÉ : Physico-chimie de la matière condensée

MODÉLISATION DU COMPORTEMENT DES COMPOSITES À MATRICE CÉRAMIQUE AUTO-CICATRISANTE SOUS CHARGE ET ATMOSPHÈRE OXYDANTE

Directeurs de recherche : Gérard L. VIGNOLES, Mario RICCHIUTO

Soutenue le : 17 décembre 2015

Devant la commission d'examen formée de :

M. Didier BRESCH, Directeur de recherches CNRS, Le Bourget-du-Lac	Président
M. Rémi ABGRALL, Professeur, Université de Zürich	Rapporteur
M. Emmanuel BARANGER, Chargé de Recherches CNRS, Cachan	Rapporteur
M. Jean Claude GRANDIDIER, Professeur, IAE, Poitiers	Examineur
M. Gérard VIGNOLES, Professeur, Université de Bordeaux	Directeur
M. Mario RICCHIUTO, Chargé de Recherches, INRIA, Bordeaux	Co-directeur
Mme Anne MOURET, Ingénieure, Héraklès, Le Haillan	Invitée
M. Guillaume COUEGNAT, Ingénieur de Recherches CNRS, Bordeaux	Invité

Remerciements

Cette thèse a été réalisée au Laboratoire des Composites Thermostructuraux (Unité Mixte de Recherche CNRS, Université de Bordeaux, CEA, Héraklès) en collaboration avec l'INRIA Sud-Ouest. Je tiens tout d'abord à remercier le directeur du LCTS Francis Teyssandier de m'avoir accueilli pendant 3 ans dans son laboratoire, ainsi que Monique Thonnat, directrice du centre INRIA Sud-Ouest pour m'avoir accueilli pendant les quelques mois nécessaires à la finalisation de ma thèse.

Je veux remercier mes directeurs de thèse : Gérard Vignoles et Mario Ricchiuto pour m'avoir permis de réaliser cette thèse. Je tiens particulièrement à les remercier pour leur aide et leurs conseils tout au long de cette thèse, ainsi que pour leur gentillesse et leur patience. Je remercie également Guillaume Couégnat pour son aide en particulier dans le domaine informatique, et Claire Boned dont le stage à grandement contribué à la réalisation de cette thèse.

Durant ces trois années au LCTS j'ai eu la chance de côtoyer de nombreuses personnes qui m'ont permis de travailler dans une bonne ambiance, ainsi que de me détendre le temps d'une partie de belote. Merci à vous.

Je tiens également à remercier mes parents et ma famille pour leur soutien indéfectible et constant, et pour le fait de m'avoir toujours poussé à donner le meilleur de moi-même.

Enfin je tiens tout particulièrement à remercier les amis que j'ai rencontré grâce au SAM Tir à l'arc et qui m'ont soutenu, et encouragé lorsque j'en avais besoin, par quelques après matchs de l'UBB. Merci à Fafi, Sylvie, Stéphane, Nadège, Jean-Pierre, Kiki, Delphine, Raphaël, Juju, Julie et Adrien, ainsi que tous ceux que je n'ai pas nommé, mais qui se reconnaîtront sans aucun doute.

Table des matières

Introduction générale	1
Chapitre I : État de l'art	3
1 Les matériaux composites à matrice céramique auto-cicatrisante	5
1.1 Présentation des matériaux composites à matrice céramique	5
1.2 Exemples d'application des CMCs	5
1.3 La constitution des composites à matrice céramique	7
1.4 Les matériaux auto-cicatrisants	10
2 Comportement mécanique endommageable d'un matériau CMC	11
2.1 Réponse à une contrainte mécanique	11
2.2 Fissuration d'un matériau soumis à une traction	13
2.3 Modélisation de la dégradation mécanique d'un matériau	14
3 Principe de la cicatrisation	17
3.1 Oxydation d'une matrice multicouches cicatrisante	17
3.2 Mouillage et étalement de l'oxyde sur les zones environnantes	22
4 Estimation de la durée de vie d'un matériau soumis à une contrainte mécanique	26
4.1 Modélisation 1D de la phase de cicatrisation	26
4.2 Etude de la durée de vie d'un matériau à l'aide d'un modèle mécano-chimique	27
5 Conclusion et définition des objectifs	30
Chapitre II : Description du problème	31
1 Présentation des choix effectués	33
1.1 Type de matériau et de conditions étudiés	33
1.2 Origine et configuration de la fissuration du matériau	34
1.3 Lois et phénomènes pris en compte	35
1.4 Couplage, histoire du matériau, durée de vie	43
2 Stratégie de gestion des domaines de calcul	44
2.1 Création du matériau virtuel	44
2.2 Traitement de la fissure	45
2.3 Définition du domaine de résolution pour la cicatrisation	46
2.4 Choix retenus pour le couplage	48
Chapitre III : Modélisation mathématique et implémentation numérique de la cicatrisation	49
1 Mode de fonctionnement global	51

2 Modélisation de la diffusion d'oxygène et de vapeur d'eau à travers la fissure	53
2.1 Choix des phénomènes et hypothèses pour la physico-chimie	53
2.2 Bilan d'oxygène	54
2.3 Cas d'une atmosphère humide : bilan de H ₂ O	54
2.4 Forme finale des équations	55
2.5 Résolution numérique, validation	56
3 Modélisation de l'évolution des phases condensées	61
3.1 Equations pour l'évolution des hauteurs	61
3.2 Formulation numérique	63
3.3 Validation de l'algorithme	66
4 Gestion de l'étalement de l'oxyde	68
4.1 Création d'un modèle basé sur les équations de Saint Venant	68
4.2 Ecoulement de l'oxyde visqueux	68
4.3 Validation	73
5 Enchaînement des étapes, description de l'algorithme	75
6 Résultats du code de cicatrisation	76
6.1 Comparaison avec le modèle 1D de [Rebillat 04b] : influence de l'étalement de l'oxyde	76
6.2 Evolution de la cicatrisation d'une fissure dans un fil au cours du temps : effets 2D	78
6.3 Modélisation des premiers instants de la cicatrisation [Vignoles 12]	83
6.4 Mise en évidence des éléments ajoutés au modèle	84
6.5 Conclusion	89
Chapitre IV : Modèle couplé : implémentation et résultats	91
1 Description de l'algorithme de couplage	93
1.1 Présentation du code d'endommagement mécanique utilisé	93
1.2 Mise en place du couplage	93
1.3 Algorithme du couplage	94
2 Présentation et discussion d'un cas de calcul complet	96
2.1 Endommagement initial	96
2.2 Cicatrisation initiale de la fissure	98
2.3 Dégradation des fibres	100
Conclusion	103
Chapitre A : Obtention de l'équation de diffusion	105
1 Présentation du problème	105
2 Moyenne verticale des dérivées et des conditions aux bords	106
3 Moyenne verticale du flux, conditions aux limites et modèle final	107
Chapitre B : Modèle d'étalement	109
1 Eléments bibliographiques	109
2 Adaptation du modèle de Saint Venant aux hypothèses liées aux CMCs	112
2.1 Description des variables du problème	112
2.2 Ecriture du système d'équation à résoudre	113
2.3 Développement des équations pour l'étalement d'une goutte	114

Table des figures

I.1 Exemple de CMC utilisé dans le domaine aéronautique, zooms à l'échelle méso- scopique pour apercevoir le tissage, puis au niveau microscopique pour un détail de la structure du matériau	5
I.2 Exemples d'utilisation des CMCs dans la conception de moteurs pour la propul- sion spatiale	6
I.3 Exemples de pièces en matériaux composites CMC utilisés en aéronautique : (a) volet (M88), (b) mélangeur et (c) plug (Héraklès)	6
I.4 ARCOCE : arrière-corps en composite céramique. Le plug est un cône central d'éjection pour moteur CFM56 destiné à la propulsion des avions court/moyen courrier de type A320 (Héraklès)	7
I.5 Représentation schématique de la déviation d'une fissure par une interphase (a) forte ou (b) faible [Rebillat 00]	8
I.6 Courbes de comportement typiques d'un composite 2D SiC/SiC possédant une interphase de pyrocarbone recouvrant des fibres Nicalon : (a) cas d'une interface forte, (b) cas d'une interface faible [Rebillat 00]	9
I.7 Matériau composite, vue des différentes couches de matrice autour des fibres [Martin 03]	9
I.8 Cicatrisation d'un matériau composite fissuré	10
I.9 Courbes de comportement en traction pour différents types de matériaux [Lamon 01]	12
I.10 Comportement en traction d'un composite SiC/C/(Si-B-C) à température am- biente [Pailler 03]	12
I.11 Schématisation du comportement d'un composite 1D soumis à une traction dans la direction des fibres [Dupin 13]	13
I.12 Représentation de la décohésion fibre/matrice lors de la fissuration du matériau .	14
I.13 Dégradation des fibres de C et de SiC par l'oxygène	15
I.14 Cinétique parabolique d'oxydation de B_4C à $T = 600^\circ C$ [Rebillat 10]	17
I.15 Cinétique paralinéaire de volatilisation de $B_4C - SiO_2$ sous oxygène pur [Martin 03]	18
I.16 Evolution de la couche d'oxyde B_2O_3 formée en comparaison avec la hauteur de matrice B_4C consommée à $600^\circ C$. [Letombe 02]	19
I.17 Calculs d'équilibre chimique effectués sous GEMINI donnant le taux de vaporisa- tion du B_2O_3 en fonction de la température [Wery 07]	20
I.18 Perte de masse due à la volatilisation de B_2O_3 sous air sec (bleu) et en présence de 25% de H_2O (rouge), pour une température de $1100^\circ C$ [Buchanan 93]	21
I.19 Evolution de la viscosité du B_2O_3 pur en fonction de la température, avec $T_\infty =$ $-55^\circ C$, modèle de [Bernatz 01] comparé aux données de [Mackenzie 59] et [Macedo 68]	21
I.20 Evolution de la viscosité d'un oxyde $SiO_2 - B_2O_3$ en fonction de sa composition pour deux températures, [Yoshimi 02]	22
I.21 Evolution de la viscosité d'un verre oxyde mixte $B_2O_3 - SiO_2$ en fonction de sa composition pour différentes températures [Benazzouk 13]	23
I.22 Comparaison de la perte de masse pour deux compositions en fraction massique d'oxyde B_2O_3 / SiO_2 différentes, à $1100^\circ C$ sous 25% de H_2O [Buchanan 93]	23

I.23	Présentation de l'angle de contact à l'équilibre d'une goutte et des tensions aux interfaces aux points triples solide/liquide/vapeur	23
I.24	Evolution de la tension de surface de B_2O_3 en fonction de la température [Pittoni 12]	24
I.25	Evolution de l'angle de contact d'une goutte de B_2O_3 posée sur deux types de surface (B_4C , SiC) [Benazzouk 13]	25
I.26	Profil de la concentration en O_2 dans la fissure pour un composite SiC/C/SiC/(SiC/ B_4C /SiC/ B_4C /SiC) à $900^\circ C$ [Rebillat 04a]	27
I.27	Représentation d'un composite pour le modèle de [Letombe 02]	28
I.28	Modélisation simplifiée de la géométrie du matériau	29
II.1	Vue des différents constituants d'un matériau auto-cicatrisant SiC _f /C/SiC/ B_xC /SiC/Si-B-C/SiC au niveau d'une fissure [Martin 03]	33
II.2	Schématisation de la fissuration d'un fil longitudinal et d'un fil transversal à la direction du chargement à σ constant [Letombe 02]	34
II.3	Portion de fil représentant le domaine étudié centré autour d'une fissure (représentée par le plan)	35
II.4	Représentation schématique de la structure du matériau considéré	36
II.5	Evolution du rapport entre les coefficients de diffusion de l'oxygène dans le B_2O_3 et dans O_2 en fonction de la température	37
II.6	Quantité d'oxygène présent dans la fissure, initialement remplie de gaz (bleu) puis lorsque l'oxyde a totalement bouché la zone considérée (rouge) - (à titre de schéma, valeurs arbitraires)	37
II.7	Illustration du recouvrement de la couche de B_4C par un film d'oxyde venant freiner la réaction entre l'oxygène et B_4C	39
II.8	Comparaison de l'évolution de la hauteur de gaz disponible au cours du temps avec et sans eau ($T = 700^\circ C$, fraction d'oxygène : 21%, fraction d'eau dans le cas d'une atmosphère humide : 7%)	40
II.9	Exemple d'étalement de l'oxyde dans la fissure lors de sa formation [Rebillat 04b]	41
II.10	Synthèse sur l'évolution de la viscosité du B_2O_3 en fonction de la température, [Pittoni 12]	42
II.11	Propagation du défaut dans une fibre [Ladevèze 10]	42
II.12	Détail des différentes étapes dans la génération d'un matériau virtuel	45
II.13	Différentes configurations de maillage étudiées	45
II.14	Génération du matériau virtuel	46
II.15	Insertion de la fissure matricielle dans le matériau virtuel	46
II.16	Vue en coupe du matériau lorsque la fissure est ouverte, avec détail de la composition de la matrice	47
III.1	Représentation schématique du couplage entre les codes CODA et COCA	51
III.2	Schématisation du fonctionnement du code COCA et de ses fonctionnalités	52
III.3	Représentation schématique des grandeurs et domaines considérés lors de la phase de cicatrisation/oxydation	53
III.4	Visualisation du maillage de la fissure où sont représentées les zones inertes (bleu) et réactives (rouge) de la matrice ainsi que les fibres (noir)	56
III.5	Maillage retenu pour la validation de la diffusion	58
III.6	Comparaison de la diffusion de l'oxygène avec la solution exacte pour différents temps en fonction de la distance au bord gauche	59
III.7	Erreur relative entre la solution calculée et la solution exacte pour différents temps en fonction de la distance au bord gauche	59
III.8	Evolution de l'erreur pour $t = 4$ pour différents maillages : pente d'ordre 1	60
III.9	Superposition du modèle 0D sur le maillage 2D afin de choisir les points de comparaison pour les résultats	66
III.10	Evolution de la hauteur de liquide créé au point B en fonction du temps pour COCA et [Letombe 02]	67

III.11	Étalement d'une goutte d'oxyde sur le fond d'une fissure	68
III.12	Étalement de l'oxyde dans la fissure lorsqu'il est suffisamment visqueux	68
III.13	Identification des différentes zones bouchées de la fissure	69
III.14	Algorithme de création et d'identification des différents domaines	70
III.15	Représentation schématique de la géométrie de la fissure du matériau	70
III.16	Représentation de l'étalement de l'oxyde dans la fissure	71
III.17	Maillage d'un plaque contenant une cellule réactive représentant une source ponctuelle avec zoom sur la zone réactive	74
III.18	Comparaison du potentiel calculé par COCA avec la solution analytique en fonction de la distance à la source	74
III.19	Domaine de calcul créé pour la comparaison avec le modèle 1D	76
III.20	Choix retenu pour l'étalement de l'oxyde dans la fissure par [Rebillat 04b]	77
III.21	Hauteur de B_4C consommée au cours du temps pour une matrice de $20\mu m$, une épaisseur de fissure de $2\mu m$, et une température de $600^\circ C$	77
III.22	Comparaison des résultats en entrée et sortie de chaque zone réactive en fonction du temps	78
III.23	Vue de dessus de la fissure dans le fil	78
III.24	Evolution de la concentration en oxygène en fonction du temps pour deux points (repérés sur la figure III.23) selon leur distance au domaine extérieur	79
III.25	Répartition de la concentration en oxygène en fonction de la distance au bord le plus proche pour différents temps	80
III.26	Evolution du champ de concentration au cours du temps	81
III.27	Visualisation des deux phases de la progression de l'oxyde dans la fissure	82
III.28	Evolution de la hauteur d'oxyde formé au dessus d'une couche réactive de la matrice (point Pt 2) en fonction du temps	82
III.29	Visualisation des résultats pour $t = 112s$	83
III.30	Histogramme des hauteurs de pyrocarbone pour les points les plus proches du bord du domaine	84
III.31	Evolution de la hauteur de gaz disponible en un point de la couche réactive sous air sec et sous air humide	85
III.32	Etat de la cicatrisation après quelques heures, présence d'un bouchon sur l'ensemble des zones proches du domaine extérieur	85
III.33	Réouverture partielle de la fissure et zones bouchées restantes	86
III.34	Fissure de nouveau bouchée, reprise de la protection contre l'oxydation	86
III.35	Choix du domaine de calcul contenant plusieurs fibres cassées	87
III.36	Etat de la concentration en O_2 et de l'oxyde après quelques secondes	87
III.37	Début de bouchage de la fissure, chute locale de la concentration	88
III.38	Formation du bouchon sur l'ensemble du bord de la fissure	88
III.39	Après quelques dizaines d'heures : présence d'un important bouchon dans la fissure et hausse de la concentration d'oxygène	89
IV.1	Comparaison des maillages utilisés dans les deux codes	93
IV.2	Représentation des données nécessaires au fonctionnement des deux codes de calcul	94
IV.3	Représentation schématique de l'algorithme de couplage, [Boned 15]	95
IV.4	Matériau choisi pour le cas de calcul complet avec coloration des différents constituants	96
IV.5	Description de l'état du matériau à l'instant initial	97
IV.6	Evolution de la concentration en oxygène pour deux points situés à des distances différentes des fibres	98
IV.7	Visualisation de la présence d'un gradient de concentration fonction de la distance au bord avant la formation du bouchon à $t = 0,02h$	99
IV.8	Avancement du bouchon dans la fissure au cours du temps	99
IV.9	Evolution du cumul d'oxygène vu par la fibre F (identifiée sur la figure IV.4) au cours du temps	100

IV.10	Phénomène de rechargement local des fibres lors d'une rupture	100
IV.11	Ruptures des fibres au cours du temps	101
IV.12	Evolution du nombre de fibres cassées au cours du temps	102
A.1	Représentation géométrique de la diffusion à travers une fissure étroite	106
B.1	Représentation de l'écoulement sur fond plat du modèle de [Gerbeau 01] et mise en évidence des variables utilisées	109
B.2	Représentation des variables utilisées dans le modèle de [Marche 07]	111
B.3	Représentation des variables utilisées pour l'étalement d'une goutte	113

Introduction générale

Les matériaux composites à matrice céramique (CMCs) sont développés depuis longtemps pour leurs possibilités d'application dans les domaines aéronautique, spatial, et de la propulsion où ils se révèlent très intéressants en termes de résistance à des conditions extrêmes et de légèreté. En effet ces domaines d'application font intervenir des conditions de très hautes températures ainsi que des compositions d'atmosphères fortement oxydantes.

Pour ces raisons l'étude de ces matériaux est nécessaire afin de déterminer au mieux leurs capacités. Compte tenu des conditions extrêmes d'utilisation et de la durée de vie des pièces pouvant atteindre une dizaine d'années les tests expérimentaux sur les CMCs sont difficilement réalisables, ce qui rend la modélisation du comportement des CMCs nécessaire afin de pouvoir étudier leurs comportements.

Dans cette optique le Laboratoire des Composites Thermo Structuraux (LCTS) en collaboration avec l'INRIA Bordeaux Sud-Ouest a mis en place un programme d'étude du comportement des CMCs, et plus particulièrement sur les CMCs à matrice auto-cicatrisante et leurs mécanismes d'endommagement.

La modélisation du comportement mécanique de ces matériaux est nécessaire afin de pouvoir déterminer leur durée de vie. Les matériaux dits auto-cicatrisants permettent de retarder la dégradation de leurs propriétés mécaniques par la formation d'un verre à l'intérieur des fissures apparaissant lors de l'endommagement du matériau.

Plusieurs modèles de cicatrisation d'un matériau ont été développés en utilisant des domaines de résolution filaires (0D) ou à une dimension qui permettent d'obtenir de précieuses informations concernant la diffusion de l'oxygène dans une fissure. Ainsi l'obtention d'informations sur la durée de vie d'un matériau est possible grâce à la connaissance du flux d'oxygène atteignant les fibres au cours du temps, et grâce à une modélisation mécanique 1D de l'endommagement d'une fibre.

La création d'un modèle basé sur une modélisation mécanique 3D d'un fil et la modélisation 2D de la phase de cicatrisation dans le plan d'une fissure permettra de connaître l'influence de l'oxygène sur chaque fibre individuellement, tout en permettant d'étudier le comportement mécanique du matériau lors de la rupture d'une seule fibre et ainsi confirmer ou non l'hypothèse de ruine totale du matériau lors de la rupture d'une seule fibre. Cette hypothèse très conservatrice est actuellement utilisée dans les calculs de dimensionnement et la lever permettrait d'augmenter significativement la durée de vie prouvée du matériau.

L'objectif de cette thèse est de construire un modèle numérique permettant de déterminer la durée de vie d'un mini composite soumis à une contrainte mécanique et placé dans un environnement oxydant. La première étape de la construction d'un tel modèle concerne la mise en place d'un modèle physico-chimique 2D de la phase de cicatrisation et d'oxydation du matériau en présence d'une fissure ; la deuxième consiste à traiter le couplage avec la mécanique.

Afin de représenter fidèlement le comportement réel de la cicatrisation d'une fissure, il est nécessaire de procéder à l'identification de tous les phénomènes physico-chimiques intervenant dans cette phase. Les phénomènes identifiés seront ensuite décrit par des modèles mathématiques

permettant leur prise en compte dans la modélisation de la cicatrisation du matériau.

Le chapitre 1 de ce mémoire présente une description des matériaux composites à matrice autocicatrisante ainsi que de leur comportement physico-chimique et mécanique en présence d'une atmosphère oxydante. La dernière partie de ce chapitre est consacrée aux modèles numériques existants permettant de modéliser l'oxydation de ces matériaux et leur durée de vie.

Le deuxième chapitre décrit le problème étudié dans cette thèse ainsi que les choix effectués du point de vue physico-chimique, mais également la création du matériau virtuel qui servira pour cette modélisation.

Le chapitre 3 est consacré à la description du modèle mathématique mis en place pour la modélisation de la phase de cicatrisation, ainsi que son implémentation numérique, dont les différentes parties sont validées sur des cas simples. Les résultats obtenus grâce à la modélisation développée au cours de cette thèse sont présentés dans la dernière section du chapitre.

La mise en place du couplage entre le code d'oxydation et un code d'endommagement mécanique est présentée dans le chapitre 4, détaillant les différentes étapes de l'algorithme créé pour ce couplage. La seconde partie du chapitre est consacrée à l'étude d'un cas test et à l'exploitation des résultats obtenus.

État de l'art

Résumé

Ce premier chapitre a pour objectif de présenter les matériaux composites à matrice auto-cicatrisante ainsi que leur comportement en présence d'une atmosphère oxydante, notamment concernant leurs capacités de protection des fibres dans le cas de micro-fissures, ce qui demande la prise en compte de nombreux phénomènes physico-chimiques. La seconde partie sera consacré à la présentation des phénomènes d'endommagement mécanique des fibres ainsi que des modèles de prévision de durée de vie développés, permettant de représenter la dégradation d'une fibre exposée à une atmosphère oxydante.

Sommaire

1 Les matériaux composites à matrice céramique auto-cicatrisante	5
1.1 Présentation des matériaux composites à matrice céramique	5
1.2 Exemples d'application des CMCs	5
1.3 La constitution des composites à matrice céramique	7
1.4 Les matériaux auto-cicatrisants	10
2 Comportement mécanique endommageable d'un matériau CMC	11
2.1 Réponse à une contrainte mécanique	11
2.2 Fissuration d'un matériau soumis à une traction	13
2.3 Modélisation de la dégradation mécanique d'un matériau	14
3 Principe de la cicatrisation	17
3.1 Oxydation d'une matrice multicouches cicatrisante	17
3.2 Mouillage et étalement de l'oxyde sur les zones environnantes	22
4 Estimation de la durée de vie d'un matériau soumis à une contrainte mécanique	26
4.1 Modélisation 1D de la phase de cicatrisation	26
4.2 Etude de la durée de vie d'un matériau à l'aide d'un modèle mécano-chimique	27
5 Conclusion et définition des objectifs	30

1. Les matériaux composites à matrice céramique auto-cicatrisante

1.1 Présentation des matériaux composites à matrice céramique

Les matériaux composites à matrice céramique (CMCs) sont des matériaux constitués d'un assemblage de plusieurs éléments distincts, permettant de profiter des avantages et caractéristiques de chaque constituant. Cette particularité permet notamment de pallier à certaines lacunes présentes dans les autres matériaux. Les CMCs, qui sont à la fois réfractaires et non fragiles, peuvent par exemple avoir une meilleure résistance aux hautes températures que les métaux, d'où un intérêt pour certaines applications où la température joue un rôle important.

Les matériaux composites à renforts fibreux, dont font partie les CMCs, sont généralement constitués d'une structure interne constituée d'un assemblage de fibres de faibles diamètres (~ 10 nm) auquel est ajoutée une matrice qui va permettre d'assurer la cohésion du matériau.

En plus de ces deux constituants, une interphase peut être rajoutée autour des fibres afin de jouer un rôle de protection qui garantit la résistance mécanique du matériau. Grâce à celle-ci, les CMCs peuvent s'endommager progressivement et avoir une bonne ténacité.

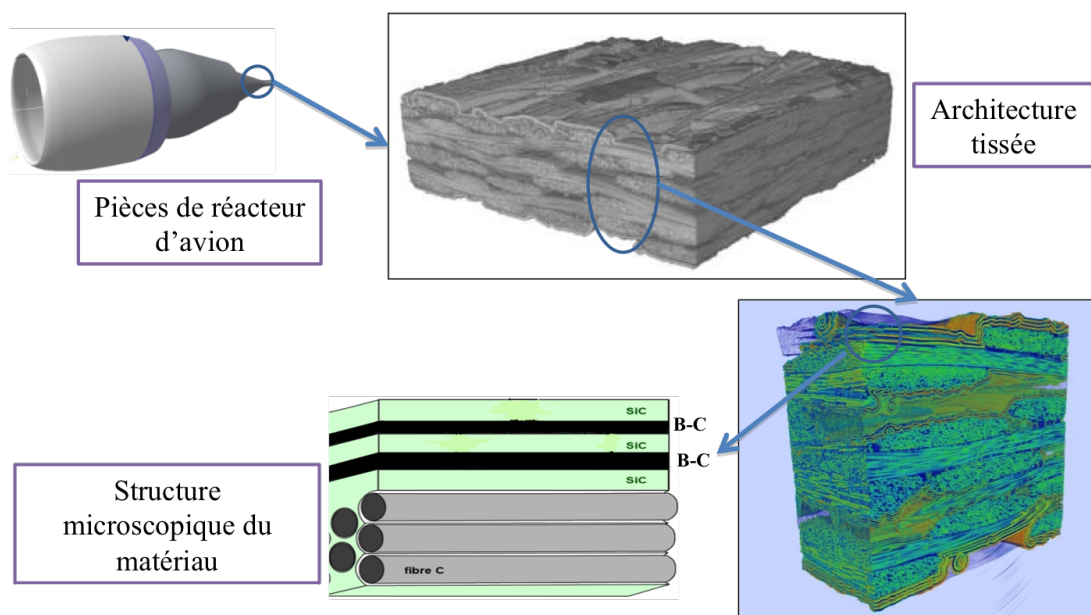


Figure I.1 – Exemple de CMC utilisé dans le domaine aéronautique, zooms à l'échelle mésoscopique pour apercevoir le tissage, puis au niveau microscopique pour un détail de la structure du matériau

1.2 Exemples d'application des CMCs

Le domaine spatial représente une grande part des applications des CMCs, avec deux applications principales que sont les systèmes de protection thermique et la propulsion spatiale.

La protection thermique de véhicules spatiaux requiert des matériaux pouvant résister à des températures pouvant aller jusqu'à 2000 °C lors des phases de rentrée atmosphérique et devant supporter une importante ablation causée par l'oxygène dans ces conditions [Lachaud 06]. Les

CMCs de type C/SiC ou C/C sont les matériaux généralement retenus pour cette application.

Concernant la propulsion spatiale, les CMCs sont notamment utilisés pour la création des cols de tuyères des propulseurs où leur faible masse et leur résistance à des températures atteignant les 1600 °C en font des candidats idéaux. Un matériau de type C/SiC est utilisé pour la conception des cols de tuyères des moteurs pour les fusées Ariane 5 (figure I.2)



(a) Moteur Vulcain doté d'un col de tuyère en C/SiC (Astrium ST/EADS IW)



(b) Moteur AESTUS développé par Astrium ST/EADS IW

Figure I.2 – Exemples d'utilisation des CMCs dans la conception de moteurs pour la propulsion spatiale

L'aéronautique constitue le second domaine majeur dans l'utilisation des composites à matrice céramique. Les CMCs sont utilisés en aéronautique pour la conception de pièces de réacteurs (figure I.3), offrant alors un meilleur comportement aux conditions d'utilisations que les alliages. Ces matériaux sont déjà en cours d'exploitation dans le domaine militaire, avec l'exemple des volets du moteur M88 équipant les Rafales (figure I.3-(a)), et commencent à être introduits dans l'aéronautique civile sur les nouvelles générations d'appareils et de réacteurs (figure I.3-(b) et (c)).



(a)



(b)



(c)

Figure I.3 – Exemples de pièces en matériaux composites CMC utilisés en aéronautique : (a) volet (M88), (b) mélangeur et (c) plug (Héraklès)

Les pièces de réacteurs sont soumises à une atmosphère fortement oxydante, ce qui engendre une dégradation des matériaux utilisés, qui peut être accélérée par leurs fissurations en présence de contraintes mécaniques importantes. Le projet ARCOCE développé par Héraklès (groupe Safran) a permis la création d'un arrière corps constitué d'un mélangeur et d'un cône d'éjection entièrement conçu en matériaux composites (figure I.4) permettant un allègement de masse de

50% et une température de fonctionnement de 700°C.

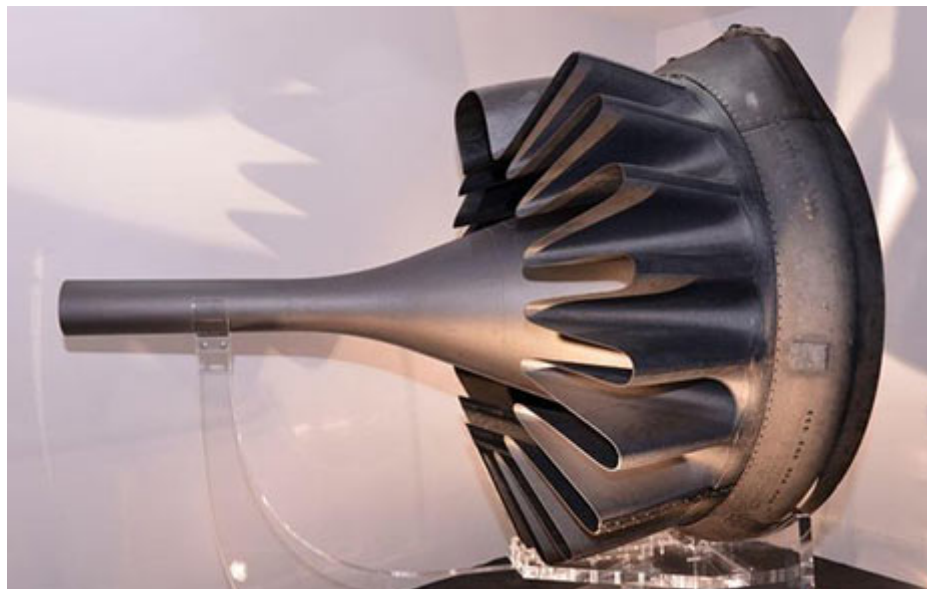


Figure I.4 – ARCOCE : arrière-corps en composite céramique. Le plug est un cône central d'éjection pour moteur CFM56 destiné à la propulsion des avions court/moyen courrier de type A320 (Héraklès)

1.3 La constitution des composites à matrice céramique

Les matériaux composites à matrice céramique sont composés d'un assemblage de fibres et d'une matrice céramique qui peut être constituée de plusieurs couches de différents composants afin de tirer parti des propriétés physico-chimiques de chaque couche de matrice. Les fibres constituent le renfort de ces matériaux composites, et leur permettent de résister à des contraintes mécaniques importantes. Elles sont le plus souvent constituées de carbone ou de carbure de silicium, selon les propriétés recherchés pour le matériau.

Il existe également des fibres oxydes à base d'alumine dont les propriétés mécaniques en terme de déformation ductile ou de résistance aux chocs permettent d'obtenir des matériaux composites aux propriétés intéressantes, avec un module de Young autour des 150 GPa [Komaya 96], pour un coût inférieur à celui d'un CMC non oxyde. Leur utilisation est notamment intéressante dans le domaine des conduites pour des gaz chauds d'échappement de moteurs ou de turbines. Les différences entre ces matériaux oxydes et les non oxydes peuvent être représentés par le tableau [I.1].

	Monolithiques		CMCs	
	non oxydes	oxydes	non oxyde	oxydes
Résistance à haute température	+	=	+	=
Résistance à l'oxydation	-	+	-	+
Résistance aux chocs thermiques	-	-	+	+
Comportement en détérioration	-	-	+	+

+ bon, = correct, - insuffisant

TABLEAU [I.1] – Caractéristiques nécessaires pour les structures d'échappement et compatibilité des matériaux [Wery 07]

Le carbure de silicium présente une contrainte à la rupture élevée et une masse volumique faible, tout en étant très fragile et n'ayant pas de comportement plastique [Singh 99]. Les fibres SiC les plus couramment utilisées sont des fibres Nicalon et Hi-Nicalon, dont les propriétés sont présentées dans le tableau [I.2], ainsi que quelques autres.

	Nicalon (Si-C-O)	Hi-Nicalon Si-C	Hi-Nicalon S SiC	Tyranno SA SiC(Al)	Sylramic SiC (B, Ti)	Bayer Si-B-C-N	Carborundum α -SiC
ϕ (μm)	14	14	12	8-10	10	10-14	28
σ_f^R (GPa)	3,0	2,8	2,6	2,8-3,0	3,0-3,2	3,0-4,0	1,4
E_f (GPa)	220	270	390-420	390-420	386-400	180-350	420
ε_f^R (%)	1,4	1,0	0,6	0,7	0,6-0,8	0,7-1,5	0,4
ρ (g/cm^3)	2,55	2,74	3,1	3,0-3,1	3,0-3,1	1,8-2,0	3,1

TABLEAU [I.2] – Propriétés des fibres Nicalon [Naslain 04]

Le comportement mécanique des CMCs étant fortement dépendant de la liaison entre les fibres et la matrice, l'étude de l'interface entre ces deux constituants est très importante. En effet, une force de liaison suffisamment faible entre matrice et fibre va permettre d'obtenir un comportement non fragile pour le matériau, les contraintes subies par l'un des constituants ne se propageant pas à l'autre. Pour ce faire, une interphase d'épaisseur faible (quelques 10 ou 100 nm) est introduite autour de la fibre, afin de mieux la protéger contre les dégradations mécaniques, dues principalement aux fissures [Naslain 01]. Le matériau composite bénéficie alors d'un comportement pseudo-ductile dû à une multi-fissuration de la matrice avec un transfert de charge vers les fibres [Naslain 98], qui ne sont pas atteintes par la fissuration grâce à l'interphase. La présence de cette interphase permet d'obtenir une contrainte à la rupture plus élevée, grâce à la déviation des fissures [Chiang 01], ce qui réduit la fragilité du matériau en retardant l'endommagement des fibres. La déviation d'une fissure est liée à la force de cette interphase, et va être réalisée soit au cœur du revêtement, dans le cas d'une interphase forte, soit à la surface de la fibre, si l'interphase est trop faible, comme le montre la figure I.5.

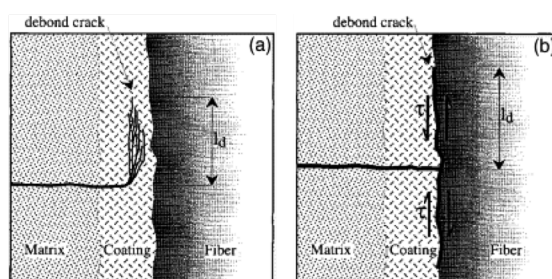


Figure I.5 – Représentation schématique de la déviation d'une fissure par une interphase (a) forte ou (b) faible [Rebillat 00]

Le comportement mécanique du matériau est directement lié au type d'interface présent comme le montre la figure I.6. En effet, dans le cas d'une interphase forte, la déviation des fissures au sein de l'interphase permet d'obtenir une longueur de décohérence de la fibre plus faible que dans le cas d'une interphase faible, permettant ainsi au matériau de supporter une densité de fissuration plus élevée. En revanche, dans le cas d'une interphase faible, la fissure va être déviée à la surface de la fibre et la décohérence va se poursuivre dans cette direction (figure I.5).

Les courbes de comportement représentées sur la figure I.6 montrent un comportement non linéaire du matériau, qui s'explique par sa fissuration progressive modifiant la répartition de charge sur les différents constituants, aboutissant à un état de densité de fissuration critique

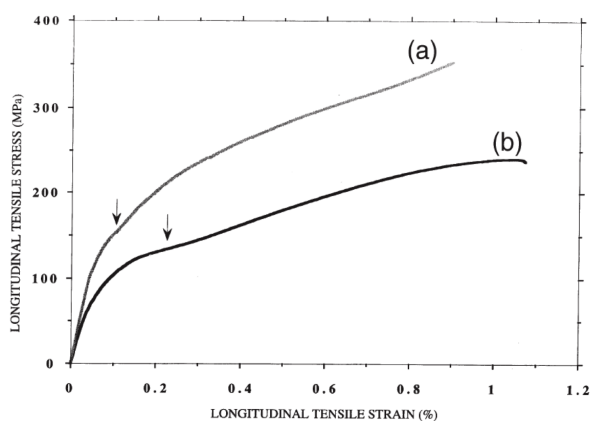


Figure I.6 – Courbes de comportement typiques d’un composite 2D SiC/SiC possédant une interphase de pyrocarbone recouvrant des fibres Nicalon : (a) cas d’une interface forte, (b) cas d’une interface faible [Rebillat 00]

(représenté par les flèches sur la figure I.6) à partir duquel toute la charge imposée au matériau sera supportée par les fibres.

Les deux types d’interphases les plus utilisées sont les interphases en pyrocarbone et celles en nitrure de bore (BN). L’inconvénient d’une interphase en pyrocarbone est sa réactivité à l’oxygène qui entraîne son oxydation active dès 450 °C, réduisant la cohésion entre les fibres et la matrice. En revanche, les interfaces de type BN permettent une meilleure protection à l’oxydation par la formation d’un oxyde protecteur B_2O_3 .

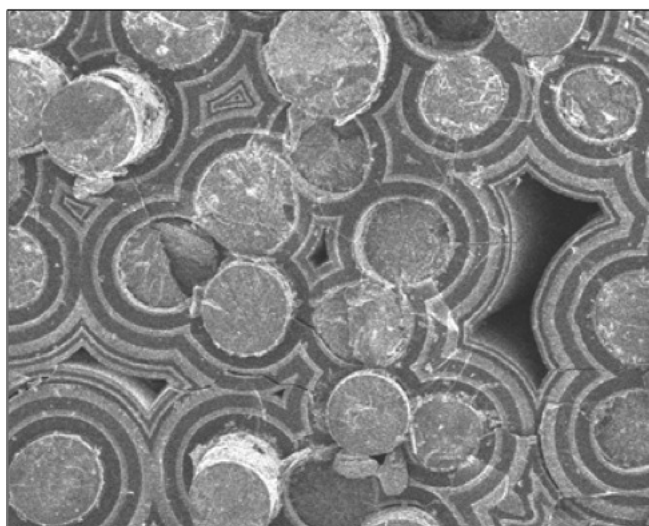


Figure I.7 – Matériau composite, vue des différentes couches de matrice autour des fibres [Martin 03]

Le rôle de la matrice céramique est d’assurer la cohésion du matériau, et d’améliorer sa rigidité et sa résistance aux dégradations subies. Elle peut être constituée d’une ou plusieurs couches de différents matériaux, cette dernière configuration offrant une meilleure protection dans des conditions extrêmes [Lamouroux 99]. Les différentes couches de matrice peuvent être observés sur la figure I.7. Cette matrice est créée par un procédé d’infiltration chimique en phase vapeur (CVI) qui permet d’obtenir un dépôt solide grâce à la réaction d’un gaz porté à haute température (~ 1000 °C) à l’intérieur de la préforme fibreuse [Naslain 04]. L’intérêt de multiplier les constituants de la matrice est de pouvoir tirer parti de propriétés physico-chimiques

hétérogènes au sein du matériau. Les différentes couches n'ayant pas les mêmes caractéristiques, cela va permettre par exemple de dévier les fissures apparaissant dans le matériau, permettant ainsi de retarder la rupture des fibres.

1.4 Les matériaux auto-cicatrisants

Les composites C/C étant particulièrement sensibles à l'oxydation dès 450 °C, d'autres CMCs ont été développés, notamment à base de SiC, choisi pour sa bonne résistance à l'oxydation et au fluage jusqu'à 1000 °C, mais ils y restent tout de même sensibles. En effet, les protections de surface telles qu'un dépôt de SiC permettent de protéger le matériau, mais seulement s'il n'est pas endommagé. Lorsqu'un matériau est soumis à des contraintes mécaniques importantes, des fissures apparaissent au sein du matériau, fournissant ainsi des chemins d'accès vers les fibres pour l'oxygène. Or, les propriétés mécaniques des fibres, en particulier leur résistance, diminuent en présence d'agents oxydants.

Afin d'améliorer encore le comportement de ces matériaux dans des conditions extrêmes, des couches de composés borés sont ajoutées à la matrice afin de tirer parti de l'oxydation du bore par la formation d'un verre de borosilicate qui va remplir les fissures.

La cicatrisation d'un matériau composite résulte de l'oxydation de couches de matrice contenant du bore en un oxyde liquide. L'expansion volumique générée par la réaction, et le caractère fluide du verre formé, vont alors permettre de boucher localement les fissures, et ainsi créer une barrière à la diffusion de l'oxygène (figure I.8), ce qui permet de protéger les fibres, qui seraient sans cela exposées à une forte quantité d'oxygène, qui les fragilise de façon importante.

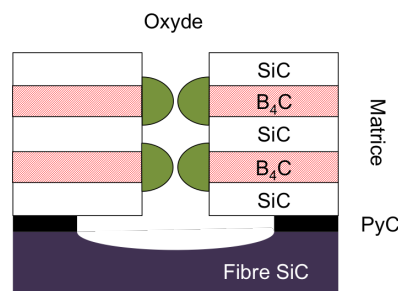


Figure I.8 – Cicatrisation d'un matériau composite fissuré

2. Comportement mécanique endommageable d'un matériau CMC

2.1 Réponse à une contrainte mécanique

Une étude des propriétés mécaniques des matériaux composites à matrice auto-cicatrisante est nécessaire afin de déterminer l'utilité de ces matériaux pour des applications requérant des contraintes mécaniques importantes.

2.1.1 Propriétés mécaniques

Les matériaux composites étant des matériaux hétérogènes, il convient de déterminer les propriétés mécaniques de chaque constituant afin de pouvoir déterminer l'apport de chacun sur le comportement macroscopique du matériau. Le tableau [I.3] résume les propriétés déterminées par [Dupel 95, Jouannigot 11, Naslain 99] pour un matériau composé de fibres de SiC Nicalon protégées par une interphase de pyrocarbone, pour différents types de matrices.

Constituant	Type	Module de Young (GPa)	Contrainte à rupture (MPa)	Déformation à rupture (%)	ν
Fibre Nicalon NL207 [Naslain 99]	SiC	200	$\simeq 2500$	1.37	0.25
Matrice "voie liquide" [Jouannigot 11]	SiC + Si	≤ 150	\emptyset	\emptyset	\emptyset
Interphase [Dupel 95]	PyC	30-80	\emptyset	\emptyset	\emptyset

TABLEAU [I.3] – Propriétés mécaniques des constituants d'un matériau SiC/Si-B-C [Dupin 13]

La résistance mécanique de ce type de matériau est assurée par les fibres, qui possèdent une contrainte à la rupture élevée; au contraire, la matrice va être rapidement fissurée lors d'une déformation importante.

2.1.2 Les différents types de tests

La fissuration d'un matériau intervient lorsque la contrainte qui lui est imposée dépasse la résistance d'un de ses constituants. Sa caractérisation peut être effectuée par différents tests

Chargement statique

Dans ce mode de fatigue statique, le matériau est maintenu dans une position permettant d'assurer une contrainte constante dans le temps par exemple en lui attachant un poids, tout en le soumettant à un environnement choisi (température, gaz oxydant, etc.). On enregistre la durée avant rupture.

Traction simple

Ici le matériau est soumis à une traction suivant l'axe des fibres; la valeur de la déformation appliquée au matériau évolue proportionnellement au temps dans le cas d'une traction linéaire. Cela permet de déterminer le comportement du matériau en fonction de la déformation imposée

et de déterminer ses différents domaines de comportement comme le montrent les courbes de la figure I.9. Ces courbes permettent de mettre en évidence selon la composition et la structure du matériau des comportements non linéaires dus à sa fissuration.

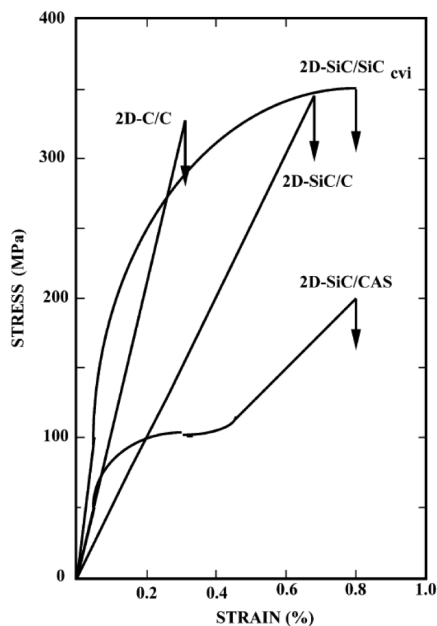


Figure I.9 – Courbes de comportement en traction pour différents types de matériaux [Lamon 01]

Traction cyclée

Ce type de test est composé de phases de traction successives entrecoupées de phases où le matériau est déchargé, ce qui se traduit par des boucles sur la figure I.10. Ces cycles de chargement/déchargement permettent de montrer la présence de déformations résiduelles lors des décharges pouvant être causées par la non-refermeture des fissures apparaissant lors des phases de charge, ainsi que des boucles dues aux frottements internes entre la matrice et les fibres.

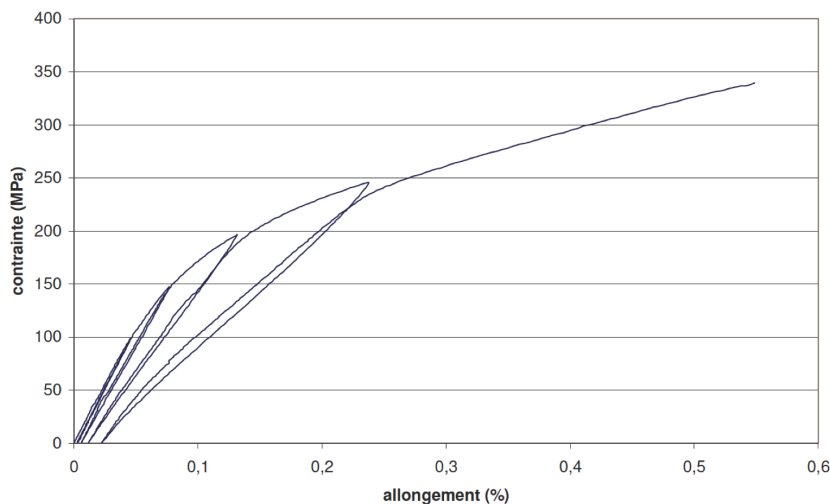


Figure I.10 – Comportement en traction d'un composite SiC/C/(Si-B-C) à température ambiante [Pailler 03]

2.2 Fissuration d'un matériau soumis à une traction

Le comportement mécanique d'un CMC soumis à une traction présenté dans le paragraphe précédent peut être détaillé de manière générale en présentant les différentes étapes de son comportement, et plus particulièrement la phase de fissuration du matériau qui va progressivement transférer la charge sur les fibres, de concert avec une décohésion partielle entre les fibres et la matrice. Cette décohésion résulte de la déviation de la fissuration par l'interphase entourant les fibres [Pailler 03].

2.2.1 Traction longitudinale

En général un test de traction est effectué pour une vitesse de déformation constante dans le temps, la contrainte appliquée au matériau évoluant donc pour permettre de garder la vitesse déplacement relatif des extrémités constante au cours du temps.

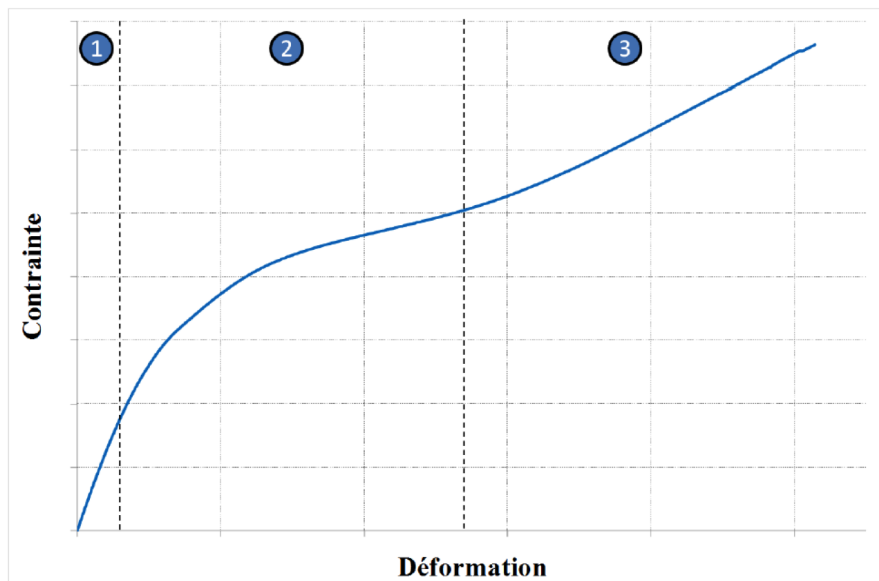


Figure I.11 – Schématisation du comportement d'un composite 1D soumis à une traction dans la direction des fibres [Dupin 13]

Pour un matériau composite unidirectionnel, la courbe de contrainte-déformation en traction dans la direction des fibres peut être schématisée par la figure I.11. Cette courbe permet de distinguer les différentes étapes de l'endommagement d'un composite :

1. comportement pseudo linéaire et réversible
2. fissuration matricielle du matériau
3. charge entièrement supportée par les fibres

2.2.2 Fissuration sous critique et décohésion fibre/matrice

La décohésion apparaissant autour des fibres lors de la fissuration du matériau est le résultat de la déviation de la fissure par l'interphase. En effet l'interphase a pour but de dévier les fissures afin d'empêcher la fissuration des fibres, mais cette interphase se trouve alors fissurée parallèlement à la surface des fibres comme le montre la figure I.5 au chapitre précédent. Cette fissuration entraîne alors un décollement entre la fibre et la matrice l'entourant, créant ainsi une zone où seule la fibre supporte la contrainte mécanique imposée au matériau, ce qui est mis en évidence sur la figure I.12.

Lors de l'endommagement du matériau en traction longitudinale, de nombreuses fissures apparaissent. Leur nombre et emplacement sont déterminés par l'intensité de la contrainte appliquée au matériau. Le report de charge sur les fibres va permettre de retrouver un comportement

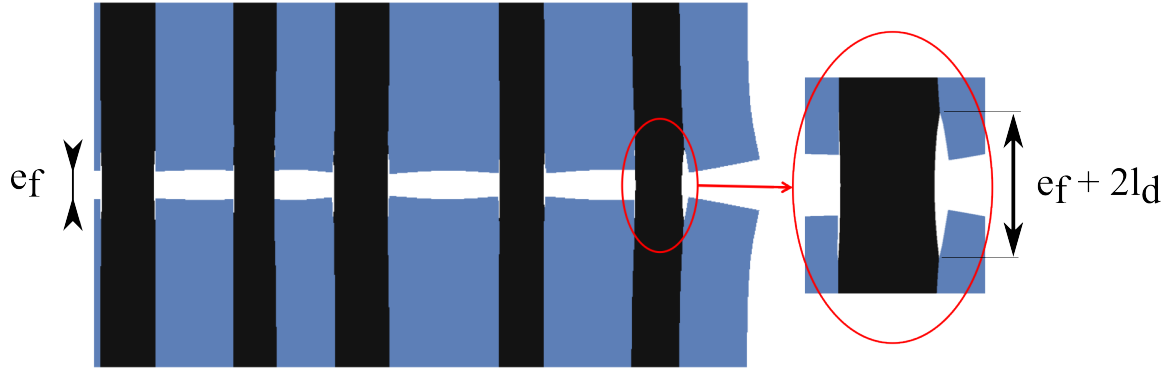


Figure I.12 – Représentation de la décohésion fibre/matrice lors de la fissuration du matériau

pseudo linéaire qui sera valable jusqu'au moment où les fibres vont commencer à casser. La rupture des fibres entraîne alors une augmentation de la charge sur les fibres restantes, ce qui va conduire à la ruine du matériau.

2.3 Modélisation de la dégradation mécanique d'un matériau

Les différents modèles traitant de la rupture des fibres utilisent la théorie de Weibull [Weibull 39] qui permet d'écrire dans un domaine Ω et sous l'effet d'une contrainte σ une probabilité P_R de rupture paramétrée par une contrainte caractéristique σ_0 et un exposant m_σ traduisant la dispersion, décrite par l'équation (I.1). Cette théorie se base sur le fait qu'il existe une distribution de défauts de tailles et de criticité différentes à l'intérieur des fibres.

$$P_R(\Omega, \sigma) = 1 - \exp\left(-\frac{|\Omega|}{|\Omega_0|} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^{m_\sigma}\right) \quad (\text{I.1})$$

La moyenne et la variance des contraintes à la rupture peuvent être calculées comme :

$$E(\sigma) = \sigma_0 \left(\frac{|\Omega_0|}{|\Omega|}\right)^{1/m_\sigma} \Gamma\left(1 + \frac{1}{m_\sigma}\right) \quad (\text{I.2})$$

$$\text{var}(\sigma) = \sigma_0^2 \left(\frac{|\Omega_0|}{|\Omega|}\right)^{2/m_\sigma} \left(\Gamma\left(1 + \frac{2}{m_\sigma}\right) - \left[\Gamma\left(1 + \frac{1}{m_\sigma}\right)\right]^2\right) \quad (\text{I.3})$$

Cette loi de probabilité peut être appliquée au cas d'une fibre, permettant ainsi de fournir une loi de probabilité de rupture en traction de la fibre (I.4)

$$P_R(\sigma_R < \sigma) = 1 - \exp\left(-\frac{L}{L_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^{m_\sigma}\right) \quad (\text{I.4})$$

Les paramètres de cette loi peuvent être identifiés grâce à des essais en traction sur un groupe de fibres. Pour les fibres Hi-Nicalon, [Gauthier 06] les a identifiés pour des températures comprises entre 500 et 800 °C. Les valeurs sont données dans le tableau [I.4]

L_0 (mm)	σ_0 (MPa)	m_σ
1	3640	8,5

TABLEAU [I.4] – Paramètres de Weibull pour des fibres Hi-Nicalon déterminés par [Gauthier 06]

La sensibilité des propriétés de rupture du matériau à l'oxydation s'explique par la croissance sous critique des fissures à haute température. En effet, lorsque des fissures apparaissent dans

la matrice, les fibres se trouvent exposées à l'environnement extérieur du matériau. Selon les conditions d'utilisation du matériau, cette atmosphère peut oxyder les fibres et ainsi réduire leur durée de vie en favorisant la progression sous-critique des micro-fissures.

Dans le cas d'une fissuration orthogonale à la direction des fibres, les fissures apparaissent dans la matrice, puis sont déviées par l'interphase, ce qui entraîne une décohésion entre les fibres et la matrice sur une certaine longueur. Cette longueur de décohésion définit une zone autour des fibres où la matrice n'a plus d'influence sur la résistance mécanique du matériau. Dans cette zone, les fibres sont les seules à supporter le chargement mécanique.

Les fibres étant exposées à une atmosphère oxydante, l'apparition de fissures génère également une dégradation des fibres, dont l'importance dépend du matériau constituant la fibre, ainsi que de la pression partielle d'oxygène qui peut entraîner une accélération de la fissuration [Jones 95]. En effet, si des fibres de carbone vont être oxydées dès 450 °C, les fibres de SiC ne seront affectées par la présence d'oxygène qu'à partir de 1000 °C, avec un résultat totalement différent, comme le montre la figure I.13.

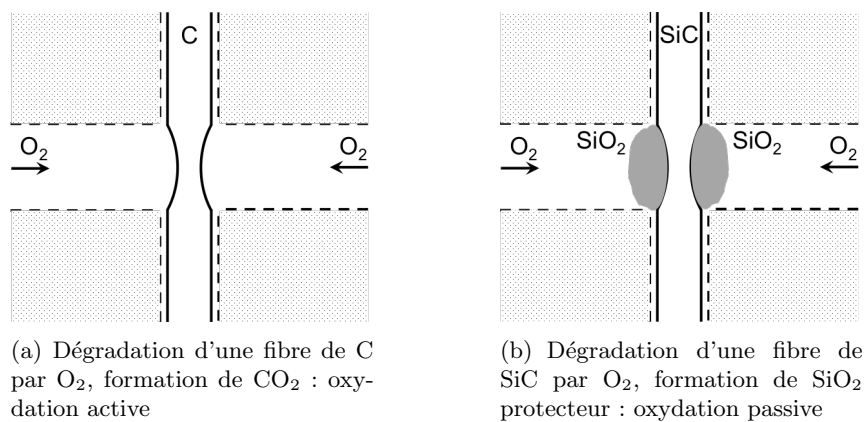


Figure I.13 – Dégradation des fibres de C et de SiC par l'oxygène

En effet, l'oxydation du carbone mène à un oxyde gazeux, qui est évacué ; la fibre va donc voir son diamètre réduire : on parle d'oxydation active. Par contre, la fibre de SiC va s'entourer d'un oxyde solide ou liquide SiO₂, qui va freiner la progression de l'oxygène : on parle d'oxydation passive. Ces phénomènes seront détaillés dans la suite du chapitre.

2.3.1 Croissance d'un défaut au sein d'une fibre

La rupture des fibres étant caractérisée par la présence de défauts, leur criticité peut être évaluée grâce à la relation (I.5) utilisée par [Gauthier 06] et [Laforêt 09] comme critère de rupture, et qui utilise le facteur d'intensité des contraintes K calculé pour une contrainte σ appliquée à la fibre, une taille a de défaut et un facteur de forme du défaut $Y = \frac{2}{\sqrt{\pi}}$, en le comparant à une valeur critique Kc (critère de Griffith) conditionnant la rupture immédiate :

$$K = \sigma Y \sqrt{a} \geq Kc \quad (\text{I.5})$$

Le facteur K utilisé par [Gauthier 08] pour créer un modèle de propagation de la fissuration sous critique en donnant la vitesse de progression du défaut sous forme d'une loi empirique de Paris-Erdogan (I.6) dont les paramètres ν_0 et n doivent être identifiés expérimentalement.

$$\dot{a}(t) = \frac{da}{dt} = \nu_0 K^n \quad (\text{I.6})$$

Afin de prendre en compte les effets de la température sur la fissuration d'une fibre, le paramètre ν_0 peut être défini comme une loi d'Arrhénius fonction de la température, ce qui implique l'identification d'un paramètre supplémentaire. En combinant (I.5) et (I.6) et une loi d'Arrhénius, [Ladevèze 10] a développé un modèle valable pour le cas de basses températures et un

environnement simple (air ambiant).

Ce modèle est basé sur la loi de Paris définie par la relation (I.6), mais la nouveauté de ce modèle réside dans le choix de la définition du facteur d'intensité des contraintes par [Ladevèze 10], faisant apparaître le flux d'oxygène. Ainsi ce modèle a permis de coupler la fragilisation des fibres à la température et à l'environnement.

2.3.2 Modélisation de l'endommagement mécanique à l'échelle mésoscopique

L'étude de l'endommagement des fibres est une étape importante pour la compréhension du comportement d'un matériau composite soumis à un effort mécanique, mais elle doit être complétée par une étude aux échelles supérieures : au niveau d'un fil dans un premier temps, puis à une échelle supérieure permettant de considérer un groupe de fils représentatif de l'assemblage des fils dans le matériau (appelé mini composite) ou d'une éprouvette de matériau réel, comme l'ont étudié [Aubard 95, Guillaumat 96, Reynaud 96].

A l'échelle mésoscopique, [Aubard 95] a développé un modèle du comportement mécanique d'un composite 2D SiC-SiC s'appuyant sur les essais mécaniques réalisés sur ce matériau. Ces essais ont permis d'identifier trois modes d'endommagement :

- un premier mode de micro-fissuration matricielle inter-fil, où les fissures sont perpendiculaires à la direction de chargement,
- les deuxième et troisième modes concernent la fissuration matricielle intra-fil, avec des fissures perpendiculaires à la direction des fibres

Le modèle est résolu sur le maillage 2D construit à l'échelle d'un fil, en considérant les fils longitudinaux et transversaux comme des entités de base. La modélisation reproduit les différentes étapes de l'endommagement d'un matériau en fonction de sa déformation, comme décrit dans le tableau [I.5].

Etape	Déformation (%)	Endommagement de la matrice
A	0.025	pas d'endommagement
B	0.05	fissuration initiale des macro-pores
C	0.07	propagation de la fissuration aux fils longitudinaux
D	0.09	fin du premier mode de fissuration
E	0.12	fissuration des fils transverses
F	0.2	saturation de l'endommagement matriciel

TABLEAU [I.5] – Les étapes d'endommagement en fonction de la déformation du matériau [Guillaumat 96]

3. Principe de la cicatrisation

3.1 Oxydation d'une matrice multicouches cicatrisante

3.1.1 Les différents types d'oxydation et leurs cinétiques

Oxydation active

Il s'agit d'une réaction ayant lieu en surface du matériau oxydé qui ne produit pas d'oxyde solide ou liquide à sa surface. Le gaz oxydant peut alors continuer à attaquer le matériau sans que l'oxydation ne soit ralentie par la présence d'un autre élément ; elle est cependant limitée par les phénomènes de transport gazeux qui assurent un approvisionnement en gaz oxydants. La cinétique de cette oxydation est alors définie à la surface, qui est en récession constante, par une loi linéaire fonction du temps comme c'est le cas pour l'oxydation du carbone.

Oxydation passive

Dans le cas d'une oxydation dite passive, le matériau oxydé est recouvert d'une couche d'oxyde liquide ou solide. Les espèces oxydantes doivent alors franchir cette couche avant de pouvoir s'attaquer au matériau. La cinétique d'une telle oxydation va donc être fonction de l'évolution de l'épaisseur de la couche d'oxyde à traverser, qui ne cesse de croître, ce qui est décrit par une cinétique parabolique, même s'il existe une phase initiale, parfois très courte, où la cinétique est d'abord linéaire.

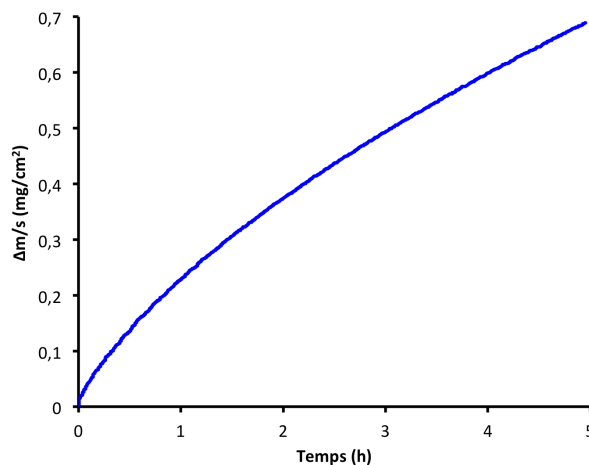


Figure I.14 – Cinétique parabolique d'oxydation de B_4C à $T = 600^\circ C$ [Rebillat 10]

Cinétique paralinéaire

Cette cinétique mixte permet de prendre en compte la présence des deux modes d'oxydation présentés précédemment lors de certains phénomènes d'oxydation. En effet, dans certaines conditions, l'oxydation d'un matériau peut présenter un comportement actif dans un premier temps, suivi ensuite par un comportement passif lorsqu'une couche d'oxyde commence à se former à la surface du matériau, pour retourner ensuite à une cinétique linéaire suite à une stabilisation de l'épaisseur de couche passivante.

Sur la figure I.15 on constate la présence d'une cinétique linéaire lors des premiers instants, puis elle évolue vers un comportement parabolique avant de retourner vers une cinétique linéaire, ce qui peut être causé par la présence d'un phénomène de volatilisation ou pour des raisons de fissuration.

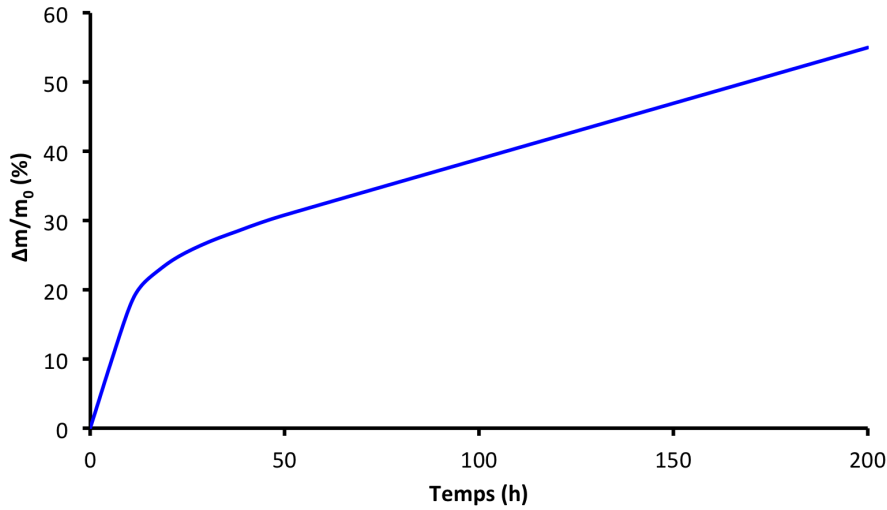


Figure I.15 – Cinétique paralinéaire de volatilisation de B_4C-SiO_2 sous oxygène pur [Martin 03]

3.1.2 Oxydation du bore sous atmosphère sèche

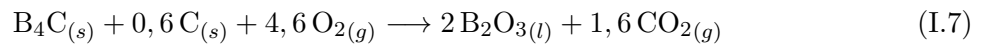
Le bore est un élément essentiel dans la protection des fibres car il génère un oxyde condensé (liquide) au cours d'une réaction expansive dès 450 °C, permettant de sceller une fissure. Le rôle de cet oxyde dans l'accroissement de la durée de vie de matériaux a été mis en évidence par [Rebillat 04b, Lamouroux 99]. Les couches à base de bore peuvent être de plusieurs types (B_4C , TiB_2 , BN , $Si-B-C$, etc.). La réactivité des autres composants de ces couches vis-à-vis de l'environnement est alors un critère de choix selon l'utilisation prévue du matériau.

Le choix du bore comme élément de cicatrisation est motivé par la nécessité que l'oxyde corresponde à certains critères comme : *a*) une expansion de volume permettant de combler la fissure (figure I.16) ; en conjonction avec : *b*) une viscoélasticité assez basse pour éviter d'apporter des contraintes internes par sa création ; *c*) un ralentissement de la diffusion de l'oxygène afin de protéger les fibres ; *d*) une réactivité à l'oxygène dans la plage de température où la fibre va être sensible à l'oxygène.

Le B_4C obtenu par dépôt CVI n'est pas stoechiométrique. En fait sa composition est plutôt $B_4C_{1,6}$. On l'appelle parfois $B_4C + C$ ou B_xC ou B-C.

Le B_2O_3 créé par oxydation du carbure de bore B_4C est une céramique chimiquement stable et liquide de 450 °C jusqu'à 1600 °C, ce qui permet une bonne protection contre la corrosion des fibres ; en outre, il présente une relativement faible viscosité et une bonne mouillabilité [Buchanan 93], ce qui en fait un bon candidat pour la cicatrisation d'un matériau composite. Néanmoins [Courtois 92] a montré que le B_2O_3 se volatilisait au dessus de 1000 °C, surtout en milieu humide.

La réaction chimique entre le "B₄C" et O₂ peut être résumée par l'équation bilan (I.7) :



Le phénomène de bouchage de la fissure est obtenu par l'expansion volumique générée par la réaction, ce qui est mis en évidence par (I.8) :

$$\Delta V_m = 2 V_{H_2O}^m - V_{B_4C}^m - 0,6 V_C^m = 6,23 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1} \quad (I.8)$$

$$\frac{\Delta V_m}{V_{m0}} = 267\% \quad (I.9)$$

Les lois cinétiques peuvent être écrites pour la réaction selon les plages de température envisagées :

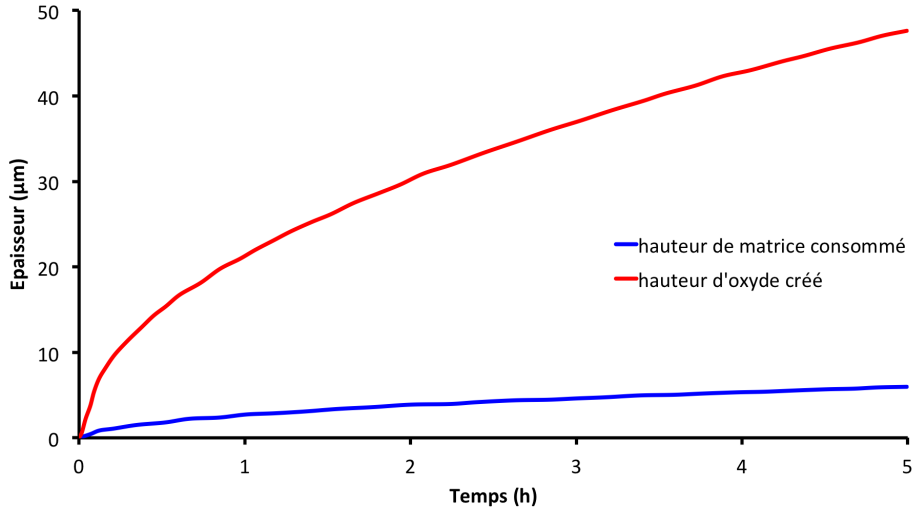


Figure I.16 – Evolution de la couche d’oxyde B_2O_3 formée en comparaison avec la hauteur de matrice B_4C consommée à $600^\circ C$. [Letombe 02]

- Pour des températures entre 500 et 750 $^\circ C$, sous air sec, [Litz 63] a établi une loi cinétique linéaire pour une poudre de carbure de bore (I.10).

$$k(\text{g}/\text{m}^2 \cdot \text{h}) = 1,36 \cdot 10^9 \exp\left(-\frac{18800}{RT}\right) \quad (\text{I.10})$$

- Entre 460 et 600 $^\circ C$, la cinétique de l’oxydation est parabolique, et est régie par l’équation (I.11) définie par [Garitte 07]

$$k_p(\text{mg}^2/\text{cm}^4 \cdot \text{h}) = 1,4 \cdot 10^7 \exp\left(-\frac{204000}{RT}\right) P_{O_2}^{0,9} \quad (\text{I.11})$$

- Enfin, pour des températures supérieures à 600 $^\circ C$, l’oxydation du B_4C , toujours parabolique, est définie par l’équation (I.12) [Garitte 07]

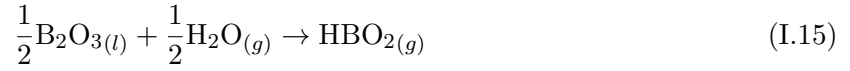
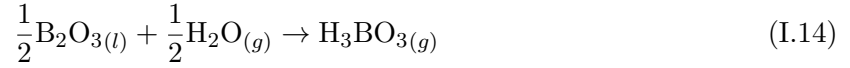
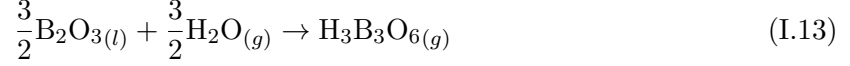
$$k_p(\text{mg}^2/\text{cm}^4 \cdot \text{h}) = 119,6 \exp\left(-\frac{98000}{RT}\right) P_{O_2}^{0,6} \quad (\text{I.12})$$

La réaction (I.7) montre la formation de CO_2 lors de l’oxydation du B_4C . La diffusion de l’oxygène à travers la couche d’oxyde étant un phénomène limitant de la réaction, le dégagement du CO_2 peut être considéré comme total pour des températures inférieures à 600 $^\circ C$, mais un gradient de carbone dissous est observé dans la couche d’oxyde au delà de cette température [Garitte 07].

3.1.3 Oxydation du bore sous atmosphère humide

Ces lois permettent de définir la cinétique d’oxydation du B_4C en fonction de la température et de la pression partielle en oxygène, mais il est nécessaire de prendre en compte le phénomène de volatilisation apparaissant lorsque la température approche les 1000 $^\circ C$. [Martin 03, Wery 07] ont étudié ce phénomène qui va transformer une partie du $B_2O_3(l)$ en $(HBO_2)_3(g)$. Cette vaporisation devient importante à partir de 1200 $^\circ C$. Pour de telles températures, les lois cinétiques précédentes ne peuvent plus s’appliquer ; au contraire, en dessous de 900 $^\circ C$, la volatilisation peut être négligée.

En présence d’une atmosphère humide, la réaction de formation de l’oxyde de bore va être concurrencée par une réaction de dissolution du B_2O_3 par la vapeur d’eau. La volatilisation de l’oxyde peut être décrite par les réactions (I.13) (I.14) et (I.15) pour des températures dépassant les 600 $^\circ C$.



Les réactions de volatilisation (I.13) (I.14) et (I.15) entrent en compétition avec la formation de l'oxyde liquide. La cinétique de volatilisation du B_2O_3 , linéaire, peut être décrite par les relations (I.16) et (I.17) en fonction de la température et de la pression partielle de vapeur d'eau [Garitte 07].

$$k_l(\text{mg}/\text{cm}^2.\text{h}) = 0,0035 \exp\left(-\frac{35000}{RT}\right) P_{\text{H}_2\text{O}}^{1,2} \quad 700^\circ\text{C} \leq T \leq 900^\circ\text{C} \quad (\text{I.16})$$

$$k_l(\text{mg}/\text{cm}^2.\text{h}) = 0,67 \exp\left(-\frac{35000}{RT}\right) P_{\text{H}_2\text{O}}^{0,6} \quad 900^\circ\text{C} \leq T \quad (\text{I.17})$$

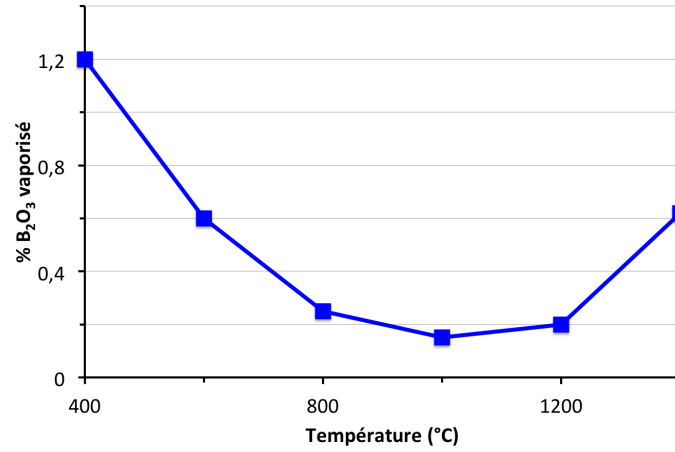


Figure I.17 – Calculs d'équilibre chimique effectués sous GEMINI donnant le taux de vaporisation du B_2O_3 en fonction de la température [Wery 07]

L'importance de cette évaporation de B_2O_3 varie selon la température considérée, comme le montre [Wery 07] dans la figure I.17. La volatilisation d'une partie de l'oxyde formé entraîne une perte de masse qui peut être évaluée en fonction de la température et de la teneur en H_2O de l'atmosphère comme le montre la figure I.18.

La figure I.19 montre les valeurs de viscosité obtenues par [Mackenzie 59], [Macedo 68] et [Bernatz 01] pour des températures inférieures à 1000°C .

Les études réalisées permettent de mettre en évidence la présence de deux lois d'évolution de la viscosité en fonction de la température. En effet les données de la figure I.19 montrent la présence de deux comportements linéaires, selon que la température soit ou non supérieure à 450°C , température approximative de transition entre les deux régimes. Ainsi il est possible d'exprimer ces comportements sous la forme de lois d'Arrhénius :

$$\text{si } T \leq 450^\circ\text{C} : \mu = 1,48964 \cdot 10^{-4} \exp\left(\frac{59050}{R(T - T_\infty)}\right) \quad (\text{I.18})$$

$$\text{si } T \geq 450^\circ\text{C} : \mu = 0,77121 \exp\left(\frac{19832}{R(T - T_\infty)}\right) \quad (\text{I.19})$$

Dans le cadre de l'oxydation de couches Si-B-C, la viscosité de l'oxyde formé est également dépendante de sa fraction massique en SiO_2 comme le montrent les travaux de [Yoshimi 02]

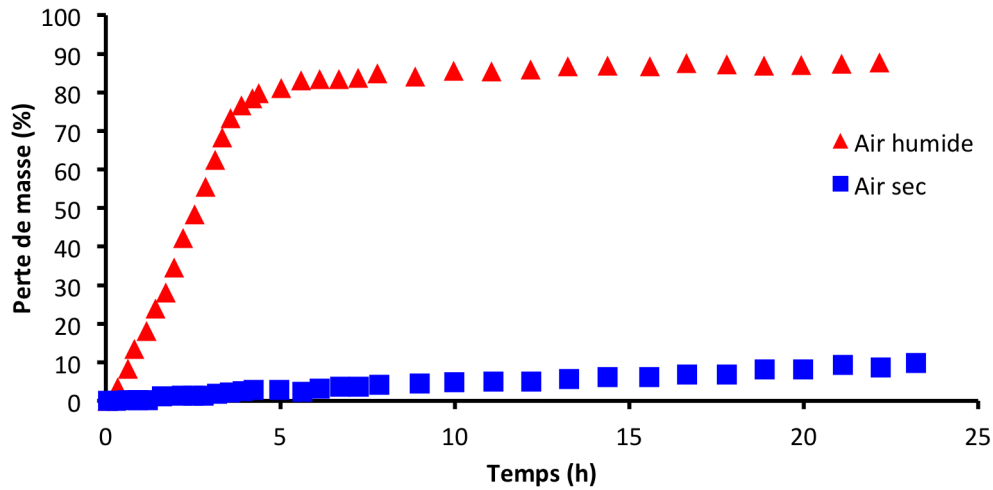


Figure I.18 – Perte de masse due à la volatilisation de B_2O_3 sous air sec (bleu) et en présence de 25% de H_2O (rouge), pour une température de $1100^\circ C$ [Buchanan 93]

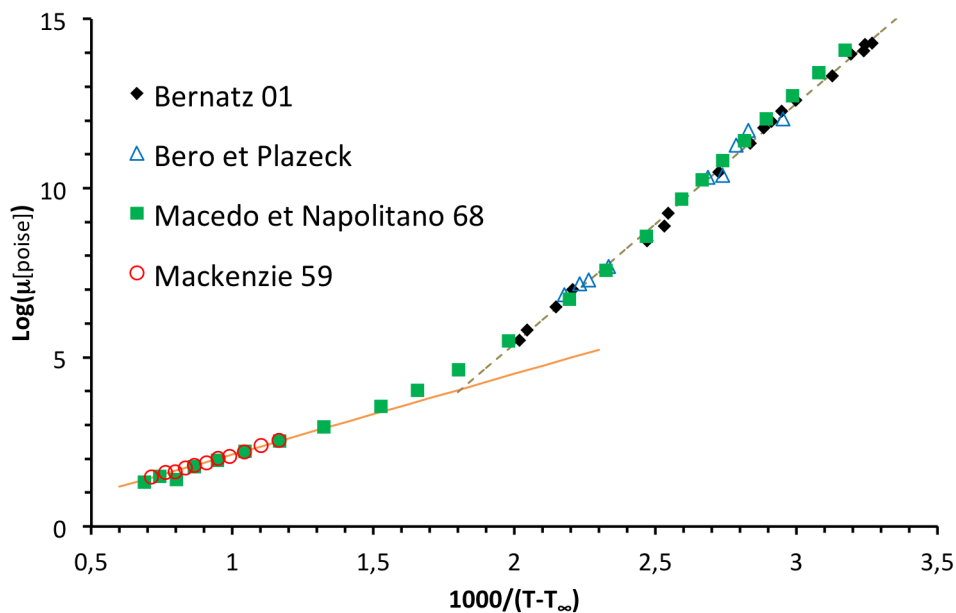


Figure I.19 – Evolution de la viscosité du B_2O_3 pur en fonction de la température, avec $T_\infty = -55^\circ C$, modèle de [Bernatz 01] comparé aux données de [Mackenzie 59] et [Macedo 68]

représentés sur la figure I.20. Le taux de silice dans la composition du verre pour les hautes températures est un paramètre important de la viscosité de l'oxyde, et à partir d'un pourcentage critique ($\sim 85\%$) de SiO_2 , la viscosité du mélange va fortement augmenter.

3.1.4 Le système Si-B-C

Le choix d'une matrice composée de phases de SiC et B_4C alternées permet d'allier les propriétés d'oxydation du bore avec les propriétés mécaniques du carbure de silicium à hautes températures, celui-ci ayant un point de décomposition autour de $2500^\circ C$. De plus pour des températures inférieures à $1000^\circ C$, le SiC peut être considéré comme chimiquement inerte, ce qui assure la cohésion de la matrice lorsque les couches borées vont être consommées. Le carbone de l'interphase va quant à lui être amené à consommer une grande quantité d'oxygène présent dans une fissure dès les basses températures, ce qui, couplé avec la formation d'un bouchon

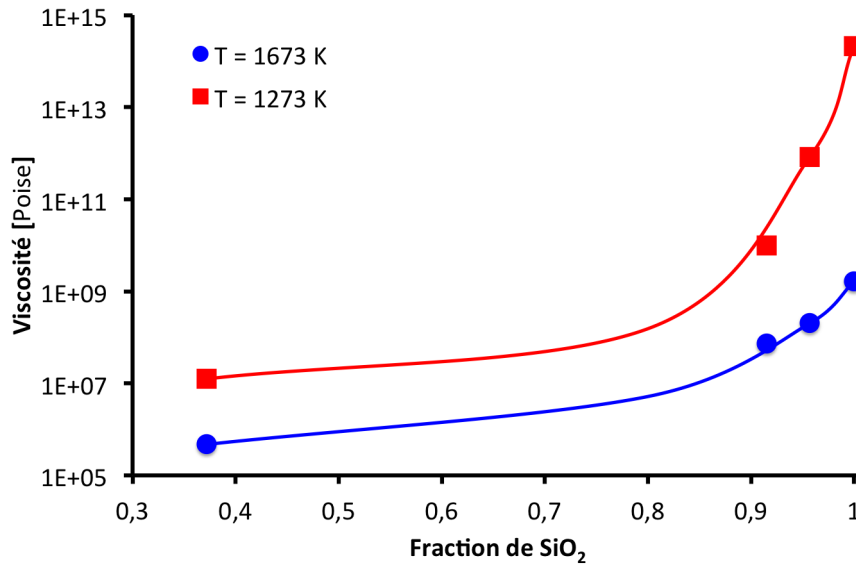


Figure I.20 – Evolution de la viscosité d’un oxyde SiO₂-B₂O₃ en fonction de sa composition pour deux températures, [Yoshimi 02]

d’oxyde de bore, va favoriser l’appauvrissement en oxygène de la fissure, et ainsi protéger les fibres contre l’oxydation. Cependant une trop grande consommation de l’interphase carbonée fragilise le composite. Il faut donc trouver un compromis, pour lequel la formation du bouchon intervient suffisamment tôt.

L’alternance de phases de SiC et B₄C n’est pas la seule configuration possible pour obtenir une matrice auto-cicatrisante tirant avantage de ces trois éléments. En effet certains matériaux composites sont constitués d’une matrice dont une phase cicatrisante est un mélange ternaire Si-B-C dont la température d’oxydation est inférieure à celle du SiC [Vandenbulcke 96]. L’avantage de cette configuration par rapport à une simple couche de B₄C est la formation d’un oxyde contenant du B₂O₃ mais aussi du SiO₂, ce qui le rend plus visqueux et éventuellement plus résistant à H₂O. Un oxyde plus visqueux permettra de boucher plus rapidement une fissure car son étalement sur la surface de la fissure sera réduit. En outre, il est possible d’adapter les taux de chaque constituant de la couche Si-B-C afin de modifier la teneur en SiO₂ de l’oxyde, et ainsi changer ses propriétés pour optimiser la cicatrisation. La figure I.21 montre l’évolution de la viscosité du liquide SiO₂/B₂O₃ en fonction de la température et de la teneur en SiO₂ du mélange.

L’un des avantages de cet oxyde réside dans la moindre volatilisation du SiO₂ en présence d’une atmosphère humide, ce qui permet de limiter la perte de masse observée dans le cas d’un oxyde de bore pur, ce qui est confirmé par [Buchanan 93] dans la figure I.22.

3.2 Mouillage et étalement de l’oxyde sur les zones environnantes

Afin de modéliser correctement le phénomène d’oxydation du B₄C, il est nécessaire de connaître les propriétés physico-chimiques de son oxyde ainsi que sa capacité à mouiller les surfaces environnantes, car ce mouillage peut déterminer la forme du bouchon et le temps nécessaire à son obtention.

3.2.1 Présentation et définition du mouillage

Lors de la phase d’oxydation du carbure de bore, le B₂O₃ liquide produit va avoir la possibilité de s’étaler sur les surfaces environnantes. Le mouillage caractérise cette capacité d’étalement en fonction de la nature du liquide cherchant à s’étaler et du matériau sur lequel il va s’étaler. Cette capacité est quantifiée par la définition de l’angle de contact des deux composants, qui est défini

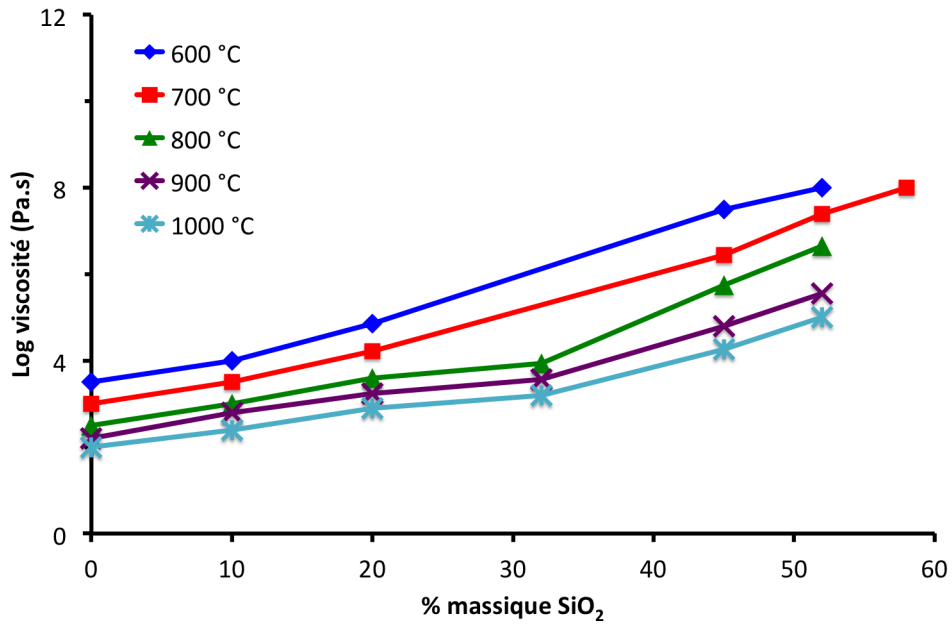


Figure I.21 – Evolution de la viscosité d'un verre oxyde mixte B_2O_3 - SiO_2 en fonction de sa composition pour différentes températures [Benazzouk 13]

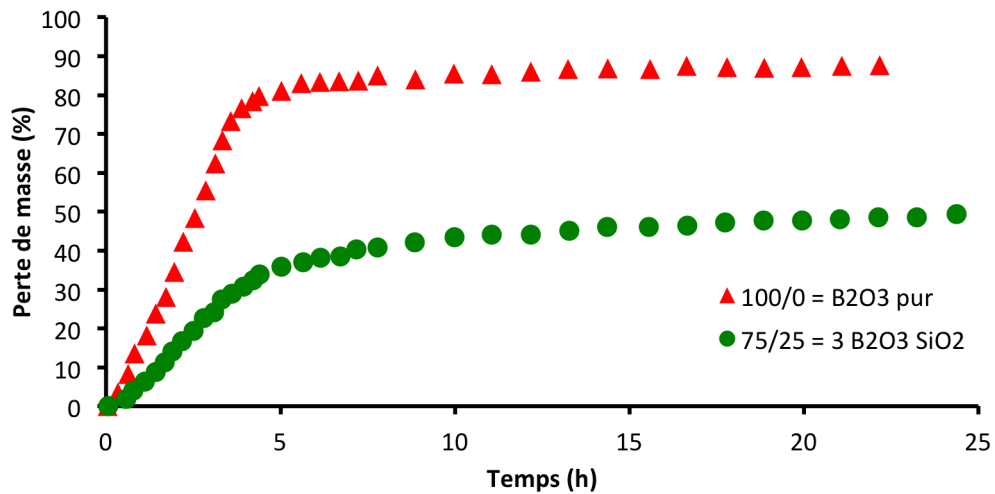


Figure I.22 – Comparaison de la perte de masse pour deux compositions en fraction massique d'oxyde B_2O_3/SiO_2 différentes, à $1100^\circ C$ sous 25% de H_2O [Buchanan 93]

comme l'angle entre la surface libre de liquide et la surface du solide lorsque le liquide a atteint une position d'équilibre, ce qui est représenté par la figure I.23

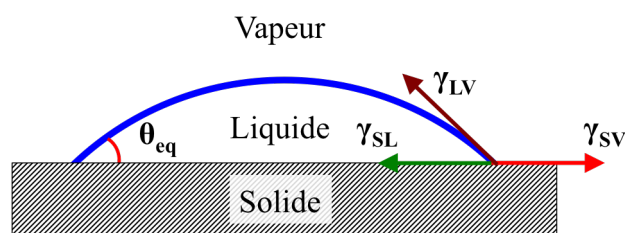


Figure I.23 – Présentation de l'angle de contact à l'équilibre d'une goutte et des tensions aux interfaces aux points triples solide/liquide/vapeur

Le point de contact entre la surface du liquide et le solide est appelé point triple (dans un cas 2D, en 3D on parlera d'une ligne triple); dans le cas d'un étalement de liquide, c'est le mouvement de ce point qui va déterminer le comportement du fluide sur la surface. L'angle de contact statique à l'équilibre θ_{eq} défini au point triple peut être décrit par la loi de Young-Dupré (I.20) qui l'exprime en fonction du rapport des tensions superficielles entre les phases solide (S), liquide (L) et gazeuse (V).

$$\cos \theta_{eq} = \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}} \quad (I.20)$$

Le mouvement d'une goutte est déterminé par l'écart entre l'angle contact réel et celui à l'équilibre. En effet en l'absence d'autres forces motrices, la goutte va tendre à revenir à un état d'équilibre défini par θ_{eq} l'angle de contact à l'équilibre, caractéristique de la nature du liquide et de celle du solide. Le temps caractéristique d'atteinte de cet état d'équilibre est fonction de la viscosité du fluide.

3.2.2 Etude du mouillage du B_2O_3 sur le SiC en fonction de la température

Le travail réalisé par [Pittoni 12] est basé sur l'étude de gouttes pendantes de B_2O_3 afin de pouvoir déterminer sa tension de surface γ_{LV} en fonction de la température (figure I.24).

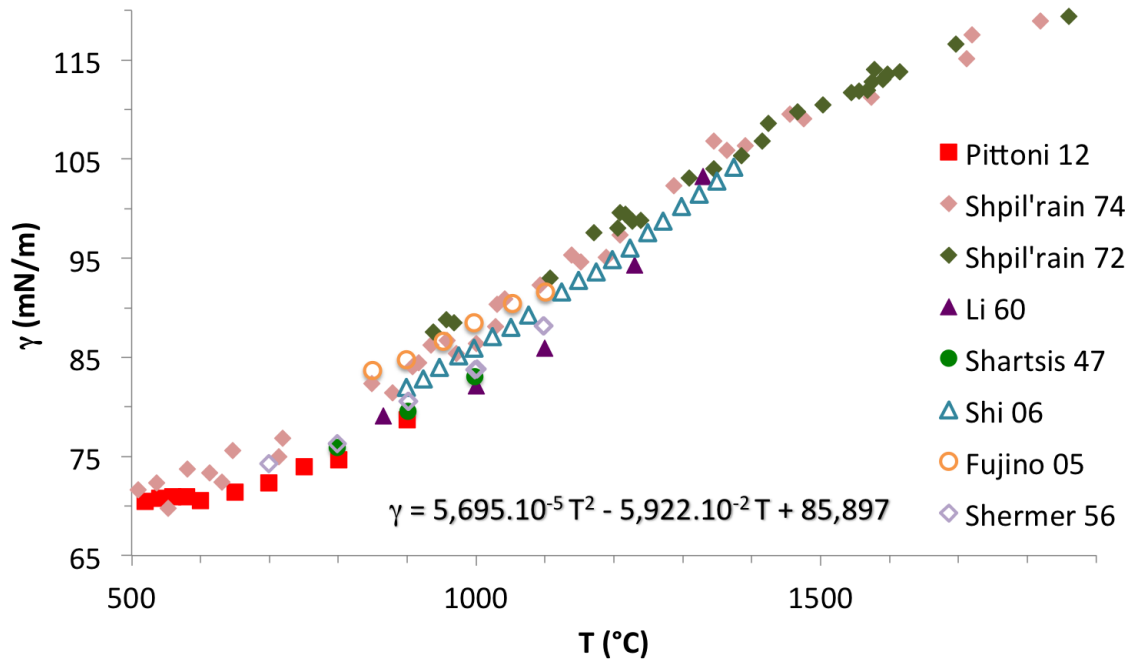


Figure I.24 – Evolution de la tension de surface de B_2O_3 en fonction de la température [Pittoni 12]

La figure I.24 permet de constater l'évolution de la tension de surface du B_2O_3 pour les basses températures et d'en déduire une cinétique qui peut être décrite par l'équation (I.21). L'augmentation de la tension de surface avec l'élévation de la température associée à la diminution de la viscosité va permettre de décrire précisément le comportement de l'oxyde en fonction de la température.

$$\gamma = 5,695.10^{-5}T^2 - 5,922.10^{-2}T + 85,897 \quad (I.21)$$

En fonction de la température, la viscosité de l'oxyde va conditionner son comportement. En effet, pour les basses températures, de par sa grande viscosité, l'oxyde va croître en s'étalant très peu sur les zones voisines, ce qui va permettre la formation d'un bouchon local dans la fissure.

En revanche, pour les hautes températures où l'oxyde est très peu visqueux, on constatera la présence d'un film d'oxyde. La détermination de la transition entre ces deux régimes permettrait de pouvoir modéliser au mieux la phase de cicatrisation.

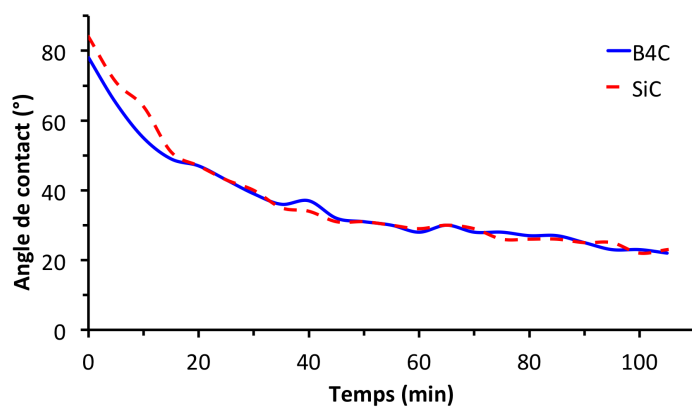


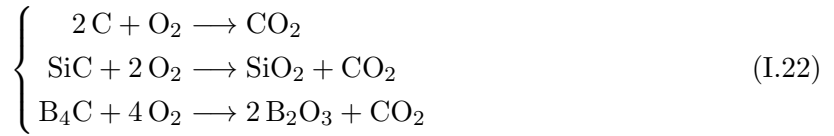
Figure I.25 – Evolution de l'angle de contact d'une goutte de B_2O_3 posée sur deux types de surface (B_4C , SiC) [Benazzouk 13]

4. Estimation de la durée de vie d'un matériau soumis à une contrainte mécanique

Comme la question de la durée de vie des CMCs à matrice auto-cicatrisante est une part importante de leur étude, plusieurs modèles numériques ont été développés afin de représenter la ruine d'un matériau. Ici, la modélisation du seul comportement mécanique ne suffit pas à estimer la durée de vie du matériau : il faut également prendre en compte le phénomène d'oxydation qui va dégrader les fibres et celui de cicatrisation qui va les protéger. Dans ce but, un couplage entre la modélisation de l'endommagement du matériau et celle de l'oxydation est nécessaire.

4.1 Modélisation 1D de la phase de cicatrisation

Dans la lignée de travaux initiaux ayant permis de modéliser soit l'oxydation de l'interphase seule [Fillipuzzi 94], soit d'une matrice monolithique fissurée [Lamouroux 94], le modèle développé par [Rebillat 04a] a été le premier à aborder l'oxydation dans un matériau ayant une matrice multi-couche SiC/B₄C et une interphase de carbone. Les fibres sont des Nicalon. L'oxydation du matériau se déroule dans une atmosphère sèche et les mécanismes peuvent être décrits par les réactions I.22.



Ce modèle permet la prise en compte de : *i*) la quantité d'oxygène consommée au niveau de la fissure, *ii*) les régimes de diffusion des gaz ordinaires et de Knudsen, *iii*) la non conservation du nombre total de mole à travers un flux de Stefan, *iv*) l'épaisseur de la couche d'oxyde, *v*) la quantité d'oxygène consommée.

La concentration en oxygène $C(z)$ (en mol.m³) est calculée selon la formule (I.23) pour une fissure selon l'axe \bar{z} [Lamouroux 94, Fillipuzzi 94]. Les grandeurs utilisées sont :

- $e(z)$ la hauteur de fissure (en m),
- $\delta(z)$ l'épaisseur de la couche de silice (en m),
- \mathcal{D}_{eff} un coefficient de diffusion effectif (en m².s⁻¹, incluant les diffusions ordinaire et de Knudsen),
- X_0 la fraction molaire d'oxygène,
- K_{Pr} la constante de cinétique parabolique (en m².s⁻¹) pour la concentration en oxygène de référence Cr (en mol.m³),
- Np est l'ordre apparent de la réaction,
- ρ_{oxyde} la masse volumique d'oxyde formé (en gm⁻³),
- M_{oxyde} la masse molaire de l'oxyde (en g.mol⁻¹), et
- $\frac{n_{O_2}}{n_{formé}}$ est le ration entre le nombre de mole d'oxygène consommé et celui d'oxyde créé.

$$\frac{d}{dz} \left(\frac{-\mathcal{D}_{eff} e(z)}{1 - \left(1 - \frac{n_{gaz}}{n_{O_2}}\right) X_0} \frac{dC(z)}{dz} \right) + \frac{n_{O_2}}{n_{formé}} \frac{\rho_{oxyde}}{M_{oxyde}} \frac{K_{Pr}}{\delta(z)} \left(\frac{C(z)}{Cr} \right)^{Np} = 0 \quad (I.23)$$

Cette équation peut être complétée par la condition (I.24) au bord de la fissure ($z = L$)

$$\frac{-\mathcal{D}_{eff} e(z)}{1 - \left(1 - \frac{n_{gaz}}{n_{O_2}}\right) X_0} \frac{dC(z)}{dz} = K S(z) \left(\frac{C(z)}{C_r}\right)^{Nc} \quad (I.24)$$

Avec : $S(z)$ la taille de l'interphase de carbone (en m), K la constante de cinétique linéaire d'oxydation du C (en $\text{mol.m}^2.\text{s}^{-1}$), et Nc est l'ordre apparent de la réaction.

Le système ainsi obtenu est ensuite résolu sous Matlab par des itérations de Gauss-Newton et une formulation par éléments finis. Les résultats obtenus permettent de mettre en avant l'effet de barrière à la diffusion d'oxygène dans la fissure lorsque le bouchon est formé. La figure I.26 montre que la concentration en oxygène chute dès $t = 60\text{s}$, et que le bouchon ralentit la progression de l'oxygène, car il faut attendre un temps de $t = 6991\text{s}$ pour retrouver une concentration en O_2 similaire à celle lorsque la fissure n'était pas fermée.

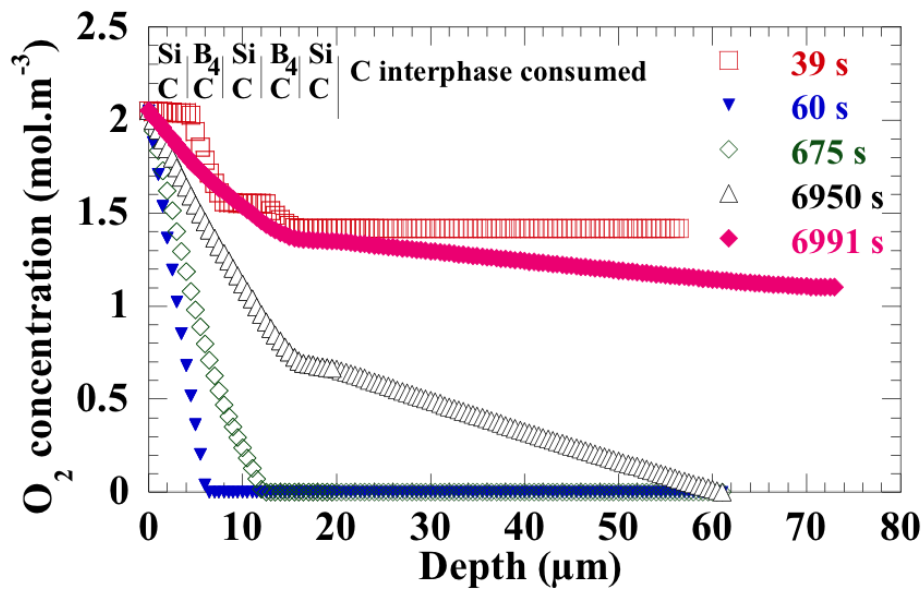


Figure I.26 – Profil de la concentration en O_2 dans la fissure pour un composite $\text{SiC/C/SiC}/(\text{SiC/B}_4\text{C/SiC/B}_4\text{C/SiC})$ à 900 °C [Rebillat 04a]

Ce modèle présente une modélisation 1D très complète sur le plan physico-chimique avec la prise en compte de tous les phénomènes influant sur l'oxydation, mais il présente néanmoins quelques limitations. En effet l'aspect 1D de ce modèle ne permet d'étudier que des géométries simples, de plus il ne permet pas de modéliser la phase d'endommagement mécanique créée par la présence d'oxygène à la surface des fibres, ce qui peut réduire la durée de vie d'un matériau en provoquant une rupture prématurée des fibres. La dernière limitation de ce code réside dans l'hypothèse d'étalement de l'oxyde retenue, qui ne permet pas de modéliser des cas où l'oxyde est visqueux et ne s'étale pas intégralement dans la fissure, comme c'est le cas pour les basses températures.

4.2 Etude de la durée de vie d'un matériau à l'aide d'un modèle mécano-chimique

Afin de pouvoir estimer la durée de vie d'un matériau composite, un modèle numérique a été mis en place par [Cluzel 06] et [Baranger 06] permettant de représenter les phénomènes physico-chimiques intervenant lors d'une sollicitation mécanique d'un composite céramique au cours du temps. Les aspects mécanique et physico-chimique sont détaillés dans les sections suivantes.

4.2.1 Modélisation mécanique

Afin de modéliser la durée de vie d'un matériau composite il est nécessaire dans un premier temps de prendre en compte l'endommagement du matériau. Le modèle 3D à l'échelle macroscopique de [Cluzel 06, Baranger 06] permet de décrire les deux principaux points que sont :

- la description mécanique de l'endommagement et de son effet sur les propriétés du matériau, et
- l'évolution temporelle de cet endommagement.

La modélisation à l'échelle microscopique suppose que l'usure est localisée à l'interface fibre/matrice, au niveau de l'interface de pyrocarbone. Le modèle mis en place permet de définir un indicateur d'ouverture des fissures transverses. Ces ouvertures jouent un rôle important dans la modélisation de la durée de vie du composite, qui est régie par la dégradation des fibres par l'oxygène pénétrant dans les fissures. Ce phénomène est toutefois limité par la cicatrization de la matrice, dont la modélisation est détaillée dans le paragraphe suivant.

4.2.2 Modélisation physico-chimique

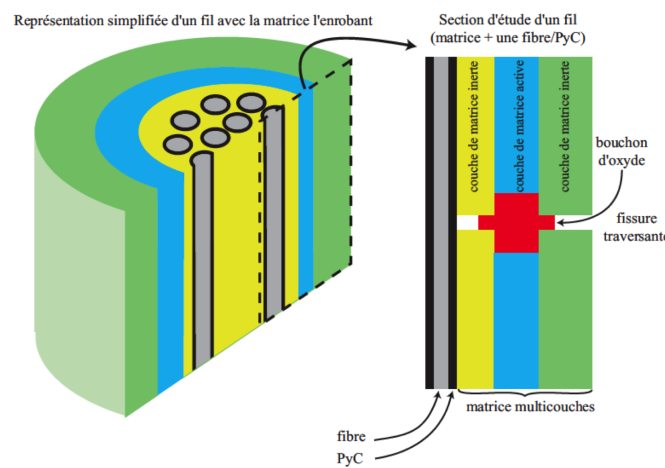


Figure I.27 – Représentation d'un composite pour le modèle de [Letombe 02]

La modélisation de la partie physico-chimique repose sur une description microscopique des différents mécanismes basée sur une représentation simplifiée de la structure du matériau proposée par les figures I.27 et I.28. Cette représentation filaire (0D) du composite permet d'identifier les nœuds importants pour le processus d'oxydation/cicatrization du matériau.

Ce modèle est assimilé à un circuit électrique équivalent afin de permettre sa résolution, en faisant correspondre les différentes variables et lois :

Variables	Equivalent électrique
Loi de Fick	Loi d'Ohm
ϕ_{O_2}	I
ΔC_{O_2}	U
$\frac{D_{O_2}}{L}$	$\frac{1}{R}$

Ce modèle 0D permet d'avoir une première modélisation satisfaisante de la durée de vie d'un matériau, et il est le seul à prendre en compte à la fois l'aspect physico-chimique et l'aspect mécanique du problème. La présence d'un couplage mécano-chimique dans ce modèle représente un véritable apport permettant de pouvoir simuler le comportement du matériau et de prévoir sa durée de vie. Cependant si son aspect 0D permet d'avoir une approche assez simple du

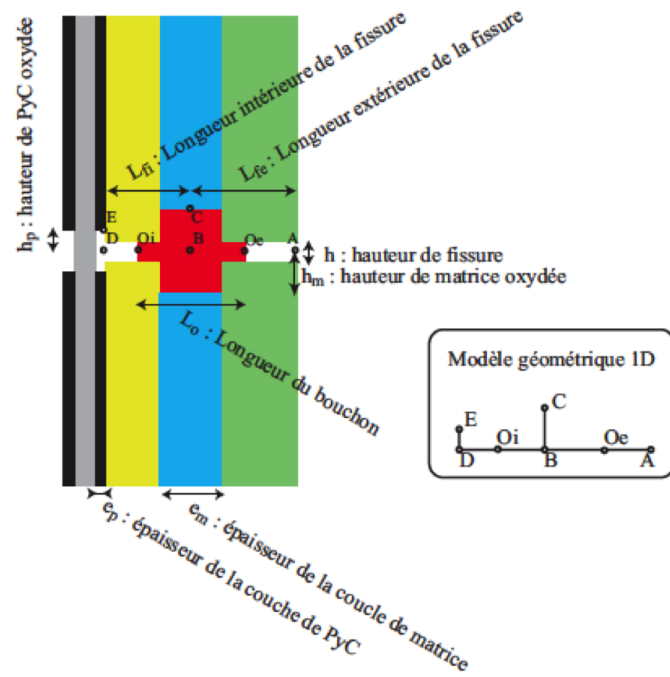


Figure I.28 – Modélisation simplifiée de la géométrie du matériau

problème il ne permet pas d'être aussi complet sur le plan physico-chimique que le modèle de [Rebillat 04a], ni de prendre en compte l'écoulement réel de l'oxyde dans la fissure.

De plus ces deux modèles ne permettent pas de traiter d'aspect statistique sur l'évolution des variables, par exemple, l'impact de la distribution spatiale des fibres au sein du matériau sur le comportement de la diffusion d'oxygène ne peut être étudiée avec ces codes.

5. Conclusion et définition des objectifs

Les matériaux CMCs à matrice auto-cicatrisante sont appelés à des utilisations de longues durées pouvant atteindre 10 ans, et ce dans des conditions extrêmes. Pour de tels cas des tests expérimentaux ne peuvent à eux seuls permettre le développement et l'étude de ces matériaux. Dans ce contexte la modélisation de ces matériaux et de leurs conditions d'utilisation s'avère nécessaire afin de pouvoir étudier le comportement de ces matériaux sur de longues durées et dans des conditions pouvant être difficiles à reproduire en laboratoire.

Afin de pouvoir transposer les résultats connus à d'autres situations intéressantes, il est nécessaire de développer une modélisation fiable basée sur une compréhension et une quantification de l'ensemble des phénomènes physico-chimiques présents. Il apparaît alors nécessaire de développer une modélisation couplée multi-physique (en tenant compte de l'aspect mécanique, de l'oxydation des constituants et de l'écoulement du verre).

Une modélisation de l'endommagement mécanique à l'échelle des fibres est nécessaire pour l'évaluation de la durée de vie d'un mini-composite car la ruine finale du matériau est provoquée par la rupture des fibres. Cette modélisation de l'endommagement des fibres devra ensuite être intégrée à l'échelle du composite afin d'en déduire un endommagement macroscopique conduisant à la ruine du matériau.

Des travaux antérieurs permettent déjà de modéliser ces phénomènes, mais ils présentent certaines limitations dans la description de la géométrie du matériau (son architecture). Afin de remédier à ce problème il est proposé de construire une modélisation 2D basée image qui permettra une approche de type "matériau virtuel" du problème.

Cette modélisation doit permettre une meilleure compréhension des couplages et de l'effet de l'architecture sur le comportement des matériaux. Elle doit également être capable de prévoir la durée de vie d'un matériau dans diverses situations, et devenir un outil de conception, en faisant varier les paramètres du modèle afin de l'adapter au cas souhaité.

Afin de parvenir à ce résultat, il est nécessaire de développer un modèle basé image offrant un couplage entre les aspects mécaniques et chimiques, et incluant une modélisation de l'écoulement de l'oxyde dans la fissure lors de la phase de cicatrisation d'un mini composite. Enfin ce modèle devra être validé et exploité afin d'en déduire des informations pouvant être reprises à une échelle supérieure.

Les chapitres suivants vont donc décrire : les choix de modélisation, l'implémentation numérique et la validation, puis des cas de résolution qui seront discutés.

Description du problème

Résumé

Ce chapitre est consacré à la description des différents phénomènes physico-chimiques et mécaniques intervenant dans le cas étudié. Dans ce chapitre, la modélisation de la durée de vie d'un fil sera décrite par les phénomènes intervenant dans les phases d'endommagement, de cicatrisation et de protection. La description de ces phénomènes sera orientée vers l'obtention d'une formulation permettant de mettre en place la modélisation de ces différentes phases.

Sommaire

1 Présentation des choix effectués	33
1.1 Type de matériau et de conditions étudiés	33
1.2 Origine et configuration de la fissuration du matériau	34
1.3 Lois et phénomènes pris en compte	35
1.4 Couplage, histoire du matériau, durée de vie	43
2 Stratégie de gestion des domaines de calcul	44
2.1 Création du matériau virtuel	44
2.2 Traitement de la fissure	45
2.3 Définition du domaine de résolution pour la cicatrisation	46
2.4 Choix retenus pour le couplage	48

1. Présentation des choix effectués

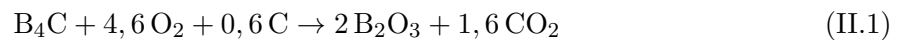
1.1 Type de matériau et de conditions étudiés

Un "matériau modèle" a été créé afin de permettre la modélisation de l'ensemble des phénomènes intéressants, tout en restant suffisamment simple. Le choix s'est porté sur un morceau de fil uni-directionnel ou "mini-composite" traversé par une fissure unique.

Ce matériau choisi est composé de fibres SiC Nicalon recouvertes d'une interphase protectrice de pyrocarbone ainsi que d'une matrice multicouche alternant des couches de SiC et de B_xC (figure II.1). L'étude de matériaux contenant des couches de type Si-B-C est également envisagée, mais dans un premier temps, seul le B_xC composera les couches oxydables du matériau.

Les fibres de SiC possèdent une contrainte à la rupture élevée comme indiqué dans le tableau [I.2] du chapitre 1, et ont pour but d'assurer la résistance mécanique du matériau lorsqu'il est soumis à une contrainte. La couche de pyrocarbone entourant les fibres a quant à elle un rôle de déviation des fissures pouvant apparaître dans le matériau.

La matrice multicouche est composée d'une alternance de couches de SiC et de B_xC déposées par une méthode CVI. La présence du carbure de bore dans la matrice va conférer au matériau un aspect cicatrisant en utilisant sa capacité à réagir au contact de l'oxygène, et ce dès 450 °C. L'oxygène pénètre dans le matériau lors de la fissuration matricielle de celui-ci. Durant la phase d'oxydation du matériau, le carbure de bore va réagir avec l'oxygène présent dans la fissure et former du B_2O_3 en accord avec la réaction (II.1).



Cette réaction étant fortement expansive, le B_2O_3 formé va progressivement venir fermer la fissure, et ainsi ralentir la diffusion de l'oxygène dans la fissure. Cette réaction d'oxydation est observable dès 450 °C. Le carbure de silicium est quant à lui inerte pour des températures aussi basses.

Lorsque la température est suffisamment élevée, le silicium commence également à réagir avec l'oxygène pour former SiO_2 . L'utilisation d'une matrice contenant à la fois du silicium et du bore permet alors d'obtenir un verre de type B_2O_3/SiO_2 dont la composition va venir influencer sur la protection des fibres.

De plus, pour de telles températures, le B_2O_3 peut être soumis à un phénomène de volatilisation en présence d'eau dans l'atmosphère. Dans ce cas, une partie de l'oxyde créé va être dissous et la protection du matériau va s'en trouver diminuée. La présence dans ce cas de silice va permettre de limiter l'impact de cette perte de masse, comme le montre la figure I.22 du chapitre précédent.

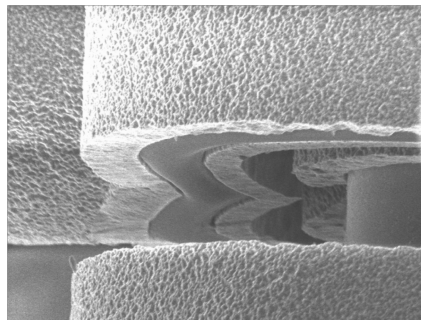


Figure II.1 – Vue des différents constituants d'un matériau auto-cicatrisant $SiC_f/C/SiC/B_xC/SiC/Si-B-C/SiC$ au niveau d'une fissure [Martin 03]

1.2 Origine et configuration de la fissuration du matériau

1.2.1 Type(s) de contrainte(s) mécanique(s) retenu(s), apparition de fissures

Le travail présenté par la suite porte sur l'étude d'un morceau de mini-composite, plus précisément d'un ou plusieurs fils contenant quelques dizaines de fibres. L'endommagement de ce fil est créé lors d'une traction dans la direction des fibres, faisant apparaître une fissuration orthogonale aux fibres. Lors de cette fissuration, seule la matrice est rompue, et toute la charge se trouve reportée sur les fibres. Une décohésion fibre/matrice apparaît lors de la rupture de la matrice qui n'est plus soumise à un effort mécanique. La longueur de la décohésion de la matrice autour des fibres permet de définir la zone où la fibre va se trouver exposée à l'oxygène. Cette déviation de la fissuration est assurée par l'interphase de pyrocarbone entourant les fibres [Pailler 03].

L'ensemble de l'étude sera effectué pour un déplacement constant dans le temps, la contrainte appliquée au matériau évoluant donc pour s'adapter à la baisse de module élastique.

Afin de permettre une grande variété de scénarii possibles pour l'étude de la fissuration du matériau et de son oxydation, il a été choisi de rester dans le domaine des petites déformations, ce qui permet d'étudier des cas d'ouverture/refermeture d'une fissure, soit de manière séquentielle, soit de manière cyclique.

La décohésion apparaissant autour des fibres lors de la fissuration du matériau est le résultat de la déviation de la fissure par l'interphase. En effet l'interphase a pour but de dévier les fissures afin d'empêcher la fissuration des fibres, mais cette interphase se trouve alors fissurée dans la direction des fibres comme le montre la figure I.5 au chapitre précédent. Cette fissuration entraîne alors un décollement entre la fibre et la matrice l'entourant, créant ainsi une zone où seule la fibre supporte la contrainte mécanique imposée au matériau

1.2.2 Choix retenu : fissures transverses aux fibres

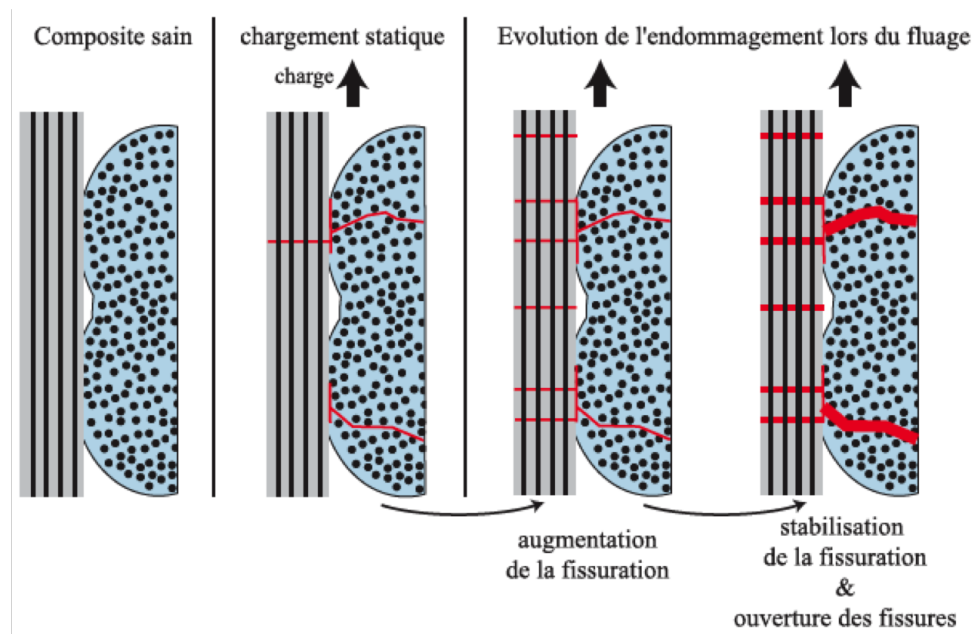


Figure II.2 – Schématisation de la fissuration d'un fil longitudinal et d'un fil transversal à la direction du chargement à σ constant [Letombe 02]

Lorsqu'il est soumis à une contrainte mécanique importante, le matériau composite va commencer à se fissurer, comme représenté sur la figure II.2. Les fissures apparaissent dans le matériau en fonction de la contrainte imposée et vont traverser les couches de matrice du matériau ;

les fibres, protégées par une interphase de pyrocarbone déviateur, ne sont pas cassées dans le cas d'une contrainte suffisamment faible.

Afin de modéliser la cicatrisation d'un tel matériau, il a été choisi de ne considérer dans un premier temps que les fissures apparaissant dans les fils orientés dans le sens du chargement, ce choix étant motivé par le fait que la ruine d'un matériau est causée par la rupture des fibres en traction longitudinale. L'étude porte donc sur des fils longitudinaux où vont apparaître des fissures transverses à la direction des fibres. La modélisation sera axée sur une portion d'un fil centré sur une fissure, ce qui est représenté par la figure II.3.

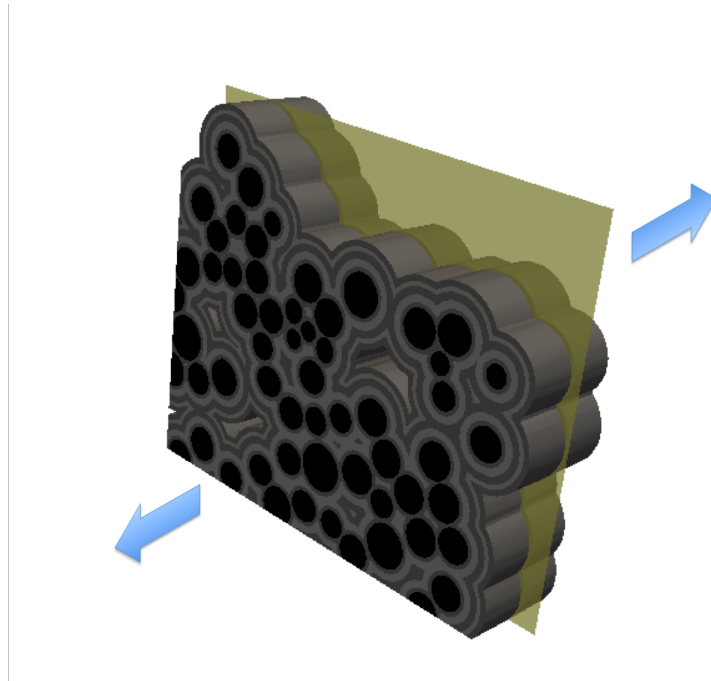


Figure II.3 – Portion de fil représentant le domaine étudié centré autour d'une fissure (représentée par le plan)

Le fait de travailler en 2D en se basant sur des images va permettre de prendre en compte la distribution des différents constituants au sein du matériau.

1.3 Lois et phénomènes pris en compte

1.3.1 Mécanique du solide : rupture des fibres

Afin de pouvoir représenter la dégradation des fibres au cours du temps, l'approche basée sur la présence d'un défaut au sein d'une fibre qui a été développée dans [Ladevèze 10] sera ici étendue.

Ce modèle introduit une loi de Weibull permettant de traiter la rupture des fibres de manière probabiliste. Cette approche peut être adaptée afin de représenter la rupture non plus d'une fibre, mais d'un groupe de fibres en considérant que la rupture d'une fibre, toujours déterminée par la loi de Weibull décrite par l'équation (I.4), entraîne une redistribution de la charge globale sur les fibres restantes, augmentant ainsi leur contrainte. Une fois l'équilibre atteint, on dispose des champs de hauteurs de fissures permettant d'aborder le phénomène de cicatrisation, l'altération des fibres par l'oxygène sera détaillée dans la suite du chapitre.

1.3.2 La cicatrisation

Afin de modéliser la cicatrisation d'une fissure, il est nécessaire dans un premier temps de récapituler les différents phénomènes physico-chimiques ayant lieu lors de cette phase de

cicatrisation pour ensuite pouvoir les intégrer à la modélisation globale.

La cicatrisation intervient au niveau d'une fissure transverse à la direction des fibres comme le montre la figure II.4.

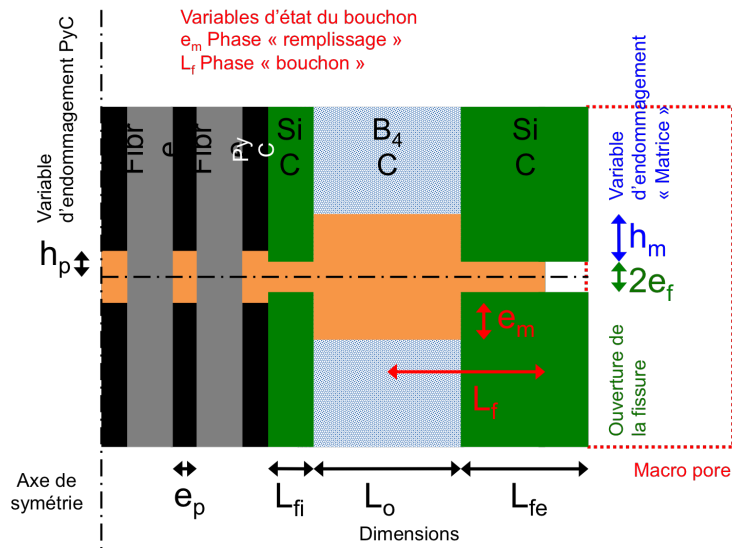


Figure II.4 – Représentation schématique de la structure du matériau considéré

Dans cette étude, les macro pores présents dans le domaine sont considérés comme des sources d'oxygène similaires au domaine extérieur. Cette hypothèse se justifie par le fait qu'au niveau d'un mini composite, les pores sont assimilables à des réservoirs d'oxygène d'une taille suffisamment importante pour assurer un approvisionnement continu en oxygène.

Les grandeurs considérées lors du calcul d'oxydation peuvent être représentées comme des hauteurs suivant la direction des fibres, comme représenté sur la figure II.4. Afin de simplifier les calculs, la fissure est considérée comme symétrique et l'étude peut se limiter à une seule des surfaces de cette fissure. Les hauteurs définies ci-après correspondent aux distances jusqu'à la ligne de symétrie de la fissure, par exemple la hauteur locale de la fissure est égale à $2e_f$.

Diffusion des espèces gazeuses dans la fissure

La diffusion de l'oxygène dans la fissure est assurée par les zones en contact avec l'extérieur du domaine, considérées comme des sources riches en oxygène. Du fait de la présence d'un bouchon de B_2O_3 , il est possible de distinguer deux régimes de diffusion pour l'oxygène : le premier étant la diffusion dans un milieu gazeux, le second concernant la diffusion dans un milieu liquide. Pour chacun de ces états, la diffusion de l'oxygène peut être représentée par une loi de Fick en régime établi, faisant intervenir deux coefficients de diffusion distincts selon que la diffusion ait lieu dans le gaz (II.2) et (II.3) ou dans le liquide (II.4).

$$\vec{j}_{gH_2O} = -D_{H_2O}^g \nabla C_{H_2O} \quad (II.2)$$

$$\vec{j}_{gO_2} = -D_{O_2}^g \nabla C_{O_2} \quad (II.3)$$

$$\vec{j}_l = -D_{O_2}^l \nabla C_{O_2} \quad (II.4)$$

La figure II.5 met en avant la différence d'ordre de grandeur entre les coefficients de diffusion de l'oxygène dans l'air et dans le B_2O_3 . Le coefficient de diffusion dans l'oxyde étant très faible devant celui dans le gaz, la progression de l'oxygène dans la fissure va être considérablement ralentie lors de la formation d'un bouchon d'oxyde. Les coefficients de diffusion ont été calculés en utilisant l'équation de Chapman-Enskog utilisée par [Dréan 10] pour la diffusion dans le gaz, et la relation de Stokes-Einstein pour la diffusion dans le liquide.

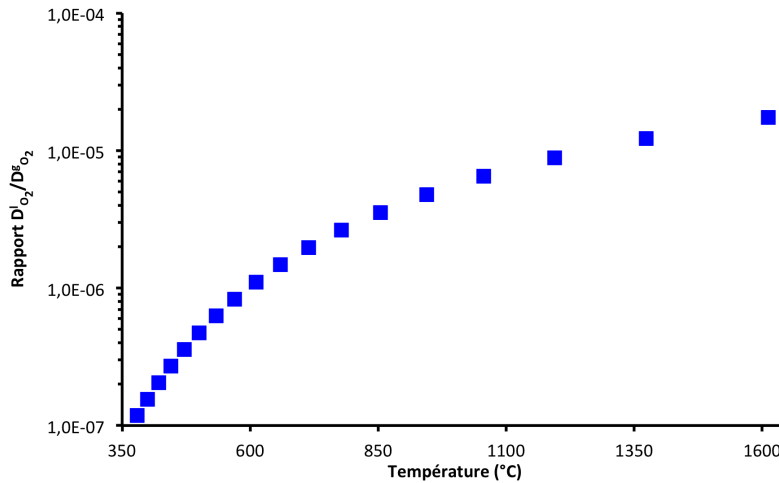


Figure II.5 – Evolution du rapport entre les coefficients de diffusion de l'oxygène dans le B_2O_3 et dans O_2 en fonction de la température

Comme le montre la figure II.6, le ralentissement de la diffusion de l'oxygène par le liquide entraîne la protection du matériau, l'oxygène étant responsable de la dégradation des fibres. En se plaçant à une échelle de temps suffisamment petite, la progression de l'oxygène peut être considérée comme stoppée par le liquide, alors que pour des temps plus importants, la diffusion de l'oxygène devient visible.

Cette figure montre la forte croissance de la quantité cumulée d'oxygène pour les premières minutes de l'oxydation, lorsque le bouchon n'est pas encore formé ; ensuite, la stagnation observée correspond au temps pendant lequel l'oxygène effectue sa traversée du bouchon.

La dernière partie de la courbe montre une nouvelle croissance de la quantité d'oxygène dans la fissure, mais sur une échelle de temps beaucoup plus lente, du fait de la difficulté de la traversée de la couche liquide (représentée par le rapport très faible entre les coefficients de diffusion liquide et gazeux).

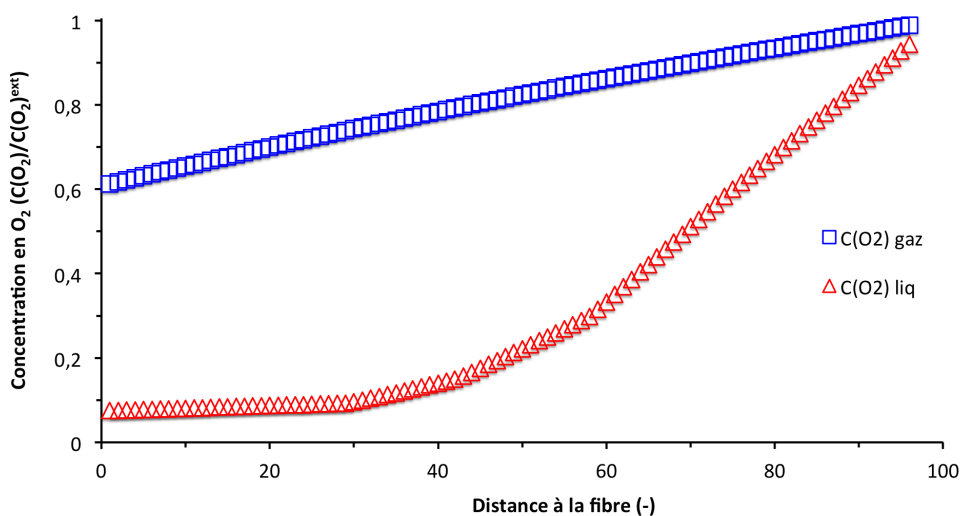


Figure II.6 – Quantité d'oxygène présent dans la fissure, initialement remplie de gaz (bleu) puis lorsque l'oxyde a totalement bouché la zone considérée (rouge) - (à titre de schéma, valeurs arbitraires)

La hauteur de gaz disponible dans la fissure étant également une variable de l'équation de

diffusion de l'oxygène, il faut tenir compte dans cette équation d'un terme de volatilisation de B_2O_3 en présence de vapeur d'eau dans la fissure, qui tend à augmenter cette hauteur.

Le gaz présent dans la fissure est composé de deux éléments avec d'une part l'oxygène permettant la formation de l'oxyde et d'autre part la vapeur d'eau entraînant sa volatilisation. L'apparition d'un bouchon dans la fissure et la protection contre l'oxydation des fibres sont donc contrôlées par la compétition entre ces deux phénomènes, à savoir les cinétiques de formation et de volatilisation du B_2O_3 .

En effet, si le gaz initialement présent dans la fissure contient de l'oxygène et de la vapeur d'eau dans des proportions définies par le choix de l'environnement, ces deux espèces vont ensuite être consommées lors de la phase de cicatrisation du matériau, et l'évolution de chacune de ces grandeurs doit être prise en compte dans la description de la phase de cicatrisation. Comme pour l'oxygène, l'évolution de la vapeur d'eau peut être représentée par une équation de diffusion où l'extérieur du matériau peut être considéré comme une source pour H_2O , qui va être consommée dans les zones recouvertes de B_2O_3 .

Dans une première approche, les coefficients de diffusion de l'oxygène et de la vapeur d'eau sont considérés comme similaires, ce qui permet d'avoir les mêmes cinétiques de diffusion dans le gaz que celle décrite par l'équation (II.3).

$$\vec{j}_{gH_2O} = -\mathcal{D}_{H_2O}^g \nabla C_{H_2O} \quad (\text{II.2})$$

$$\vec{j}_{gO_2} = -\mathcal{D}_{O_2}^g \nabla C_{O_2} \quad (\text{II.3})$$

Oxydation du PyC

L'ajout d'une couche de pyrocarbone autour des fibres est intéressant d'un point de vue mécanique car il permet la déviation des fissures, mais sur le plan chimique, la présence de carbone dans la fissure entraîne une forte consommation d'oxygène localisée aux contours des fibres décrite par le bilan (II.5).



Avec $k_f = f(h_p, \mathcal{D}_{O_2}^g)$ une constante de réaction qui sera détaillée au chapitre suivant.

La cinétique de cette réaction peut être décrite par l'évolution de la hauteur de pyrocarbone consommée au cours du temps, hauteur notée h_p , et exprimée en fonction du volume molaire du pyrocarbone V_{pyc}^m , du coefficient de diffusion de l'oxygène dans le gaz $\mathcal{D}_{O_2}^g$ ainsi que de la concentration en oxygène C_{O_2} au niveau de la couche de pyrocarbone. Cette expression est donnée par la relation (II.6).

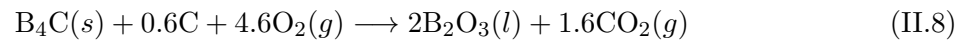
$$\frac{\partial h_p}{\partial t} = V_{pyc}^m k_f \mathcal{D}_{O_2}^g C_{O_2} \quad (\text{II.6})$$

Oxydation du B_4C

Afin de comprendre le phénomène de bouchage de la fissure, il est nécessaire de s'intéresser à la réaction de formation du B_2O_3 (II.8) et aux volumes molaires des espèces présentes. En effet, si la formation de B_2O_3 consomme du B_4C et entraîne un recul de sa surface, le volume de B_2O_3 créé par la réaction est plus important que celui lié à la récession de B_4C . Cette particularité de la réaction entre B_4C et O_2 justifie le choix de l'introduction d'un composé boré dans la composition de la matrice du matériau, l'expansion volumique ayant lieu lors de la réaction pouvant permettre de boucher la fissure.

Dans la plage de températures choisie pour cette étude [Quémard 07] : [400°C – 700°C] les couches matricielles de carbure de bore sont considérées comme étant les seules chimiquement

réactives, les couches de SiC étant quant à elles considérées comme inertes à ces températures. L'interphase de pyrocarbone est également consommée lors du processus. Il est donc possible de représenter ces réactions par les équations bilan (II.7) et (II.8) suivantes :



La réaction de formation du B_2O_3 permet la formation d'un bouchon grâce à une expansion volumique. Ces réactions montrent que les processus chimiques d'oxydation d'un matériau composite génèrent du dioxyde de carbone, dont la diffusion dans la fissure vers l'extérieur sera négligée par la suite. En effet les flux d'oxygène vers l'intérieur de la fissure et celui du CO_2 vers l'extérieur, les deux phénomènes limitant de cette réaction, sont identiques, mais en sens contraire, la détermination du flux de CO_2 n'est donc pas nécessaire.

Bien que la réaction de formation de B_2O_3 permette de boucher la fissure, l'apparition du bouchon ne représente pas le phénomène limitant la réaction. Lors de l'apparition de la fissure, il est considéré que l'oxygène pénètre dans la fissure, ce qui permet d'observer une consommation initiale de l'oxygène dans l'ensemble de la fissure, alors que par la suite, seules les zones extérieures au domaine pourront permettre de remplir la fissure d'oxygène. En effet, si l'oxygène est présent dans la fissure à l'instant initial, il est ensuite rapidement consommé par la réaction (II.7), puis plus lentement par (II.8). La poursuite de ces réactions dans la fissure est donc dépendante de la quantité d'oxygène parvenant jusqu'aux zones chimiquement actives. Lorsque le bouchon est formé, les réactions chimiques sont donc contrôlées par la diffusion de l'oxygène à travers le bouchon, ce qui en fait le mécanisme limitant des deux réactions.

De plus, la réaction de formation de l'oxyde est elle même limitée par la diffusion de l'oxygène à travers le verre liquide. En effet comme la réaction entre l'oxygène et le carbure de bore consomme du B_4C pour créer du B_2O_3 , la zone réactive de la matrice va se trouver recouverte d'une épaisseur de B_2O_3 qui va diminuer l'apport d'oxygène de la réaction comme l'illustre la figure II.7

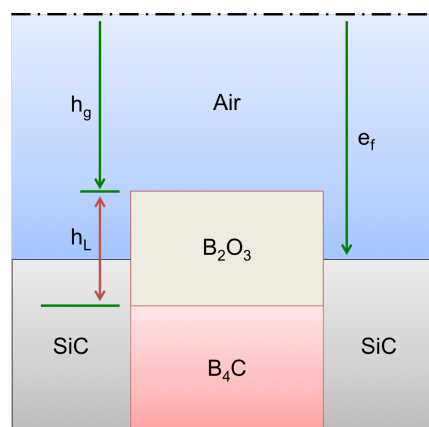


Figure II.7 – Illustration du recouvrement de la couche de B_4C par un film d'oxyde venant freiner la réaction entre l'oxygène et B_4C

La cinétique de la réaction entre B_4C et O_2 doit donc tenir compte de la hauteur d'oxyde se trouvant au dessus de la couche de B_4C dont la consommation au cours de la réaction entraîne un recul de surface, garantissant ainsi la présence d'une couche liquide entre l'oxygène et le carbure de bore. Afin d'établir la cinétique de cette réaction, il faut également considérer la concentration en oxygène (C_{O_2}) au dessus de la couche de liquide, le volume molaire du liquide formé ($V_{\text{B}_2\text{O}_3}^m$), et le coefficient de diffusion ($\mathcal{D}_{\text{O}_2}^l$) de l'oxygène dans le B_2O_3 . Avec ces paramètres, l'évolution de la quantité d'oxyde créée au cours du temps peut être décrite par l'équation (II.9)

$$\frac{\partial h_l}{\partial t} = 2 V_{\text{B}_2\text{O}_3}^m k_l \mathcal{D}_{\text{O}_2}^l C_{\text{O}_2} \quad (\text{II.9})$$

Etant donné que la surface de B_4C recule au cours du temps à cause de la réaction (II.8), la connaissance de la hauteur de B_2O_3 formée ne permet pas d'avoir une information sur le bouchage de la fissure. Une seconde hauteur notée h_g est donc définie comme la distance entre la surface du fluide et la ligne de symétrie de la fissure. Elle caractérise la hauteur d'oxygène localement présent dans la fissure, et le bouchage de la fissure peut être défini comme les zones pour lesquelles cette hauteur est nulle.

Volatilisation du B_4C

La formation du B_2O_3 peut être dissociée en deux comportements distincts selon la présence ou non de vapeur d'eau dans la composition de l'atmosphère. Dans le cas d'une atmosphère sèche, l'évolution du B_2O_3 est soumise aux mécanismes décrits dans la section précédente, tout comme sa cinétique de formation.

En revanche dans le cas d'une atmosphère humide, une réaction de vaporisation du B_2O_3 par la vapeur d'eau apparaît dès une température de $600\text{ }^\circ\text{C}$ [Wery 07]. Cette réaction, décrite par l'équation (II.10) montre qu'en présence d'eau une partie de l'oxyde formé va s'évaporer dans le gaz. Cette évaporation va retarder la fermeture de la fissure par le B_2O_3 comme le montre la figure II.8.

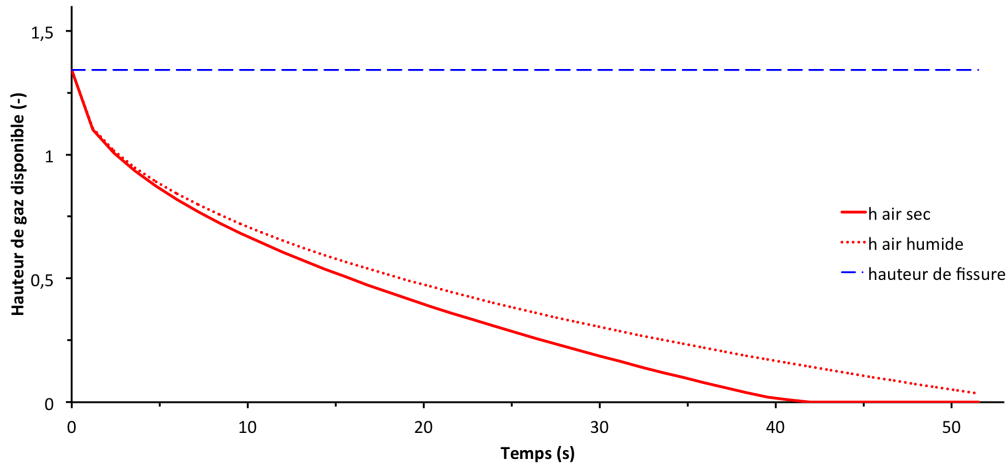
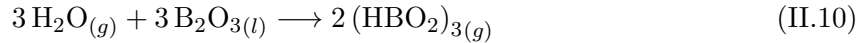


Figure II.8 – Comparaison de l'évolution de la hauteur de gaz disponible au cours du temps avec et sans eau ($T = 700\text{ }^\circ\text{C}$, fraction d'oxygène : 21%, fraction d'eau dans le cas d'une atmosphère humide : 7%)

Ce processus ayant un impact non négligeable sur la cinétique de formation du bouchon, sa modélisation doit être intégrée dans le code de calcul d'oxydation. La cinétique de la réaction est donnée par [Garitte 07] pour des températures entre $700\text{ }^\circ\text{C}$ et $900\text{ }^\circ\text{C}$ et décrite par l'équation (II.11) en fonction de la température et de la fraction de vapeur d'eau présente dans l'atmosphère.

$$J_{\text{H}_2\text{O}}(\text{mg}/\text{cm}^2 \cdot \text{h}) = 0,0035 \exp\left(-\frac{35000}{RT}\right) P(\text{H}_2\text{O})^{1,2} \quad (\text{II.11})$$

Cette cinétique peut également être donnée en $[\text{mol}/\text{m}^2/\text{s}]$ en faisant apparaître la concentration en vapeur d'eau. La partie de cette cinétique dépendant uniquement de la température sera notée $k_v(T)$ par la suite afin de permettre d'explicitier la concentration dans les équations à venir.

$$J_{\text{H}_2\text{O}}(\text{mol}/\text{m}^2/\text{s}) = k_v(T)C_{\text{H}_2\text{O}}^{1,2} \quad (\text{II.12})$$

Il devient donc possible de réécrire les équations de variation des hauteurs de B_2O_3 et de gaz (II.9) en prenant en compte cet effet de volatilisation. La vaporisation de B_2O_3 se traduit dans l'équation (II.13) par l'ajout d'un terme lié à la cinétique d'évaporation définie par l'équation (II.11).

$$\frac{\partial h_l}{\partial t} = \left(\frac{\partial h_l}{\partial t} \right)_{\text{air sec}} - V_{\text{B}_2\text{O}_3}^m k_v(T)C_{\text{H}_2\text{O}}^{1,2} \quad (\text{II.13})$$

Si la présence de vapeur d'eau doit être prise en compte pour l'étude de la cicatrisation du matériau, il faut alors également étudier la diffusion de cette vapeur dans la fissure, car le gaz présent dans la fissure est désormais composé d'oxygène et de vapeur d'eau.

1.3.3 Mécanique des fluides : Etalement de l'oxyde dans la fissure

Les couches de B_4C de la matrice permettent la formation de B_2O_3 liquide qui vient boucher la fissure et ainsi protéger le matériau en offrant une barrière à la diffusion de l'oxygène, grâce aux propriétés physico-chimiques du verre créé. Cependant la formation du bouchon et donc la protection du matériau peuvent dépendre de la façon dont le verre s'écoule.

En effet lorsque l'oxyde se forme, il va s'étaler, ce qui peut avoir une influence sur le temps nécessaire au bouchage d'une fissure selon sa viscosité de deux manières antagonistes. D'une part, l'étalement de l'oxyde sur les autres couches de matrice entraîne une diminution de la hauteur du bouchon, comme le montre la figure II.9, augmentant ainsi le temps nécessaire pour boucher la fissure. A contrario, la diminution de la hauteur du bouchon au dessus de la couche de B_4C va permettre un meilleur apport d'oxygène au niveau du carbure de bore et ainsi augmenter la cinétique décrite par l'équation (II.9).

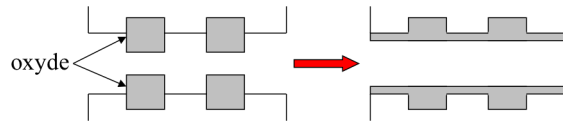


Figure II.9 – Exemple d'étalement de l'oxyde dans la fissure lors de sa formation [Rebillat 04b]

Ces effets sont évidemment dépendants de la capacité du verre à s'étaler sur les couches de matrice voisines, faisant apparaître deux paramètres à prendre en compte lors de la modélisation de cet étalement qui sont :

- la viscosité du B_2O_3 à la température choisie, et
- la mouillabilité de B_2O_3 sur les couches de SiC et de B_4C qui constituent la matrice du matériau.

La viscosité de l'oxyde de bore est fortement dépendant de la température comme le montre la figure II.10 reprenant la synthèse effectuée par [Pittoni 12].

1.3.4 Mécano-chimie : Dégradation des fibres par l'oxygène

La dégradation d'une fibre étant due à la présence d'un défaut et à sa croissance au cours du temps sous l'effet de l'oxygène entourant la fibre, représenté par la figure II.11, un modèle ([Ladevèze 10]) de propagation sous-critique du défaut a été mis en place, faisant apparaître la quantité d'oxygène décrite par l'équation (II.14) dans une loi de Paris décrivant la vitesse de progression du défaut noté $a(t)$ (II.15). Les paramètres ν_0 et n de cette loi doivent être déterminés par une approche expérimentale. Le facteur d'intensité des contraintes K pour un défaut de taille a et une contrainte appliquée à la fibre σ est donné par l'équation (II.16).

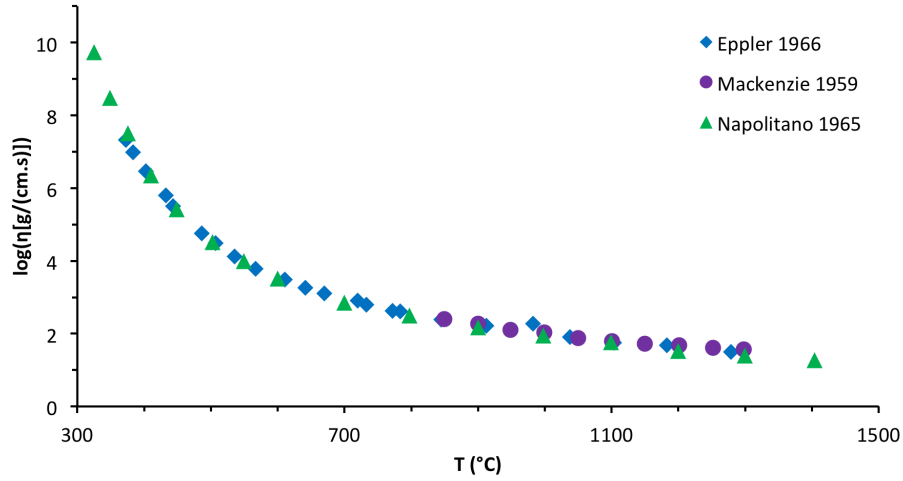


Figure II.10 – Synthèse sur l'évolution de la viscosité du B_2O_3 en fonction de la température, [Pittoni 12]

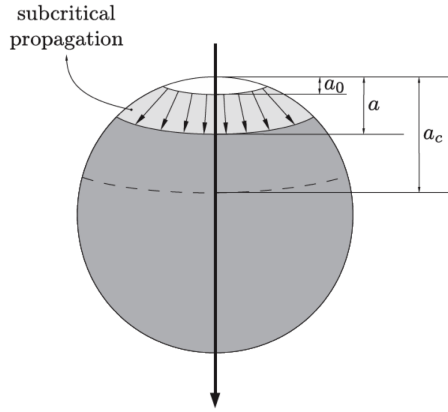


Figure II.11 – Propagation du défaut dans une fibre [Ladevèze 10]

$$\phi_0 = kC_{O_2} = k_0 \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right)C_{O_2} \quad (\text{II.14})$$

$$\frac{da}{dt} = \nu_0 K^n \quad (\text{II.15})$$

$$K = \sigma Y \sqrt{a} \quad \text{avec } Y = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \quad (\text{II.16})$$

Où $k = k_0 \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right)$ est une constante cinétique de dégradation de la fibre par l'oxygène La formulation de la loi de Paris prenant en compte la quantité d'oxygène présente est représentée par l'équation (II.17)

$$\dot{a}(t) = \frac{\phi_0}{\lambda^{1/n} K_c^{1/n}} K^{1/n} \quad (\text{II.17})$$

A partir de cette équation il est possible d'écrire le problème sous une forme différentielle afin de permettre sa résolution, le système décrit par (II.18) au chapitre précédent est rappelé ici :

$$\begin{cases} a(t=0) = a_0(\sigma_R) \\ \dot{a}(t) = \frac{kC_{O_2}}{\lambda^{1/n}K_c^{1/n}}\sigma^{1/n}Y^{1/n}\sqrt{a(t)}^{1/n} & \forall t \\ a(t=t_R) = a_c(\sigma) \end{cases} \quad (\text{II.18})$$

Afin de pouvoir appliquer ce modèle au cas étudié ici, il est nécessaire de tenir compte de l'évolution de la quantité d'oxygène au cours du temps et des variations de la contrainte appliquée aux fibres.

1.4 Couplage, histoire du matériau, durée de vie

La cicatrisation de la fissure va permettre de ralentir la progression de l'oxygène, et ainsi freiner la dégradation des fibres. Cependant, sur des temps suffisamment longs, l'oxygène va abaisser les propriétés mécaniques des fibres comme cela est décrit dans le paragraphe précédent. Le maintien d'une contrainte de chargement sur les fibres couplé à leur affaiblissement va entraîner un phénomène de rupture des fibres.

Lorsqu'une fibre est ainsi rompue, cela peut se répercuter sur l'ensemble du fil. En effet, la fibre ne supportant plus le chargement imposé, les fibres voisines vont alors subir une contrainte plus élevée, ce qui peut entraîner leur rupture. Il est alors possible de constater la rupture de tout un groupe de fibres au sein du fil.

Dans ce cas, toute une partie du fil n'est plus maintenue, et la hauteur de fissure locale peut alors augmenter sous l'effet du chargement imposé. Cette augmentation de la hauteur de fissure va causer une réouverture partielle des zones que l'oxyde avait scellé. Ce faisant, l'oxygène sera alors libre de pénétrer à nouveau dans cette partie de la fissure, et pourra alors dégrader les fibres avoisinantes plus rapidement.

Les modèles de calcul de durée de vie existants déterminent la limite du matériau en considérant que la rupture de la première fibre entraîne celle de tout le fil. Dans le cas présent, grâce à une modélisation en 3D de l'endommagement d'un fil et à l'aspect 2D du calcul d'oxydation, il est possible d'étudier l'impact de la rupture d'une fibre sur le comportement global du matériau, et ainsi établir un scénario de ruine du fil en poursuivant l'étude jusqu'à la rupture de la dernière fibre.

2. Stratégie de gestion des domaines de calcul

Dans cette partie nous allons détailler les différentes étapes envisagées pour la modélisation, en commençant par la création du domaine de calcul.

2.1 Création du matériau virtuel

2.1.1 Création des fibres et ajout de la matrice

La création d'un matériau virtuel est effectuée en plusieurs étapes. Deux méthodes peuvent être utilisées pour la création des fibres : en utilisant l'image d'un matériau réel, le centre et le diamètre des fibres sont déterminés et utilisés pour la création du matériau virtuel. L'autre méthode consiste à déterminer le nombre de fibres par unité de surface, ainsi que la distribution des diamètres des fibres. Dans ce cas le matériau virtuel est construit en respectant ces valeurs, tout en permettant une certaine liberté dans le placement des fibres afin d'obtenir une géométrie particulière, en créant par exemple des conditions de périodicité sur certains bords (figure II.12(a)). Ensuite, une couche de SiC est ajoutée autour de ces fibres (figure II.12(b)), puis une couche de B_2O_3 dont l'épaisseur peut être différente selon son emplacement (figure II.12(c)), afin de représenter au mieux le cas d'un matériau réel. La dernière étape est l'ajout de la dernière couche de SiC à la surface du matériau, et comme à l'étape précédente, il est possible de faire varier l'épaisseur de cette couche pour obtenir un revêtement plus important à l'extérieur du fil (figure II.12(d)).

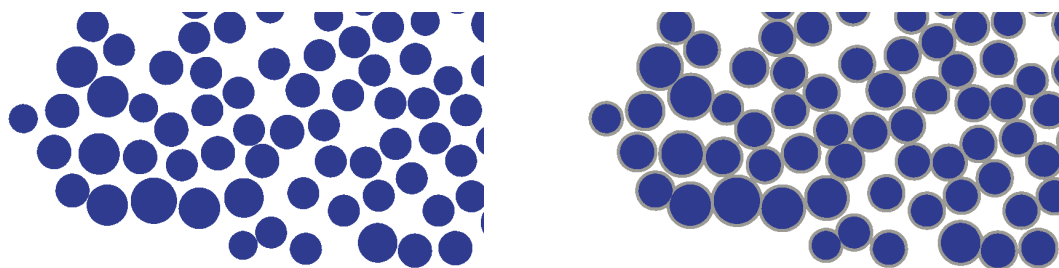
Le maillage ainsi généré peut ensuite être extrudé afin d'obtenir le domaine de calcul nécessaire à la modélisation de l'endommagement et de la durée de vie.

Le domaine d'étude du phénomène de cicatrisation est composé d'un maillage 2D de la fissure apparaissant lors du calcul d'endommagement du matériau, et dans lequel sont définis les différents constituants du matériau. Chaque constituant, défini dans le modèle par un indicateur de phase est représenté dans le maillage par un identifiant unique attribué aux nœuds ou aux mailles selon le type d'information à afficher. Comme le montre la figure II.13, les maillages peuvent représenter différentes configurations allant d'un morceau de fil contenant quelques dizaines de fibres à un mini composite beaucoup plus grand, afin de pouvoir étudier l'influence de chaque type de géométrie sur l'oxydation du matériau et sur la dégradation des fibres causée par l'oxygène pénétrant dans la fissure.

Les bords des maillages sont séparés en deux catégories : *a)* les zones en contact avec l'extérieur du matériau ou avec des macro pores du matériau, *b)* les zones en contact avec le reste du matériau. Cette description des bords est nécessaire lors du calcul de la diffusion de l'oxygène dans la fissure pour identifier les sources d'oxygène alimentant la fissure.

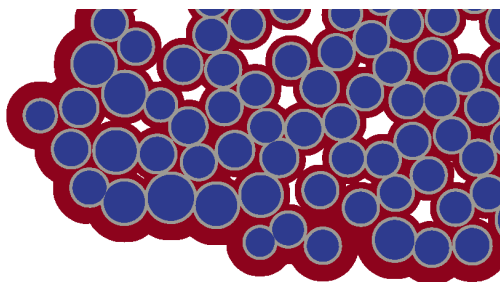
2.1.2 Extrusion du maillage suivant la direction des fibres

La dernière partie dans la construction du matériau virtuel concerne l'extrusion du maillage 2D créé précédemment. Cette extrusion est effectuée dans la direction des fibres et permet d'obtenir un fil ou un morceau de fil sur lequel les calculs d'endommagement vont pouvoir être effectués. La figure II.14 permet d'observer le matériau ainsi créé.

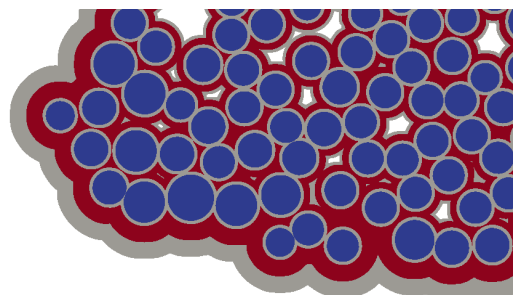


(a) Génération des fibres

(b) Ajout d'une couche de matrice inerte autour des fibres



(c) Ajout de la couche de matrice réactive, d'épaisseur variable



(d) Ajout de la seconde couche de SiC

Figure II.12 – Détail des différentes étapes dans la génération d'un matériau virtuel

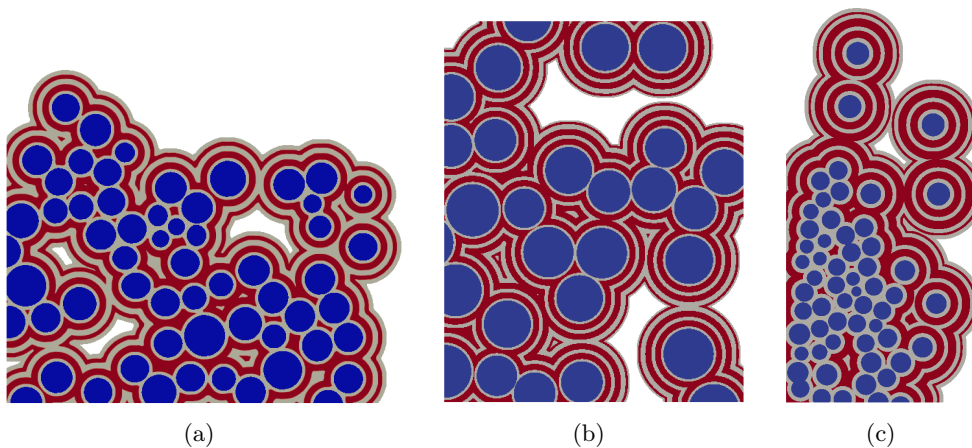


Figure II.13 – Différentes configurations de maillage étudiées

2.2 Traitement de la fissure

2.2.1 Insertion de la fissure à l'instant initial

Afin de pouvoir modéliser le comportement mécanique du matériau soumis à une contrainte, il est nécessaire d'introduire une fissure à l'instant initial.

Pour représenter une portion de fil centré sur une fissure celle-ci est introduite dans le plan milieu du matériau et orthogonale à la direction des fibres comme le montre la figure II.15 et donc du chargement. Afin de rester en accord avec le comportement réel du matériau, seule la matrice est fissurée, ce qui est traduit numériquement par un remaillage de la zone où la fissure est insérée afin de séparer les deux bords de la fissure.

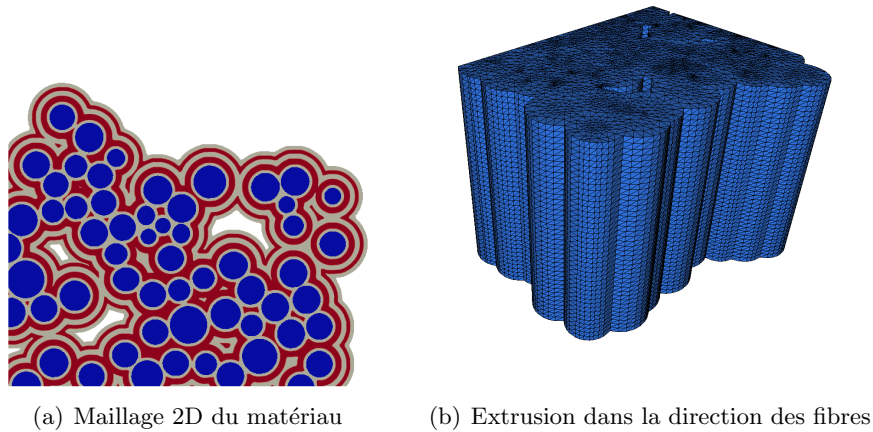


Figure II.14 – Génération du matériau virtuel

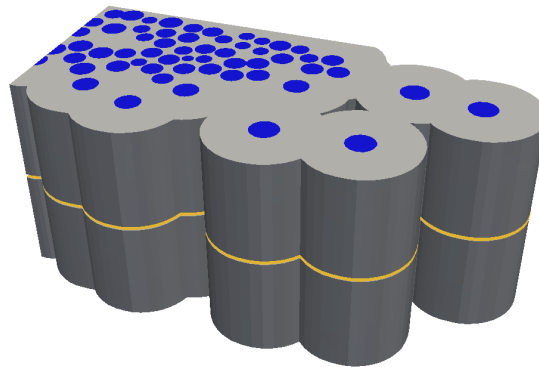


Figure II.15 – Insertion de la fissure matricielle dans le matériau virtuel

2.2.2 Etat de la fissure après chargement mécanique

Une fois la fissure insérée dans le matériau virtuel, une contrainte mécanique de traction est lui est appliquée dans la direction des fibres. Ce chargement va alors provoquer l'ouverture de la fissure et va également déterminer la contrainte supportée par chaque fibre du fil considéré.

La hauteur de la fissure est déterminée en chaque point du maillage par le champ de déplacement des nœuds du maillage de chaque face de la fissure. Ce champ de hauteurs de fissure est alors récupéré afin de servir lors du calcul de cicatrisation de la fissure pour déterminer le bouchage de la fissure.

2.3 Définition du domaine de résolution pour la cicatrisation

2.3.1 Utilisation du maillage 2D initial pour représenter une face de la fissure

La phase de cicatrisation est effectuée sur un domaine 2D représentant une face de la fissure. Afin de mieux visualiser l'aspect de la fissure, une représentation de la partie inférieure du matériau est montrée dans la figure II.16. La fissure est ici mise en avant par la représentation des différentes couches de matrice autour des fibres.

La surface de la fissure peut alors être assimilée au maillage 2D utilisé lors de la création du

matériau virtuel où la hauteur de fissure récupérée précédemment est utilisée pour déterminer la hauteur de chaque nœud du maillage, permettant ainsi d'obtenir un maillage suivant la forme de la fissure.

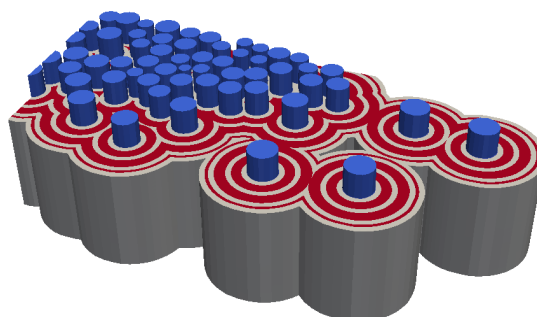


Figure II.16 – Vue en coupe du matériau lorsque la fissure est ouverte, avec détail de la composition de la matrice

2.3.2 Identification des différentes zones du maillage 2D

Afin de pouvoir modéliser la phase de cicatrisation de la fissure créée dans le matériau, il est nécessaire d'identifier correctement l'ensemble des constituants le composant, chacun d'eux ayant un rôle spécifique dans ce processus.

Les fibres de SiC sont considérées comme des zones inertes à travers lesquelles toute diffusion d'espèces gazeuses est impossible. Elles seront donc considérées comme des obstacles infranchissables dans les calculs de diffusion d'oxygène et de vapeur d'eau, ainsi que pour l'étalement du liquide. Chaque fibre doit être identifiée individuellement afin de pouvoir calculer la quantité d'oxygène atteignant sa surface, entraînant ainsi sa ruine.

La couche de pyrocarbone protégeant les fibres est représenté dans le maillage par une condition aux bords sur les nœuds et les arêtes constituant le contour des fibres. En effet, devant la faible épaisseur de cette couche par rapport aux autres constituants et afin de ne pas alourdir davantage le maillage, l'épaisseur de cette couche n'est considérée que comme un paramètre externe au maillage qu'il sera possible de faire varier, contrairement aux diamètres des fibres qui sont déterminés par le maillage.

Les couches de matrice sont les derniers éléments à identifier. Seule la connaissance du type de couche est nécessaire aux calculs, un indicateur binaire inerte/réactif suffira pour différencier ces phases où l'oxyde sera formé (pour les couches réactives) et celles où il ne fera que s'étaler (couches inertes). Un indicateur de zone bouchée/non bouchée est créé dans le code de calcul, mais son traitement diffère de ceux présentés ici de par son évolution au cours du temps.

2.3.3 Prise en compte de la hauteur de la fissure

La dernière étape à prendre en compte avant de pouvoir passer à la modélisation proprement dite, consiste à extraire le champ de hauteurs de la fissure du code d'endommagement. La connaissance de cette variable en chaque nœud du maillage permettra de déterminer la quantité d'oxygène pouvant pénétrer dans la fissure, ainsi que celle d'oxyde nécessaire à son bouchage. Selon la distribution de cette hauteur de fissure, plusieurs scénarii de cicatrisation pourront apparaître.

La récupération de cette variable s'effectue en sortie du code d'endommagement à partir du champ de déplacement des faces de la fissure calculés, et est ensuite stockée dans un fichier qui sera lu en même temps que le maillage dans le code d'oxydation.

2.4 Choix retenus pour le couplage

2.4.1 Identification de chaque fibre pour déterminer leur détérioration

Afin de permettre le couplage entre les codes d'oxydation et d'endommagement mécanique, il est nécessaire de déterminer la détérioration des fibres causée par l'oxygène au cours du temps. Comme précisé précédemment, chaque fibre doit pouvoir être identifiée afin de calculer la quantité d'oxygène qu'elle a vue au cours du temps. La connaissance de cette donnée permettra ensuite de calculer la dégradation des propriétés mécaniques des fibres et de déterminer leur rupture.

2.4.2 Rupture de fibres et modification de la nature de la zone

Le calcul de la dégradation d'une fibre constitue une étape de transition lors du passage entre le code d'oxydation et celui d'endommagement. Ce calcul permet de déterminer les propriétés de chaque fibre à l'instant considéré, puis de comparer ces valeurs avec les contraintes mécaniques supportées par les fibres en sortie du code d'endommagement.

Si la dégradation de certaines fibres affaiblit suffisamment leurs propriétés, celles-ci vont alors rompre. Dans ce cas, il faut déterminer la nouvelle hauteur de fissure dans la zone touchée par cette rupture, et prendre en compte le fait que les fibres cassées ne représentent plus un obstacle à la diffusion de l'oxygène, ni à l'étalement de l'oxyde. Ces fibres seront alors considérées comme des zones inertes du matériau, au même titre que les couches inertes de la matrice.

2.4.3 Calcul de la nouvelle hauteur de fissure et bouclage avec la chimie

La nouvelle hauteur de fissure et le changement de classification des fibres cassées sont donc les paramètres à prendre en compte lors de la seconde phase du couplage : le passage du code d'endommagement à celui d'oxydation. Une fois ces nouveaux paramètres intégrés au code d'oxydation, celui-ci est relancé afin d'observer l'effet de cette rupture sur la diffusion d'oxygène dans la fissure, et la répartition de l'oxyde dans de nouvelles zones voire le rebouchage de la fissure à certains endroits si la rupture d'une ou plusieurs fibres a entraîné une réouverture de la fissure due à un phénomène de relaxation des zones précédemment soumise à une contrainte mécanique importante

Modélisation mathématique et implémentation numérique de la cicatrisation

Résumé

Ce chapitre a pour but de décrire l'ensemble des modèles utilisés lors de la conception de cette modélisation, dans laquelle apparaissent trois phases distinctes. La phase de cicatrisation du matériau représente une part importante du phénomène car elle décrit l'évolution des entités chimiques en présence. Elle est suivie d'une phase de protection au cours de laquelle l'oxydation est très ralentie par la présence d'oxyde dans la fissure. L'étalement de cet oxyde dans la fissure doit être représenté afin de pouvoir étudier l'influence de la géométrie sur l'oxydation des fibres.

Sommaire

1 Mode de fonctionnement global	51
2 Modélisation de la diffusion d'oxygène et de vapeur d'eau à travers la fissure	53
2.1 Choix des phénomènes et hypothèses pour la physico-chimie	53
2.2 Bilan d'oxygène	54
2.3 Cas d'une atmosphère humide : bilan de H ₂ O	54
2.4 Forme finale des équations	55
2.5 Résolution numérique, validation	56
3 Modélisation de l'évolution des phases condensées	61
3.1 Equations pour l'évolution des hauteurs	61
3.2 Formulation numérique	63
3.3 Validation de l'algorithme	66
4 Gestion de l'étalement de l'oxyde	68
4.1 Création d'un modèle basé sur les équations de Saint Venant	68
4.2 Ecoulement de l'oxyde visqueux	68
4.3 Validation	73
5 Enchaînement des étapes, description de l'algorithme	75
6 Résultats du code de cicatrisation	76
6.1 Comparaison avec le modèle 1D de [Rebillat 04b] : influence de l'étalement de l'oxyde	76
6.2 Evolution de la cicatrisation d'une fissure dans un fil au cours du temps : effets 2D	78

6.3 Modélisation des premiers instants de la cicatrisation [Vignoles 12]	83
6.4 Mise en évidence des éléments ajoutés au modèle	84
6.5 Conclusion	89

1. Mode de fonctionnement global

L'objectif méthodologique de cette thèse est la création d'un outil permettant de calculer la durée de vie d'un mini composite à matrice céramique auto cicatrisante soumis à une contrainte mécanique entraînant sa fissuration et l'oxydation des fibres qui le composent, précipitant sa ruine. La solution développée ici s'appuie sur le couplage de deux codes de calculs gérant chacun des aspects distincts du problème. La figure III.1 montre ces deux codes : CODA pour la partie endommagement mécanique du matériau et COCA pour la modélisation des phénomènes physico-chimiques. Afin d'obtenir un outil fonctionnel, ces deux codes ont dû être adaptés pour prendre en compte les informations fournies en sortie de l'autre code, ce qui est représenté par les flèches sur la figure III.1, et qui déterminent également le sens du couplage entre les codes.

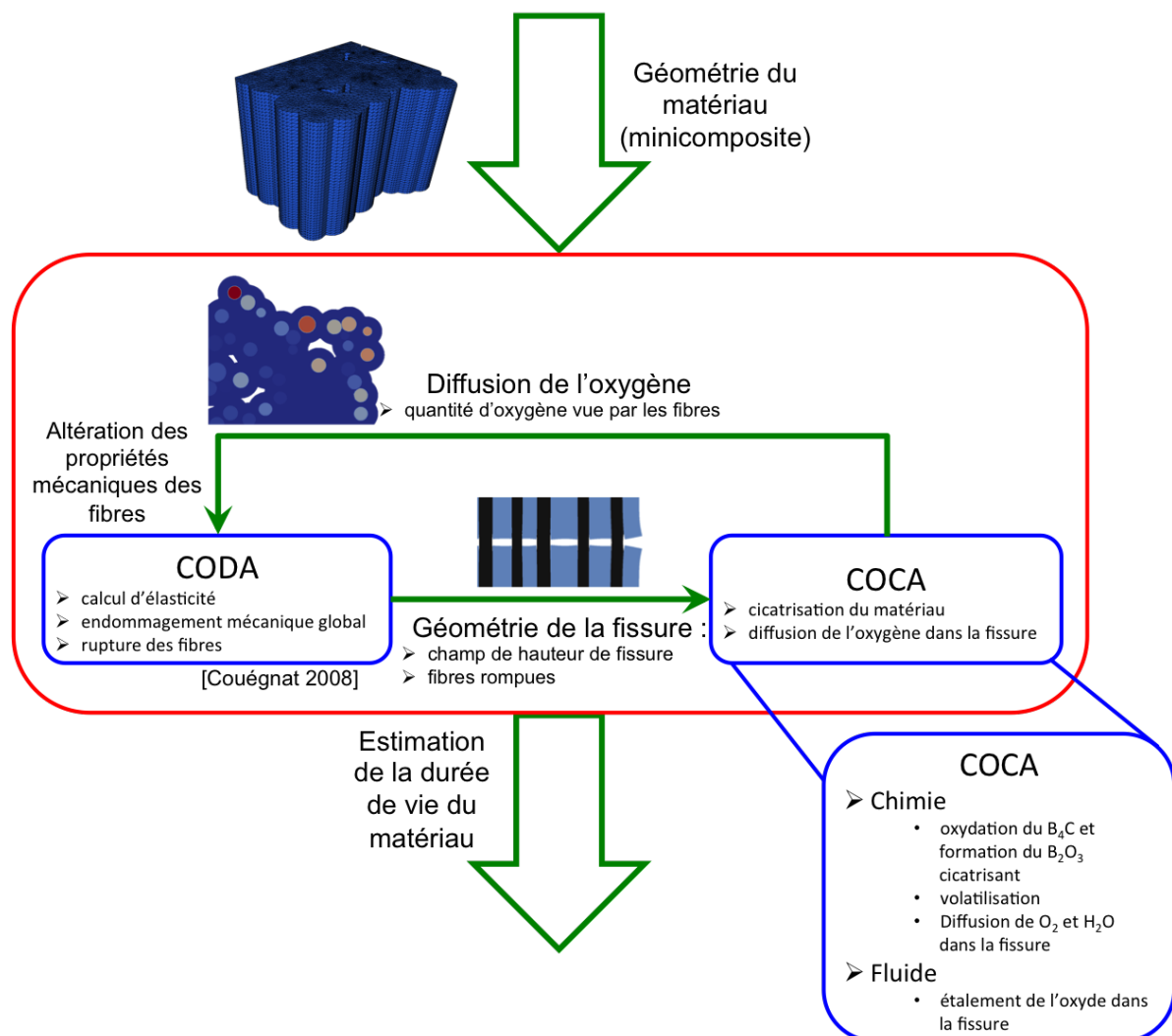


Figure III.1 – Représentation schématique du couplage entre les codes CODA et COCA

Le code d'endommagement CODA développé par [Couégnat 08] possède une bibliothèque de fonctions permettant de l'adapter à différentes applications. Cet outil a donc pu servir à gérer l'intégration des paramètres d'entrée et de sortie afin d'assurer une compatibilité entre les deux codes de calcul.

Dans ce travail, la partie principale a concerné le développement du code COCA initié par [Dréan 10] permettant de modéliser la phase de cicatrisation du matériau. La modélisation initiale de formation de l'oxyde dans la fissure a été complétée afin de prendre en compte un nombre plus important de phénomènes physico-chimiques.

Les ajouts effectués au code initial durant cette thèse permettent désormais la prise en compte de :

- une hauteur de fissure variable (champ de hauteur extrait de CODA)
- l'étalement de l'oxyde dans la fissure
- la présence éventuelle de vapeur d'eau dans l'atmosphère
- la diffusion de l'oxygène et de la vapeur d'eau sur des temps longs

Ce chapitre va présenter l'implémentation numérique de ces différents phénomènes dans le code COCA tel que décrit dans la figure III.2, ainsi que la mise en place du couplage avec le code d'endommagement mécanique dont le principe sera également rappelé.

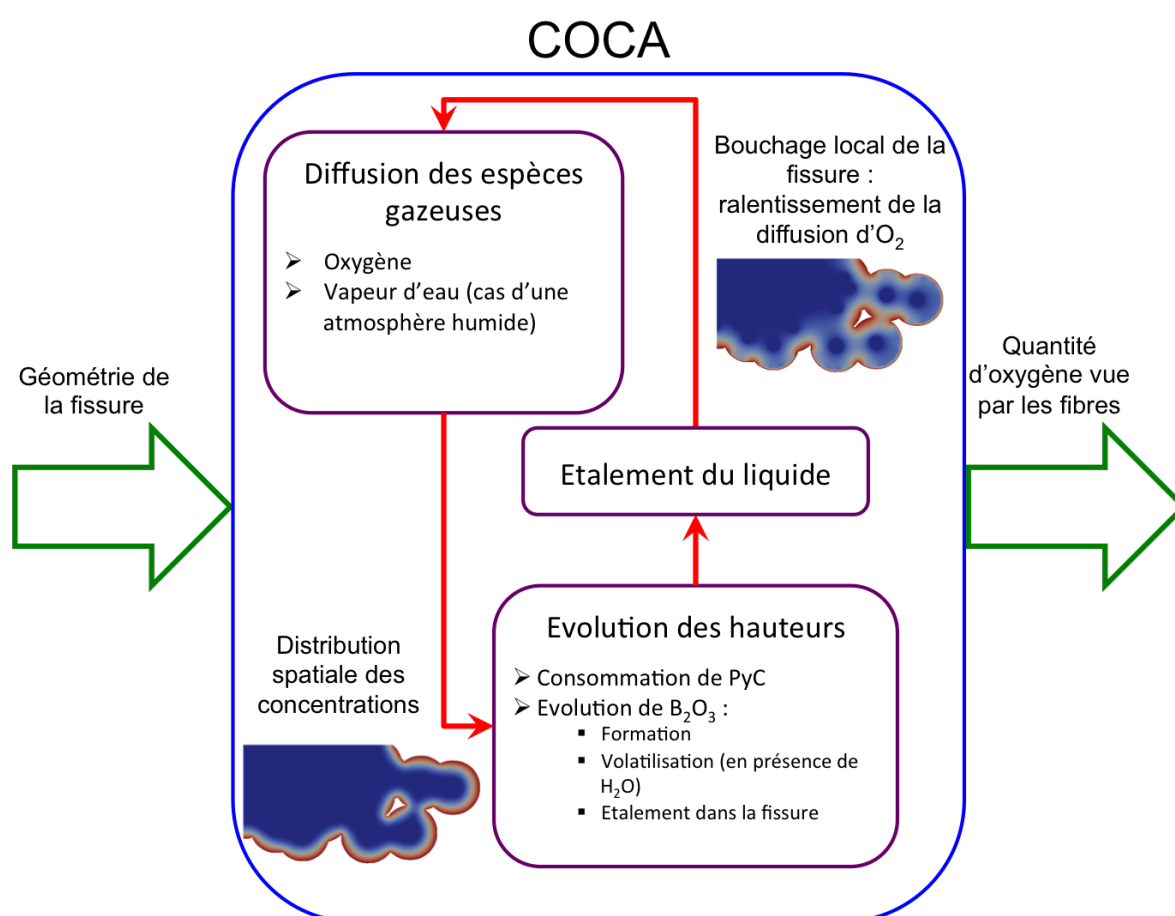


Figure III.2 – Schématisation du fonctionnement du code COCA et de ses fonctionnalités

Nous allons étudier d'abord séparément chacun des 2 sous modèles de COCA, en présentant les équations constituant le modèle puis en décrivant leur implémentation numérique, et ensuite en donnant une validation par rapport à des cas dont on connaît la solution.

Nous examinerons ensuite une comparaison du code COCA dans son ensemble par rapport à un cas déjà traité dans la littérature, ainsi que quelques résultats obtenus sur des matériaux virtuels.

2. Modélisation de la diffusion d'oxygène et de vapeur d'eau à travers la fissure

L'oxydation des couches réactives du matériau ainsi que la dégradation des fibres sont causées par la présence d'oxygène dans la fissure. Une modélisation de la diffusion de l'oxygène et de son évolution au cours du temps est donc une étape essentielle à la réalisation d'un modèle de cicatrisation de fissure. L'équation de diffusion de l'oxygène va donc être développée puis mise sous une formulation numérique afin de permettre son implémentation dans le code de calcul.

2.1 Choix des phénomènes et hypothèses pour la physico-chimie

Les différents domaines de résolution considérés sont représentés sur la figure III.3.

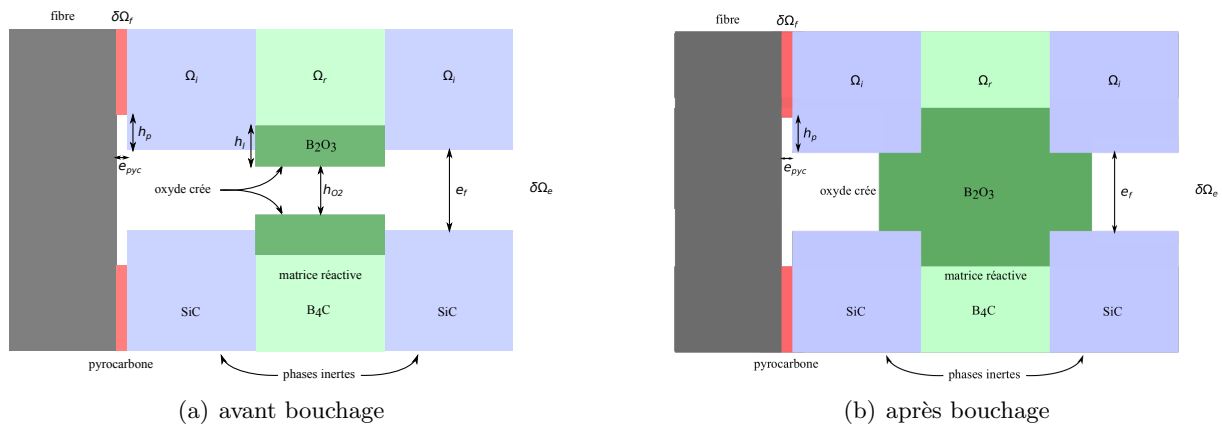


Figure III.3 – Représentation schématique des grandeurs et domaines considérés lors de la phase de cicatrisation/oxydation

Afin de faciliter l'écriture des équations, chaque domaine est représenté par un indicateur de phase ϕ défini par la relation :

$$\phi_X = \begin{cases} 1 & \text{dans le domaine } \Omega_X \\ 0 & \text{ailleurs} \end{cases} \quad (\text{III.1})$$

Les indicateurs sont donc : ϕ_r pour le domaine réactif Ω_r du maillage, ϕ_i pour le domaine inerte Ω_i , et ϕ_f pour les fibres. Le dernier indicateur permet de caractériser la couche de pyrocarbone $\delta\Omega_f$ et est noté ϕ_{Pyc} .

A ces indicateurs vient s'ajouter ϕ_l décrivant le bouchage de la fissure, qui va évoluer au cours du temps en fonction de l'étalement de l'oxyde.

Afin de modéliser fidèlement la diffusion d'oxygène dans la fissure au cours du temps, il est essentiel de tenir compte des différents phénomènes physico-chimiques intervenant lors des phases de cicatrisation et de protection, et dont l'apparition est liée aux conditions environnementales. Ces derniers ont été présentés au chapitre précédent. Dans le modèle proposé, la température sera choisie dans une plage comprise entre 400°C et 700°C.

2.2 Bilan d'oxygène

Afin de déterminer les équations mathématiques décrivant la cicatrisation de la fissure, les grandeurs devant être calculées sont d'abord identifiées.

Le premier phénomène à modéliser est la diffusion de l'oxygène dans la fissure, car c'est la concentration en O_2 qui va contrôler la croissance de l'oxyde et la dégradation du matériau. Son évolution est donnée par le bilan de masse d'oxygène (III.2) qui fait apparaître $h_g(x, y)$ la hauteur disponible pour l'oxygène en un point (x, y) du domaine Ω . L'obtention de cette formulation est donnée en annexe, et est possible en considérant la variation de la concentration sous forme de la somme d'une valeur moyenne et d'un terme d'ordre ε , ε étant défini comme petit paramètre. L'équation est ensuite moyennée pour finalement pouvoir être écrite sous la forme :

$$\partial_t (h_g C_{O_2}) - \nabla \cdot (\mathcal{D}_{O_2} h_g \nabla C_{O_2}) = h_g S_{O_2} \quad (\text{III.2})$$

Le coefficient de diffusion \mathcal{D}_{O_2} est également fonction de l'espace, selon la phase considérée (liquide ou gazeuse repérée par ϕ_l). L'équation de diffusion de l'oxygène (III.2) possède un terme source noté S_{O_2} qui représente la consommation d'oxygène par les couches de matrice B_xC lors leur réaction d'oxydation en B_2O_3 : ce terme n'est actif que sur les couches réactives de la matrice représentées par l'indicateur de phase ϕ_r .

Le terme S_{O_2} de l'équation (III.2) déterminant la consommation d'oxygène par les couches de B_4C de la matrice représentées par l'indicateur de phases ϕ_r , il est possible de l'explicitier par la relation suivante :

$$S_{O_2} = -\phi_r \frac{k_l}{4.6} C_{O_2} \quad (\text{III.3})$$

Où k_l est une constante de réaction définie par un modèle de Deal-Grove, dont l'expression sera donnée dans la section suivante.

Il faut rajouter à cette équation les conditions aux limites permettant un apport en oxygène dans les zones en contact avec l'extérieur du matériau et une consommation au niveau des couches de pyrocarbone entourant les fibres.

Les échanges avec les zones extérieures notées $\delta\Omega_e$ s'effectuent à travers une couche limite d'épaisseur δ avec une source d'air ambiant définie par $C_{O_2}^e$, et peuvent être représentés par une condition de Neumann, dans laquelle seul le gradient de concentration est défini :

$$-\mathcal{D}_{O_2} h_g \nabla C_{O_2} \cdot \vec{n} = h_g \frac{\mathcal{D}_{O_2}^g}{\delta} (C_{O_2} - C_{O_2}^e) \quad (\text{III.4})$$

La seconde condition s'applique aux couches de pyrocarbone $\delta\Omega_f$ protégeant les fibres, où l'oxygène est consommé par le carbone. Il en résulte une condition aux limites s'appliquant sur les contours des fibres (III.5) qui fait intervenir le rapport entre la hauteur de pyrocarbone consommée h_p et son épaisseur e_p , ainsi que k_f constante de réaction elle aussi liée à un modèle qui sera présenté plus loin.

$$\mathcal{D}_{O_2} h_g \nabla C_{O_2} \cdot \vec{n} = k_f C_{O_2} \quad (\text{III.5})$$

2.3 Cas d'une atmosphère humide : bilan de H_2O

L'équation développée dans la section précédente permet de décrire la diffusion de l'oxygène dans une fissure dans le cas où d'un seul élément oxydant. Or pour certaines applications, il est possible de se trouver en présence de vapeur d'eau venant s'ajouter à la composition de l'environnement dans lequel se trouve le matériau.

La présence d'eau dans la fissure va introduire un nouveau phénomène à prendre en compte dans la description de l'oxydation : une partie de l'oxyde de bore formé par l'oxydation du B_4C va se

volatiliser au contact de l'eau, et ainsi ralentir la formation du bouchon dans la fissure, comme le décrit la réaction (II.10). Afin de permettre de modéliser au mieux le phénomène d'oxydation, il est nécessaire de tenir compte de cette présence d'eau dans la fissure, régie par la cinétique décrite par l'équation (II.12) introduite au chapitre précédent et rappelée ici, et de la modéliser.

$$J_{\text{H}_2\text{O}}(\text{mol/m}^2/\text{s}) = k_v C_{\text{H}_2\text{O}}^{1,2} \quad (\text{II.12})$$

La quantité de vapeur d'eau présente dans la fissure est régie par une équation de diffusion semblable à celle écrite pour l'oxygène (III.2), en remplaçant les termes de consommation d'oxygène par ceux équivalents pour l'eau. Les conditions aux limites sur les contours des fibres n'auront plus cours, car seules les zones de B_2O_3 sont consommatrices de vapeur d'eau. Il est donc possible d'écrire ce système d'équations sous la forme suivante, en adaptant les conditions aux limites et le terme source $S_{\text{H}_2\text{O}}$ au cas de la consommation de l'oxyde par l'eau.

$$\begin{cases} \partial_t (h_g C_{\text{H}_2\text{O}}) - \nabla \cdot (\mathcal{D}_{\text{O}_2} h_g \nabla C_{\text{H}_2\text{O}}) = S_{\text{H}_2\text{O}} \\ S_{\text{H}_2\text{O}} = -k_v C_{\text{H}_2\text{O}}^{1,2} \end{cases} \quad (\text{III.6})$$

Cette équation de diffusion de la vapeur d'eau dans la fissure va permettre d'étudier la volatilisation du B_2O_3 formé dans la fissure en fonction de sa géométrie.

2.4 Forme finale des équations

Afin de permettre la résolution numérique des équations présentées précédemment, il est nécessaire de récapituler l'ensemble des équations et conditions aux limites à résoudre. Pour pouvoir modéliser n'importe quel cas de figure, les équations considérées seront celles tenant compte de la volatilisation de l'oxyde, dont l'activation pourra être déclenché par l'introduction d'un indicateur ξ_v valant 1 pour une atmosphère humide et 0 pour une atmosphère sèche. De même, afin de faciliter la résolution numérique des équations, des indicateurs de phase ϕ_X définis précédemment seront attribués à chaque terme des équations ne s'appliquant que dans des zones déterminées. Ainsi, la modélisation de la diffusion des espèces gazeuses dans la fissure peut être décrite par les équations suivantes :

$$\begin{cases} \partial_t (h_g C_{\text{O}_2}) - \nabla \cdot (\mathcal{D}_{\text{O}_2} h_g \nabla C_{\text{O}_2}) = -\phi_r h_g \frac{k_l}{4.6} C_{\text{O}_2} \\ \partial_t (h_g C_{\text{H}_2\text{O}}) - \nabla \cdot (\mathcal{D}_{\text{O}_2} h_g \nabla C_{\text{H}_2\text{O}}) = -\phi_{h_l} k_v C_{\text{H}_2\text{O}}^{1,2} \end{cases} \quad (\text{III.7})$$

Où \mathcal{D}_{O_2} représente le coefficient de diffusion de l'oxygène correspondant à la phase concernée : c'est à dire $\mathcal{D}_{\text{O}_2} = \mathcal{D}_{\text{O}_2}^g$ dans les zones non bouchées, et $\mathcal{D}_{\text{O}_2} = \mathcal{D}_{\text{O}_2}^l$ dans les zones où le bouchon est formé.

A ces équations s'ajoutent les conditions aux bords et les conditions initiales nécessaires à la résolution du problème. Ces conditions sont définies comme :

$$\begin{cases} C_{\text{O}_2}(t=0) = C_{\text{O}_2}^e \\ -\mathcal{D}_{\text{O}_2} h_g \nabla C_{\text{O}_2} \cdot \vec{n} = h_g \frac{\mathcal{D}_{\text{O}_2}}{\delta} (C_{\text{O}_2} - C_{\text{O}_2}^e) \quad \text{sur } \delta\Omega_e \\ \mathcal{D}_{\text{O}_2} h_g \nabla C_{\text{O}_2} \cdot \vec{n} = k_f C_{\text{O}_2} \quad \text{sur } \delta\Omega_f \\ C_{\text{H}_2\text{O}}(t=0) = C_{\text{H}_2\text{O}}^e \\ -\mathcal{D}_{\text{O}_2} h_g \nabla C_{\text{H}_2\text{O}} \cdot \vec{n} = h_g \frac{\mathcal{D}_{\text{O}_2}^g}{\delta} (C_{\text{H}_2\text{O}} - C_{\text{H}_2\text{O}}^e) \quad \text{sur } \delta\Omega_e \end{cases} \quad (\text{III.8})$$

Ainsi, les équations définies ci-dessus peuvent être résolues sur l'ensemble du domaine, les termes spécifiques à certaines régions étant inactifs hors de leurs domaines de définition.

Le terme ϕ_{h_l} est défini comme un indicateur de présence de B_2O_3 dans la fissure assurant que le terme de volatilisation de l'oxyde n'est actif que dans les zones où il y en a.

2.5 Résolution numérique, validation

La résolution des équations définies précédemment par le système (III.7) - (III.8) est effectuée sur un maillage non structuré tel que celui représenté par la figure III.4.

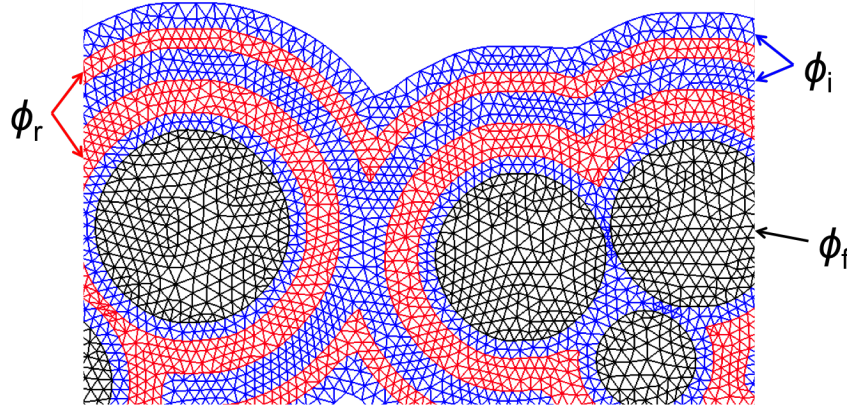


Figure III.4 – Visualisation du maillage de la fissure où sont représentées les zones inertes (bleu) et réactives (rouge) de la matrice ainsi que les fibres (noir)

La résolution de l'équation concernant la diffusion de l'oxygène et de la vapeur d'eau est résolue en utilisant une méthode par éléments finis sur des éléments triangulaires de degré 1 (P1). En particulier, on va noter par w_i les fonctions de base de Lagrange P1 classique [Ern 04]. On notera par T un triangle générique du maillage, par $|T|$ son aire, et par f ses faces. Dans chaque triangle T , on utilisera l'approximation discrète d'une grandeur u donnée par :

$$u = \sum_{j \in T} u_j w_j, \quad \forall (x, y) \in T \quad (\text{III.9})$$

Afin d'éviter d'alourdir la notation déjà chargée par des indicateurs liés à la physico-chimie, on a choisi de ne pas ajouter un indice pour noter le fait que u soit une variable discrète. On précisera explicitement dans le texte la nature discrète ou continue des variables lorsque cela sera nécessaire.

2.5.1 Formulation variationnelle

Les équations (III.7) avec les conditions aux bords (III.8) peuvent être écrites sous la forme générale :

$$\begin{aligned} \partial_t u + \nabla \cdot \vec{F}(u, \nabla u) &= S(u) \quad \text{dans } \Omega \\ \vec{F} \cdot \vec{n} &= \alpha(u - u_0) \quad \text{dans } \delta\Omega \end{aligned} \quad (\text{III.10})$$

Avec u_0 un état de référence donné.

La formulation variationnelle continue de ce problème consiste à chercher $u \in \mathcal{V}$ tel que pour tout $v \in \mathcal{V}$:

$$\iint_{\Omega} v \partial_t u d\Omega - \iint_{\Omega} \vec{F}(u, \nabla u) \cdot \nabla v d\Omega + \int_{\delta\Omega} v \alpha(u - u_0) d\gamma = \iint_{\Omega} S(u) v d\Omega \quad (\text{III.11})$$

\mathcal{V} étant l'espace classique des fonctions intégrables avec dérivée première intégrable.

En projetant cette équation sur l'espace discret défini par les fonctions de base w_i l'équation devient :

$$\iint_{\Omega} w_i \partial_t u d\Omega - \iint_{\Omega} \vec{F}(u, \nabla u) \cdot \nabla w_i d\Omega + \int_{\delta\Omega} w_i \alpha(u - u_0) d\gamma = \iint_{\Omega} S(u) w_i d\Omega \quad (\text{III.12})$$

Où maintenant u note l'approximation éléments finis introduite dans le paragraphe précédent. En évaluant les intégrales avec la formule des trapèzes, on arrive à la formulation discrète suivante :

$$\mathbf{M} \frac{d[u]}{dt} + \mathbf{K}_\kappa[u] + \mathbf{A}_\alpha^{\delta\Omega}[u] = \mathbf{M}[S] + \mathbf{A}_\alpha^{\delta\Omega}[u_0] \quad (\text{III.13})$$

Avec $[\bullet]$ le vecteur des valeurs aux nœuds de l'expression \bullet , et avec les matrices \mathbf{M} , \mathbf{K}_κ et $\mathbf{A}_\alpha^{\delta\Omega}$ définies par :

$$\begin{aligned} (\mathbf{M})_{i,j} &= \sum_{\substack{T \in \Omega \\ i \in T}} \frac{|T|}{3} \\ (\mathbf{K}_\kappa)_{i,j} &= \sum_{\substack{T \in \Omega \\ i \in T}} \iint_T \kappa(x,y) \nabla w_i \nabla w_j d\Omega \\ (\mathbf{A}_\alpha^{\delta\Omega})_{i,j} &= \sum_{\substack{f \in \delta\Omega \\ i \in f}} \iint_f \alpha(x,y) w_i w_j d\gamma \end{aligned}$$

L'application de la discrétisation aux équations III.7 - III.8 nous donne les systèmes d'équations différentielles ordinaires suivants :

$$\mathbf{M} \frac{d[h_g C_{O_2}]}{dt} + \mathbf{K}_{h_g \mathcal{D}_{O_2}}[C_{O_2}] + \mathbf{A}_{\mathcal{D}_{O_2}^g/\delta}^{\delta\Omega_e}[C_{O_2}] + \mathbf{A}_{k_f/h_g}^{\delta\Omega_f}[C_{O_2}] = \mathbf{M}[\phi_r h_g \frac{k_l}{4.6} C_{O_2}] + \mathbf{A}_{\mathcal{D}_{O_2}^g/\delta}^{\delta\Omega_e}[C_{O_2}^e] \quad (\text{III.14})$$

pour l'oxygène et pour la vapeur d'eau on obtient :

$$\mathbf{M} \frac{d[h_g C_{H_2O}]}{dt} + \mathbf{K}_{h_g \mathcal{D}_{O_2}}[C_{H_2O}] + \mathbf{A}_{\mathcal{D}_{O_2}^g/\delta}^{\delta\Omega_e}[C_{H_2O}] = \mathbf{M}[\phi_r k_v C_{H_2O}^{1,2}] + \mathbf{A}_{\mathcal{D}_{O_2}^g/\delta}^{\delta\Omega_e}[C_{H_2O}^e] \quad (\text{III.15})$$

2.5.2 Résolution temporelle des équations de diffusion

A présent que les formulations variationnelles discrètes des équations de diffusion de O_2 et H_2O sont établies, il convient de résoudre ces équations ne dépendant plus que du temps. Pour ce faire, un schéma d'Euler est utilisé dans sa formulation implicite afin de profiter de sa stabilité. En appliquant cette formulation sur les équations (III.16) et (III.17), on obtient :

$$\begin{aligned} \mathbf{M} \frac{[h_g C_{O_2}]^{n+1} - [h_g C_{O_2}]^n}{\Delta t} + \mathbf{K}_{h_g \mathcal{D}_{O_2}}[C_{O_2}]^{n+1} + \mathbf{A}_{\mathcal{D}_{O_2}^g/\delta}^{\delta\Omega_e}[C_{O_2}]^{n+1} + \mathbf{A}_{k_f/h_g}^{\delta\Omega_f}[C_{O_2}]^{n+1} \\ = \mathbf{M}[\phi_r h_g \frac{k_l}{4.6} C_{O_2}]^{n+1} + \mathbf{A}_{\mathcal{D}_{O_2}^g/\delta}^{\delta\Omega_e}[C_{O_2}^e] \end{aligned} \quad (\text{III.16})$$

pour l'oxygène et pour la vapeur d'eau on obtient :

$$\begin{aligned} \mathbf{M} \frac{[h_g C_{H_2O}]^{n+1} - [h_g C_{H_2O}]^n}{\Delta t} + \mathbf{K}_{h_g \mathcal{D}_{O_2}}[C_{H_2O}]^{n+1} + \mathbf{A}_{\mathcal{D}_{O_2}^g/\delta}^{\delta\Omega_e}[C_{H_2O}]^{n+1} \\ = \mathbf{M}[\phi_r k_v C_{H_2O}^{1,2}]^{n+1} + \mathbf{A}_{\mathcal{D}_{O_2}^g/\delta}^{\delta\Omega_e}[C_{H_2O}^e] \end{aligned} \quad (\text{III.17})$$

Finalement, ces équations peuvent être mises sous la forme :

$$\mathbf{B}_{\text{O}_2}[C_{\text{O}_2}]^{n+1} = \mathbf{M}[h_g C_{\text{O}_2}]^n - \Delta t \mathbf{A}_{\mathcal{D}_{\text{O}_2}^g/\delta}^{\delta\Omega_e} [C_{\text{O}_2}^e] \quad (\text{III.18})$$

$$\mathbf{B}_{\text{H}_2\text{O}}[C_{\text{H}_2\text{O}}]^{n+1} - \Delta t \mathbf{M} \phi_r k_v \left([C_{\text{H}_2\text{O}}^{1,2}] \right)^{n+1} = \mathbf{M}[h_g C_{\text{H}_2\text{O}}]^n - \Delta t \mathbf{A}_{\mathcal{D}_{\text{O}_2}^g/\delta}^{\delta\Omega_e} [C_{\text{H}_2\text{O}}^e] \quad (\text{III.19})$$

Avec :

$$\mathbf{B}_{\text{O}_2} = \mathbf{M} \text{diag}(h_g) + \Delta t \mathbf{K} \text{diag}(h_g) \mathcal{D}_{\text{O}_2} + \Delta t \mathbf{M} \text{diag}(h_g) \phi_r \frac{k_l}{4.6} - \Delta t \mathbf{A}_{\mathcal{D}_{\text{O}_2}^g/\delta}^{\delta\Omega_e} - \Delta t \mathbf{A}_{k_f/h_g}^{\delta\Omega_f} \quad (\text{III.20})$$

$$\mathbf{B}_{\text{H}_2\text{O}} = \mathbf{M} \text{diag}(h_g) + \Delta t \mathbf{K} \text{diag}(h_g) \mathcal{D}_{\text{O}_2} - \Delta t \mathbf{A}_{\mathcal{D}_{\text{O}_2}^g/\delta}^{\delta\Omega_e} \quad (\text{III.21})$$

Où $\text{diag}(h_g)$ est la matrice diagonale contenant les valeurs du vecteur $[h_g]$.

2.5.3 Validation sur un cas simple

Afin de réaliser la validation de la description de la diffusion d'oxygène, le modèle va être testé sur un cas simple de diffusion dont la solution exacte est connue, afin de pouvoir comparer les résultats fournis par le code avec cette solution.

Le cas retenu pour cette validation est celui de la diffusion sur une plaque semi-infinie 1D dont le coté fini est soumis à une condition au bord constante. Le système s'écrit sous la forme :

$$\begin{cases} \frac{\partial C}{\partial t} = \mathcal{D} \Delta C \\ C(x, t = 0) = 0 \\ C(x = 0, t) = C^e \\ C(+\infty, t) = 0 \end{cases} \quad (\text{III.22})$$

Ce système admet pour solution exacte :

$$C_{ex}(x, t) = C^e \text{erfc} \left(\frac{x}{2\sqrt{\mathcal{D}t}} \right) \quad (\text{III.23})$$

Dans COCA, ce cas peut être traité sur un maillage 2D rectangulaire, comme celui représenté sur la figure III.5, qui peut être considéré comme un maillage 1D extrudé sur la seconde dimension afin de permettre l'utilisation du modèle décrit précédemment. L'aspect semi-infini pourra être remplacé dans le code par une seconde condition au bord, où la concentration devra être égale à celle de la solution exacte à cet endroit :

$$C_{\text{O}_2}(x = L, t) = C_{ex}(x = L, t) \quad (\text{III.24})$$

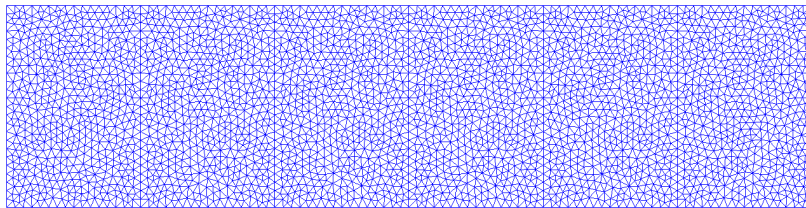


Figure III.5 – Maillage retenu pour la validation de la diffusion

L'évolution de la concentration en fonction de la distance au bord gauche calculée par COCA est comparée à la solution exacte pour différents temps dans la figure III.6

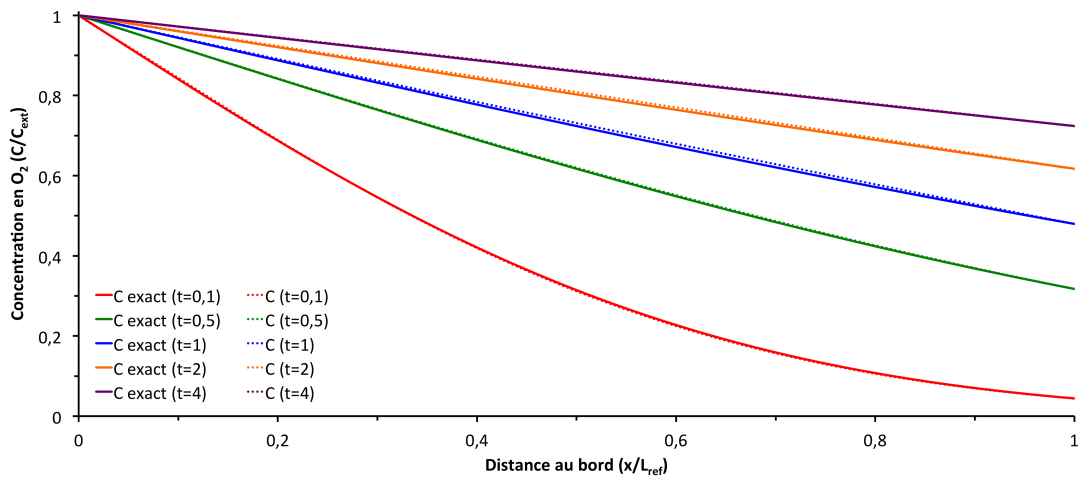


Figure III.6 – Comparaison de la diffusion de l’oxygène avec la solution exacte pour différents temps en fonction de la distance au bord gauche

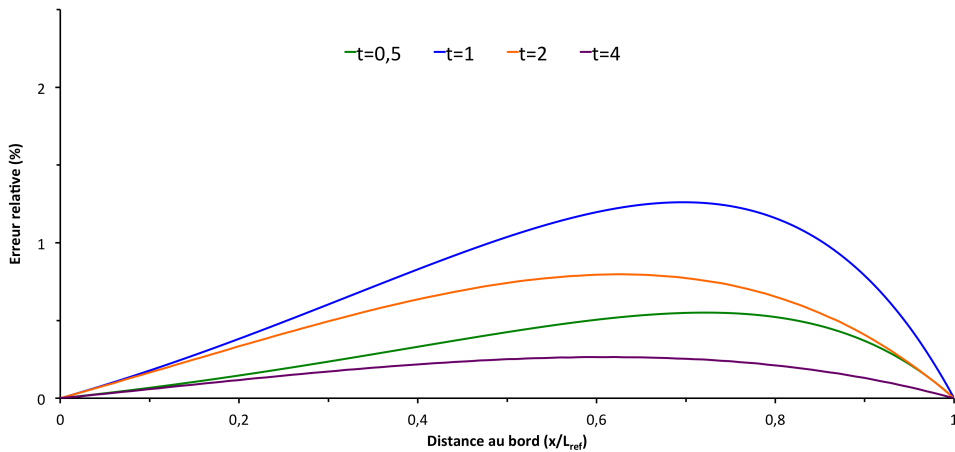


Figure III.7 – Erreur relative entre la solution calculée et la solution exacte pour différents temps en fonction de la distance au bord gauche

La comparaison de ces courbes permet de vérifier la bonne prise en compte des conditions aux limites imposées sur les deux bords dans COCA. Les résultats obtenus dans ce cas de diffusion 1D sont cohérents avec la solution exacte, l’erreur entre les deux résultats peut être expliquée par le maillage utilisé.

Afin de vérifier cette hypothèse, le calcul est effectué sur deux autres maillages similaires, mais présentant un plus grand nombre de nœuds. Le pas de temps est choisi de l’ordre de $\Delta t \approx \frac{\min|T|}{D_{O_2}}$. L’étude de l’influence de la finesse du maillage sur la précision des résultats est présentée dans la figure III.8 pour 3 maillages contenant respectivement 3144, 5420, et 13432 nœuds. Cette figure représente l’erreur ε_2 pour chaque maillage, calculée par la formule :

$$\varepsilon_2 = \sqrt{\sum_{i=1}^N \frac{\varepsilon_i^2}{N}} \quad (\text{III.25})$$

Avec $\varepsilon_i = |C_{O_2} - C_{ex}|$ la différence entre la valeur calculée par COCA et la valeur exacte.

La figure III.8 montre une pente d’ordre 1 pour l’erreur ε_2 , ce qui est expliqué par le choix du pas de temps, qui est de l’ordre de $\frac{1}{N}$

$$\Delta t \sim \Delta x^2 \sim \frac{1}{N} \quad (\text{III.26})$$

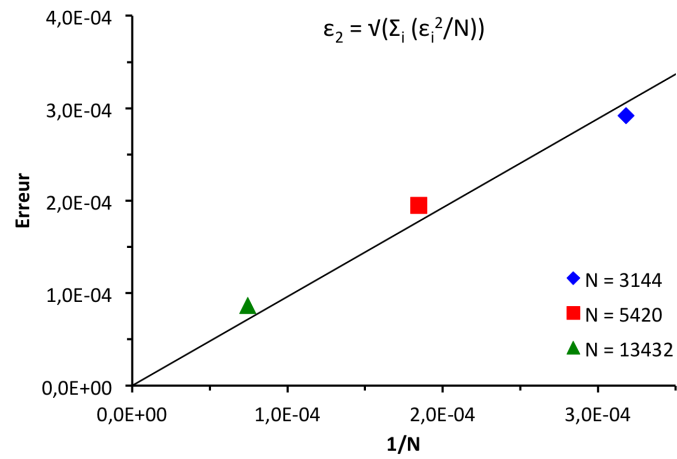


Figure III.8 – Evolution de l'erreur pour $t = 4$ pour différents maillages : pente d'ordre 1

La diminution de l'erreur avec l'augmentation du nombre de nœuds dans le maillage démontre la convergence d'ordre 1 en temps de la solution calculée vers la solution exacte, ce qui permet de valider l'approche choisie pour calculer la diffusion de l'oxygène dans une fissure.

3. Modélisation de l'évolution des phases condensées

A présent que la diffusion de l'oxygène et de la vapeur d'eau ont été modélisées il convient de s'intéresser aux phénomènes d'oxydation des différents composants du matériau, à savoir le pyrocarbone et les couches de B_4C de la matrice.

3.1 Equations pour l'évolution des hauteurs

Afin de résoudre complètement le phénomène de cicatrisation du matériau, il est nécessaire à présent de déterminer l'évolution des hauteurs disponibles pour l'oxygène dans la fissure et de la hauteur de pyrocarbone consommé. De plus, le terme source de l'équation (III.2) S_{O_2} représente la réaction chimique entre le B_4C et O_2 , ce qui se traduit par l'évolution de la hauteur d'oxyde créée au cours du temps.

Une analyse dimensionnelle va permettre de mettre en évidence les différents ordres de grandeurs présents dans les équations à résoudre. Les variables sont donc exprimées sous la forme $x = \tilde{x}X_{ref}$, où X_{ref} représente la valeur de référence choisie pour cette variable. Le tableau [III.1] montre les grandeurs de référence choisis pour chaque variable des équations.

		Grandeurs de référence
Variables	(x, y)	L_f : Largeur du fil considéré
	C_{O_2}	$C_{O_2}^e$: Concentration à l'extérieur
	h_g	e_f : Hauteur de la fissure
	h_l	
	h_p	
	\mathcal{D}_{O_2}	$\mathcal{D}_{O_2}^g$: Coefficient de diffusion dans le gaz
	$V_{B_4C}^m$	$V_{B_4C}^m$: Volume molaire du B_4C
	$V_{B_2O_3}^m$	
	V_{pyc}^m	
t	t_{ref} : Temps de référence	

TABLEAU [III.1] – Choix des grandeurs de références pour écrire les équations sous forme non dimensionnelle

En utilisant ces formulations des variables, le développement des équations fait apparaître les différents ordres de grandeurs de chaque phénomène pris en compte dans la formulation précédemment définie.

$$\varepsilon = \frac{e_f}{L_f}, \quad \tau = \frac{t_{ref} \mathcal{D}_{O_2}^g}{L_f^2}, \quad \text{et} \quad \delta_v = C_{O_2}^e V_{B_4C}^m$$

$$\begin{cases} \partial_t (h_g C_{O_2}) - \tau \nabla \cdot (D_{O_2} h_g \nabla C_{O_2}) = \frac{\tau}{\varepsilon^2} h_g S_{O_2} \\ \partial_t h_l = \frac{\tau}{\varepsilon^2} \delta_v k_l C_{O_2} \\ \partial_t h_g = \frac{\tau}{\varepsilon^2} \delta_v k_l C_{O_2} \\ \partial_t h_p = \frac{\tau}{\varepsilon^2} \delta_v k_f C_{O_2} \end{cases} \quad (\text{III.27})$$

L'ordre de grandeur mis en évidence par cette formulation étant important de part le ratio entre la hauteur de la fissure et la largeur du fil (ε^2 compris entre 10^{-4} et 10^{-6}) il est possible de dissocier la résolution des équations de diffusion de celles de variation des hauteurs.

Le bilan de hauteur de la réaction de formation de l'oxyde permet d'écrire l'équation suivante, fonction de la concentration en oxygène :

$$\partial_t h_l = \frac{2 V_{B_2O_3}^m}{4.6} k_l C_{O_2} \quad (\text{III.28})$$

Le terme S_{O_2} de l'équation (III.2) déterminant la consommation d'oxygène par les couches de B_4C de la matrice représentées par l'indicateur de phases ϕ_r ; il est possible de l'explicitier par la relation suivante :

$$S_{O_2} = -\phi_r \frac{k_l}{4.6} C_{O_2} \quad (\text{III.29})$$

En utilisant le même raisonnement, il est possible d'écrire l'équation (III.30) régissant l'évolution de la hauteur h_{B_4C} de B_4C consommée par la réaction d'oxydation.

$$\partial_t h_{B_4C} = \frac{V_{B_4C}^m}{4.6} k_l C_{O_2} \quad (\text{III.30})$$

La diminution de la hauteur disponible pour l'oxygène h_g étant définie comme la différence entre h_{B_4C} et h_l , son évolution peut être décrite par l'équation (III.31).

$$\partial_t h_g = \partial_t h_{B_4C} - \partial_t h_l = \partial_t h_g = \frac{V_{B_4C}^m - 2 V_{B_2O_3}^m}{4.6} k_l C_{O_2} \quad (\text{III.31})$$

L'intérêt de cette grandeur est de pouvoir fournir un indicateur de fermeture de la fissure. En effet lorsque la hauteur disponible pour l'oxygène devient nulle, cela signifie que le bouchon est formé et qu'il n'existe plus de zone gazeuse par laquelle l'oxygène pourrait traverser.

La seconde réaction chimique considérée dans ce processus de cicatrisation est la consommation de l'interphase de pyrocarbone, ce qui peut être représenté numériquement par la variation de hauteur de cette couche, notée h_p . Le bilan de hauteur s'effectue sur le contour des fibres $\delta\Omega_f$ et est défini par l'équation (III.32).

$$\partial_t h_p = V_{pyc}^m k_f D_{O_2}^g C_{O_2} \quad (\text{III.32})$$

L'évaporation d'une partie de l'oxyde créé se traduit par l'ajout d'un terme de consommation dans l'équation (III.28) géant l'évolution de la hauteur de B_2O_3 formé au cours du temps.

$$\partial_t h_l = \frac{2 V_{B_2O_3}^m}{4.6} k_l C_{O_2} - k_v C_{H_2O}^{1,2} \quad (\text{III.33})$$

La modification de l'équation (III.33) causée par la prise en compte de la volatilisation va également se reporter sur l'équation (III.31) décrivant la hauteur de gaz disponible dans la fissure. En effet, la composition du gaz change en présence d'une atmosphère humide puisque la vapeur d'eau entre désormais dans sa composition. Il en résulte une équation de variation de la hauteur de gaz légèrement modifiée :

$$\partial_t h_g = \frac{V_{B_4C}^m - 2V_{B_2O_3}^m}{4.6} k_l C_{O_2} + k_v C_{H_2O}^{1,2} \quad (\text{III.34})$$

Restent à spécifier les constantes de réactions k_f et k_l apparaissant dans les équations (III.28) et (III.32). Comme la réactivité apparente résulte de l'enchaînement de deux phénomènes de transferts : *a*) réaction interfaciale, et *b*) traversée par diffusion d'une couche de hauteur ($h_p - e_f$) pour le Pyc et h_l pour le B_2O_3 , on emploie le modèle de Deal & Grove [Deal 65] :

$$\frac{1}{k_f} = \frac{1}{k_{Pyc}} + \frac{h_p - e_f}{\mathcal{D}_{O_2}^g} \quad (\text{III.35})$$

$$\frac{1}{k_l} = \frac{1}{k_{B_2O_3}} + \frac{h_g}{\mathcal{D}_{O_2}^l} \quad (\text{III.36})$$

Ici k_{Pyc} et $k_{B_2O_3}$ sont les constantes de réaction interfaciales pour le pyrocarbone et le B_2O_3 . L'intérêt d'introduire ces constantes est d'avoir une cinétique finie de démarrage des réactions qui va ensuite être négligée devant le terme concernant le rapport entre la hauteur et le coefficient de diffusion. Mais après quelques instants de formation de l'oxyde et de consommation du pyrocarbone les termes dominants des équations (III.35) et (III.36) s'inversent et donnent :

$$\frac{1}{k_{Pyc}} \ll \frac{h_p - e_f}{\mathcal{D}_{O_2}^g}$$

$$\frac{1}{k_{B_2O_3}} \ll \frac{h_g}{\mathcal{D}_{O_2}^l}$$

Lorsque ce régime est atteint, les équations de variation des hauteurs prennent des formes asymptotiques définies par les équations (III.37), (III.38) et (III.39) :

$$\partial_t h_l = \frac{2V_{B_2O_3}^m}{4.6 h_l} \mathcal{D}_{O_2}^l C_{O_2} - k_v C_{H_2O}^{1,2} \quad (\text{III.37})$$

$$\partial_t h_g = \frac{V_{B_4C}^m - 2V_{B_2O_3}^m}{4.6 h_l} \mathcal{D}_{O_2}^l C_{O_2} - k_v C_{H_2O}^{1,2} \quad (\text{III.38})$$

$$\partial_t h_p = \frac{V_{pyc}^m}{h_p} \mathcal{D}_{O_2}^g C_{O_2} \quad (\text{III.39})$$

3.2 Formulation numérique

Les équations décrivant l'évolution des phases condensées ne faisant apparaître que des dérivées temporelles, elles peuvent être résolues par des méthodes de résolution des EDOs. Le choix effectué dans ce cas se porte sur la méthode de Newton-Raphson.

Cette méthode permet de prendre en compte aisément le couplage entre les variables présent entre les équations de hauteur de liquide (III.33) et de gaz (III.34). En revanche la résolution de l'équation (III.32) sur la hauteur de pyrocarbone consommé peut être effectuée séparément des deux autres. Ces trois équations sont rappelées ci-dessous ; une fois passés les premiers transitoires :

$$\partial_t h_l = \frac{2V_{B_2O_3}^m}{4.6 h_l} \mathcal{D}_{O_2}^l C_{O_2} - k_v C_{H_2O}^{1,2} \quad (\text{III.33})$$

$$\partial_t h_g = \frac{V_{B_4C}^m - 2V_{B_2O_3}^m}{4.6 h_l} \mathcal{D}_{O_2}^l C_{O_2} + k_v C_{H_2O}^{1,2} \quad (\text{III.34})$$

$$\partial_t h_p = \frac{V_{pyc}^m}{h_p} \mathcal{D}_{O_2}^g C_{O_2} \quad (\text{III.32})$$

L'équation concernant l'évolution de la hauteur de pyrocarbone consommé étant indépendante des deux autres, sa résolution peut être effectuée simplement par la méthode de Newton. Afin de simplifier le traitement de la dépendance à l'inverse de h_p de cette équation, une nouvelle variable définie par l'équation (III.40) est introduite dans l'équation (III.32).

$$X = \frac{1}{h_p} \quad \Rightarrow \quad \partial_t h_p = \frac{\partial_t X}{X^2} \quad (\text{III.40})$$

Cette notation permet d'écrire :

$$\frac{\partial X}{\partial t} = V_{\text{pyc}}^m \mathcal{D}_{\text{O}_2}^g C_{\text{O}_2} X^3 \quad (\text{III.41})$$

L'intégration temporelle de cette nouvelle formulation peut être réalisée par une méthode d'Euler implicite qui permet de la réécrire sous la forme suivante :

$$X^{n+1} - X^n = V_{\text{pyc}}^m \mathcal{D}_{\text{O}_2}^g C_{\text{O}_2} \Delta t \left(X^{n+1} \right)^3 \quad (\text{III.42})$$

Afin de résoudre cette équation il est nécessaire de calculer la valeur de X^{n+1} . Pour ce faire, la méthode de Newton-Raphson peut être utilisée si l'équation (III.42) peut être assimilée à la recherche d'une racine d'une fonction $f(y)$. Dans ce but, X^{n+1} peut être considéré comme la variable de cette fonction dont l'expression est donnée par l'équation (III.43)

$$\begin{aligned} y &= X^{n+1} \\ \underbrace{y - V_{\text{pyc}}^m \mathcal{D}_{\text{O}_2}^g C_{\text{O}_2} \Delta t y^3 - X^n}_{f(y)} &= 0 \end{aligned} \quad (\text{III.43})$$

La résolution de cette nouvelle équation est considérée comme la recherche d'un point y pour lequel le développement de Taylor à l'ordre 1 de la fonction $f(y)$ est nul, ce qui est possible en construisant la suite (III.44) et en calculant sa limite.

$$y^{k+1} = y^k - \frac{f(y^k)}{f'(y^k)} \quad (\text{III.44})$$

La limite de cette suite sera donc une bonne approximation de la valeur de X^{n+1} , et en appliquant cette méthode à chaque instant n , il est possible de calculer l'évolution temporelle de la variable X . En effet, à partir de la fonction $f(y)$ et de sa dérivée donnée par l'équation (III.45), l'expression de la suite (III.44) peut être écrite explicitement.

$$f'(y^k) = 1 - 3V_{\text{pyc}}^m \mathcal{D}_{\text{O}_2}^g C_{\text{O}_2} \Delta t y^{k2} \quad (\text{III.45})$$

D'où la formulation suivante :

$$y^{k+1} = y^k - \frac{y^k - V_{\text{pyc}}^m \mathcal{D}_{\text{O}_2}^g C_{\text{O}_2} \Delta t \left(y^k \right)^3 - X^n}{1 - 3V_{\text{pyc}}^m \mathcal{D}_{\text{O}_2}^g C_{\text{O}_2} \Delta t \left(y^k \right)^2} \quad (\text{III.46})$$

$$\lim_{k \rightarrow \infty} \left(y^k \right) = X^{n+1} \quad (\text{III.47})$$

Numériquement, la convergence de cette suite est considérée comme atteinte lorsque le critère suivant est vérifié, ε étant une quantité suffisamment petite :

$$\|y^{k+1} - y^k\| \leq \varepsilon \quad (\text{III.48})$$

Cette méthode permet de connaître l'évolution de X au cours du temps. Celle de h_p est alors obtenue en inversant la relation (III.40) à chaque itération.

La même méthode peut être utilisée pour traiter les équations concernant les hauteurs de gaz et de liquide dans la fissure. Cependant, l'équation sur l'évolution de la hauteur de gaz étant dépendante de la hauteur de B_2O_3 formée, ces deux équations seront résolues ensemble, en tant qu'équations couplées. Tout comme pour le cas du pyrocarbone, ces équations sont fonctions de l'inverse d'une hauteur (la hauteur d'oxyde formé), ce qui justifie l'introduction d'une nouvelle variable pour remplacer h_l :

$$X_l = \frac{1}{h_l} \quad \Rightarrow \quad \partial_t h_l = \frac{\partial_t X_l}{X_l^2} \quad (\text{III.49})$$

Cette notation permet de réécrire les deux équations en faisant disparaître la dépendance à l'inverse de h_l , et ainsi faciliter la résolution des équations qui peuvent désormais s'écrire sous la forme :

$$\partial_t h_g = \frac{V_{B_4C}^m - 2V_{B_2O_3}^m}{4.6} \mathcal{D}_{O_2}^l C_{O_2} X_l + k_v C_{H_2O}^{1,2} \quad (\text{III.50})$$

$$\partial_t X_l = \frac{2V_{B_2O_3}^m}{4.6} \mathcal{D}_{O_2}^l C_{O_2} X_l^3 - k_v C_{H_2O}^{1,2} X_l^2 \quad (\text{III.51})$$

Afin de pouvoir appliquer la méthode de Newton-Raphson à ce système, il doit être mis sous une forme matricielle décrite par l'équation (III.52), ce qui est possible en écrivant les variables comme étant les composantes d'un vecteur W , comme défini par la relation (III.53).

$$\partial_t W = G(W) \quad (\text{III.52})$$

Avec :

$$W = \begin{pmatrix} h_g \\ X_l \end{pmatrix} \quad G(W) = \begin{pmatrix} \frac{V_{B_4C}^m - 2V_{B_2O_3}^m}{4.6} \mathcal{D}_{O_2}^l C_{O_2} X_l + k_v C_{H_2O}^{1,2} \\ \frac{2V_{B_2O_3}^m}{4.6} \mathcal{D}_{O_2}^l C_{O_2} X_l^3 - k_v C_{H_2O}^{1,2} X_l^2 \end{pmatrix} \quad (\text{III.53})$$

Comme précédemment, l'utilisation d'une méthode d'Euler implicite permet de réécrire l'équation (III.52) en :

$$W^{n+1} - W^n = \Delta t G(W^{n+1}) \quad (\text{III.54})$$

Afin d'appliquer la méthode de Newton à cette équation, il faut introduire une nouvelle variable $Y = W^{n+1}$ ainsi qu'une fonction $F(Y)$ définie par les relations (III.55)

$$Y = \begin{pmatrix} h_g^{n+1} \\ X_l^{n+1} \end{pmatrix} \\ F(Y) = Y - \Delta t G(Y) - W^n \\ = \begin{pmatrix} y_1 - h_g^n - \Delta t \left(\frac{V_{B_4C}^m - 2V_{B_2O_3}^m}{4.6} \mathcal{D}_{O_2}^l C_{O_2} y_2 + k_v C_{H_2O}^{1,2} \right) \\ y_2 - X_l^n - \Delta t \left(\frac{2V_{B_2O_3}^m}{4.6} \mathcal{D}_{O_2}^l C_{O_2} y_2^3 - k_v C_{H_2O}^{1,2} y_2^2 \right) \end{pmatrix} \quad (\text{III.55})$$

Etant donné que la méthode de Newton est maintenant appliquée à une fonction vectorielle, il convient de l'adapter à un problème multi-dimensionnel. Ainsi la dérivée de la fonction $f(y)$ calculée dans l'équation (III.45) pour la hauteur de pyrocarbone correspond dans ce cas à la matrice jacobienne de la fonction $F(Y)$.

$$\begin{aligned}
J = \frac{\partial F}{\partial Y} &= \begin{pmatrix} \frac{\partial F_1}{\partial y_1} & \frac{\partial F_1}{\partial y_2} \\ \frac{\partial F_2}{\partial y_1} & \frac{\partial F_2}{\partial y_2} \end{pmatrix} \\
&= \begin{pmatrix} 1 & -\Delta t \frac{V_{B_4C}^m - 2V_{B_2O_3}^m}{4.6} \mathcal{D}_{O_2}^l C_{O_2} \\ 0 & 1 - 3\Delta t \frac{2V_{B_2O_3}^m}{4.6} \mathcal{D}_{O_2}^l C_{O_2} y_2^2 - 2k_v C_{H_2O}^{1,2} y_2 \end{pmatrix} \quad (III.56)
\end{aligned}$$

La formulation de la suite (Y^k) est également écrite sous forme matricielle dans la relation (III.57), et nécessite l'écriture de l'inverse de la matrice jacobienne (III.56) afin de pouvoir être calculée. L'inverse de cette matrice est donné par la relation (III.58).

$$Y^{k+1} = Y^k - J^{-1}(Y^k) F(Y^k) \quad (III.57)$$

$$J^{-1} = \begin{pmatrix} 1 & \frac{\Delta t \frac{V_{B_4C}^m - 2V_{B_2O_3}^m}{4.6} \mathcal{D}_{O_2}^l C_{O_2}}{1 - 3\Delta t \frac{2V_{B_2O_3}^m}{4.6} \mathcal{D}_{O_2}^l C_{O_2} y_2^2 - 2k_v C_{H_2O}^{1,2} y_2} \\ 0 & \frac{1}{1 - 3\Delta t \frac{2V_{B_2O_3}^m}{4.6} \mathcal{D}_{O_2}^l C_{O_2} y_2^2 - 2k_v C_{H_2O}^{1,2} y_2} \end{pmatrix} \quad (III.58)$$

Cette suite converge vers le vecteur W^{n+1} , ce qui permet d'obtenir pour chaque pas de temps les valeurs de h_g et X_l , et donc de h_l . Comme précédemment le critère de convergence est défini en fonction de la norme du vecteur Y :

$$\|Y^{k+1} - Y^k\| \leq \varepsilon \quad (III.59)$$

Où ε est la tolérance choisie.

3.3 Validation de l'algorithme

L'évolution des phases condensées telles que définies dans cette section peut être comparée à celle décrite dans le modèle de [Baranger 06, Cluzel 06]. La structure filaire 0D utilisée dans ce modèle sera alors approché par un maillage 2D décrit par la figure III.9. Ce maillage représente l'extrusion d'un maillage 1D d'une fissure comprenant une fibre (en bleu sur la figure) et une matrice inerte (gris) / réactive (rouge).

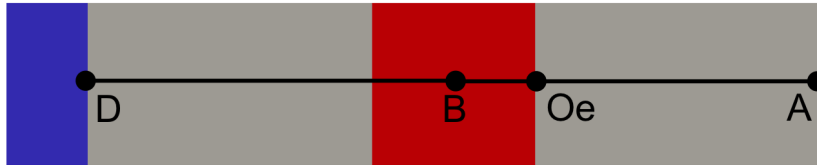


Figure III.9 – Superposition du modèle 0D sur le maillage 2D afin de choisir les points de comparaison pour les résultats

Afin de pouvoir comparer ce maillage avec la structure 0D, une superposition des deux maillages est effectuée, et les résultats obtenus sur le maillage 2D seront étudiés en des points précis, choisis pour correspondre à ceux définis par [Cluzel 06]. Pour rappel, les points sont définis comme tels :

Paramètre	Valeur ou loi retenue
Épaisseur de la fissure	2 μm
Profondeur de la fissure vers l'intérieur	27 μm
Profondeur de la fissure vers l'extérieur	27 μm
Largeur de la couche réactive de B_4C	16 μm
Pression totale	1.01310 ⁵ Pa
Fraction d'oxygène	0.21
Coefficient de diffusion de O_2	$\mathcal{D}_{\text{O}_2}^g = 9.8410^{-10} T^{1.75} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$

TABLEAU [III.2] – Liste des paramètres choisis pour le calcul

- A : point situé sur le bord extérieur de la fissure
- B : point dans la zone réactive
- D : point situé au niveau de l'interface de PyC
- Oe : point situé sur le front extérieur de la zone liquide

Les calculs ont été effectués pour les paramètres suivants :

Les résultats obtenus pour l'évolution de la hauteur de liquide créé au dessus de la zone réactive sont comparés à ceux obtenus par [Letombe 02]. La figure III.10 montre l'évolution de cette grandeur au point B en fonction du temps pour les 2 cas.

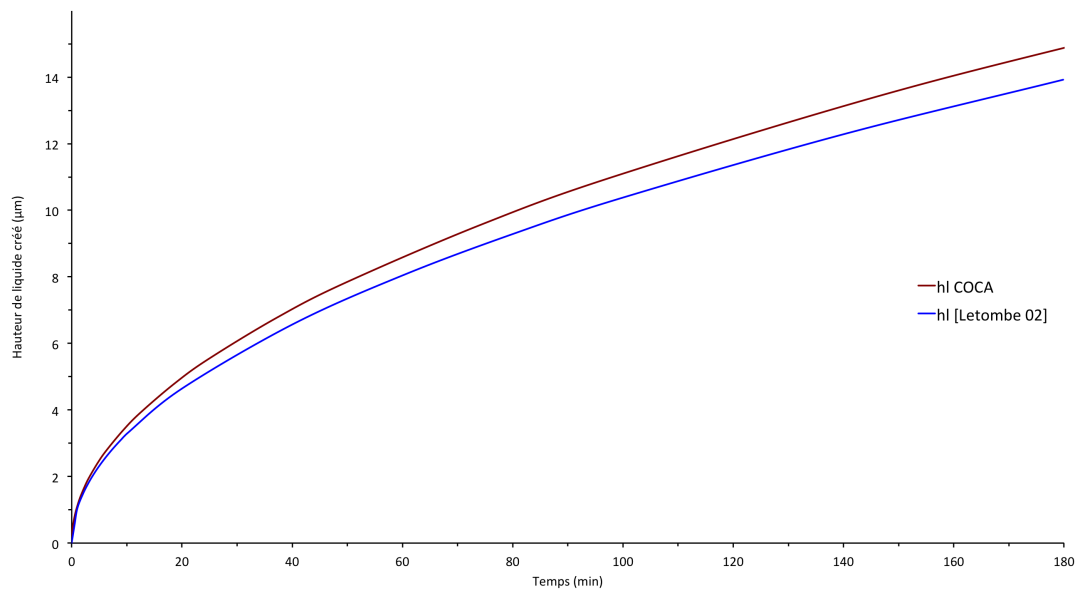


Figure III.10 – Evolution de la hauteur de liquide créé au point B en fonction du temps pour COCA et [Letombe 02]

L'évolution de la hauteur calculée de liquide est bien similaire à celle obtenue par le modèle de [Letombe 02] ; cependant, un écart apparaît au cours du temps entre ces deux modèles. Cet écart peut être expliqué par la différence de calcul de la concentration d'oxygène au point B entre les deux modèles. En effet, dans le modèle de [Letombe 02], les variables sont calculées uniquement pour certains points, la variation de la concentration en oxygène entre ces points ne peut être précisément décrite, contrairement au modèle 2D.

4. Gestion de l'étalement de l'oxyde

En plus de croître dans les zones de création, l'oxyde liquide formé va chercher à s'étaler. Nous allons traiter successivement deux cas par ordre croissant de difficulté :

1. Oxyde visqueux : l'oxyde va se former au dessus des zones réactives et il ne va s'étaler que lorsqu'il aura commencé à boucher la fissure
2. Oxyde fluide et mouillant : l'étalement se produit avant le bouchage, dès qu'une petite quantité d'oxyde est créée, il va s'étaler dans la fissure.

4.1 Création d'un modèle basé sur les équations de Saint Venant

Une modélisation de l'écoulement de l'oxyde a été étudiée afin de pouvoir tenir compte de l'ensemble des mécanismes influant le comportement de l'oxyde lors de sa phase de production. Ce modèle présenté en annexe (cf annexe) est basé sur les équations de Saint Venant décrites pour des cas d'écoulements en eaux peu profondes. Bien que les applications diffèrent, il est possible d'adapter ces équations au cas de l'écoulement d'un oxyde dans une fissure étroite (figure B.3). Afin d'étudier la faisabilité de cette approche, le modèle a été développé en 1D, ce qui a permis de mettre en évidence l'ensemble des phénomènes physico-chimiques à prendre en compte. Ce modèle est présenté en annexe car il n'a pu être validé ni testé.

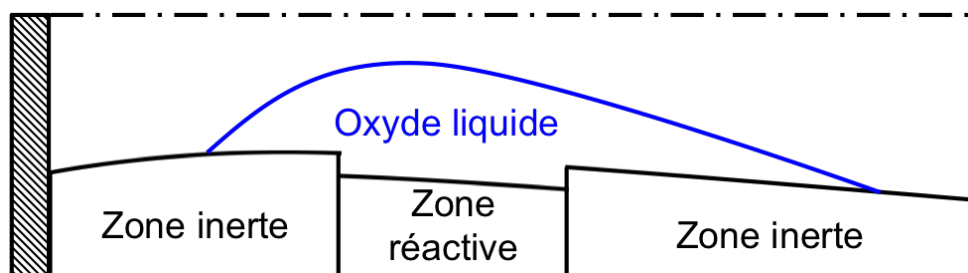


Figure III.11 – Etalement d'une goutte d'oxyde sur le fond d'une fissure

4.2 Ecoulement de l'oxyde visqueux

Afin de permettre la prise en compte de l'étalement de l'oxyde considéré suffisamment visqueux dans la fissure, une première approche, géométrique, à été mise en place.

Cette méthode consiste à considérer que l'oxyde pousse perpendiculairement à la fissure, puis lorsque le bouchon est formé sur une zone, l'excédent d'oxyde qui continue à se former représente un volume qu'il convient de répartir sur les zones avoisinantes, ce qui est fait en résolvant une équation d'écoulement.

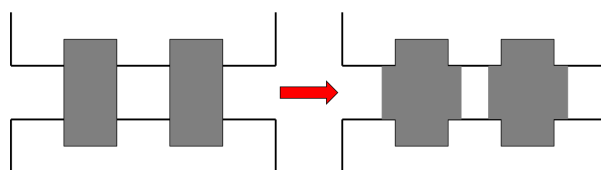


Figure III.12 – Etalement de l'oxyde dans la fissure lorsqu'il est suffisamment visqueux

4.2.1 Définition du domaine de calcul et du problème à résoudre

Afin de réaliser cette opération il faut définir précisément les différents domaines où la fissure est bouchée à un instant t , puis considérer chacun de ces domaines comme un système indépendant à résoudre, et cela à chaque pas de temps, la formation de B_2O_3 venant boucher des zones supplémentaires ou causer la fusion de plusieurs domaines.

Un indicateur de phase ϕ_l est introduit afin de pouvoir définir les domaines bouchés par le liquide. Une zone est considérée bouchée si la hauteur de gaz h_g disponible dans cette zone est nulle :

$$\phi_l = \begin{cases} 1 & \text{si } h_g = 0 \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (\text{III.60})$$

Cet indicateur ne permet cependant pas de connaître directement les domaines bouchés. Il est donc nécessaire d'étudier les nœuds du maillage marqués comme bouchés, et de parcourir le maillage de voisins en voisins afin de créer ces domaines, qui sont représentés sur la figure III.13.

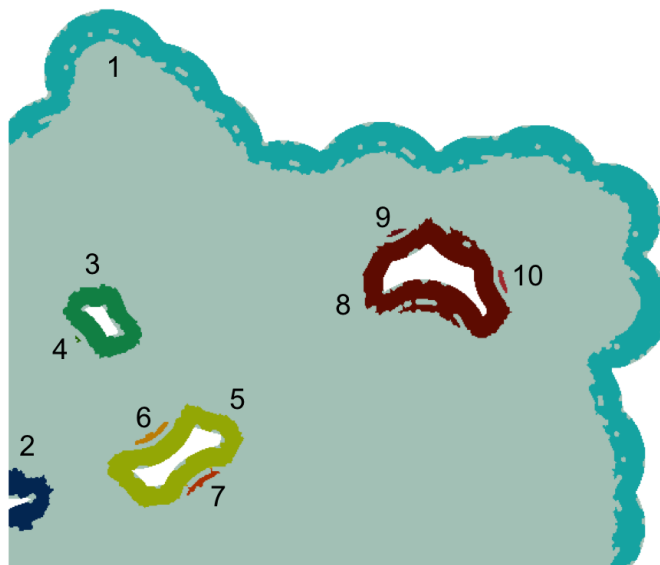


Figure III.13 – Identification des différentes zones bouchées de la fissure

La création de ces zones est réalisée par un algorithme consistant à attribuer un domaine différent à chaque maille bouchée du maillage, puis, de manière récursive, à fusionner ces domaines s'ils sont voisins, ce qui est expliqué par la figure III.14.

A présent que les différents domaines bouchés sont définis et identifiés, l'étalement de l'oxyde doit être calculé. Pour faire cela, on se met dans le cadre de l'image III.15(b) et on invoque une analogie avec les écoulements en eaux peu profondes. En particulier, comme dans ces écoulements, de la petitesse du rapport $\varepsilon = e_f/L$ on peut déduire l'équation de conservation du volume d'oxyde (voir [Gerbeau 01] et annexe) :

$$\partial_t h_l + \nabla \cdot (h_l \vec{U}_0) = \phi_r (\partial_t h_l)_{\text{oxydation}} \quad (\text{III.61})$$

où \vec{U}_0 représente une vitesse horizontale moyenne dans la fissure, et où le second membre est celui associé à l'oxydation et est celui présenté au paragraphe 3.1 dans l'équation (III.37). Le traitement implicite de ce terme a été évoqué dans le paragraphe 3.1. Ici on va détailler le traitement du terme de transport. Pour faire cela on a besoin de deux éléments : une approximation

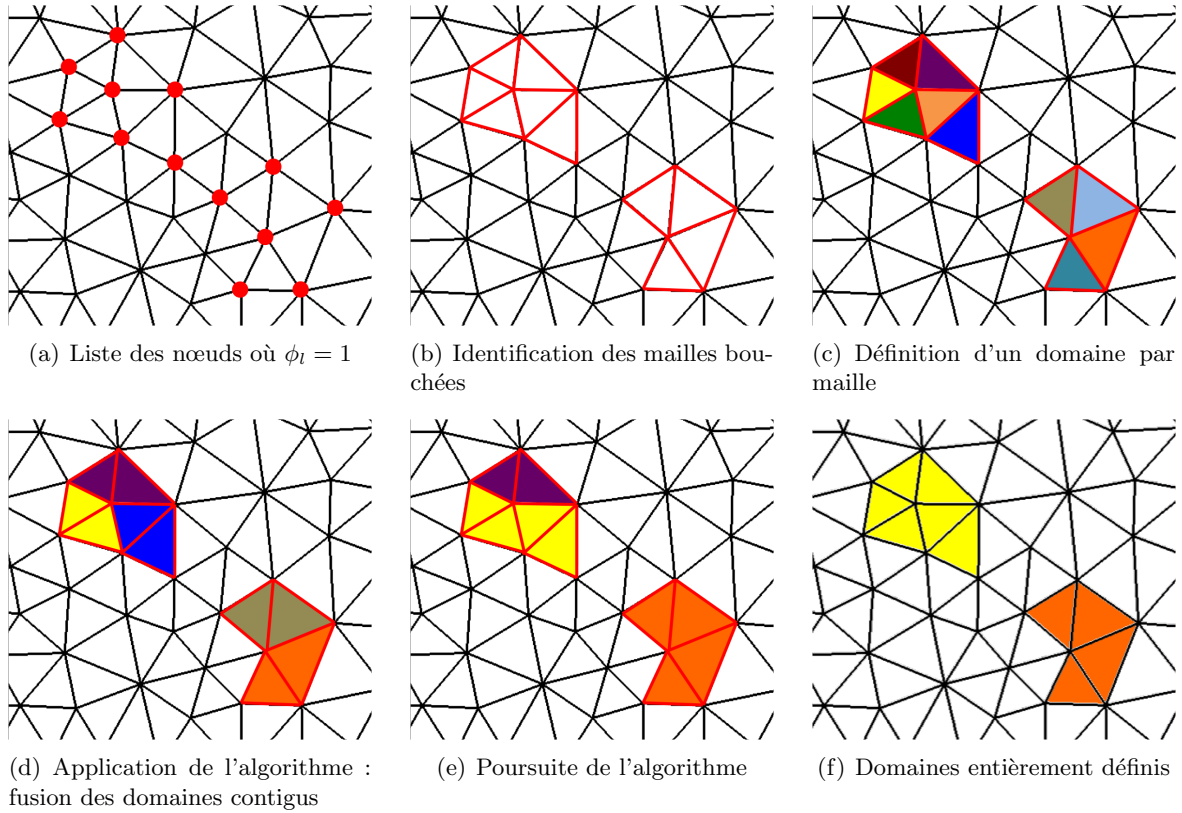


Figure III.14 – Algorithme de création et d'identification des différents domaines

discrète de la variation de h_l dans la région non bouchée à cause de l'étalement (discrétisation du terme $\nabla \cdot (h_l \vec{U}_0)$); une loi pour déterminer les vitesses horizontales moyennes \vec{U}_0 .

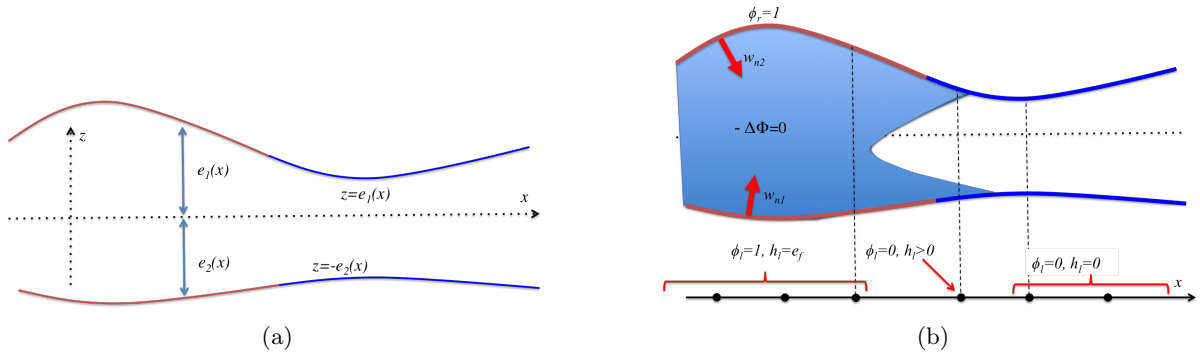


Figure III.15 – Représentation schématique de la géométrie de la fissure du matériau

4.2.2 Approximation discrète du terme de transport

Ici on cherche une expression discrète pour l'équation :

$$\partial_t h_l + \nabla \cdot (h_l \vec{U}_0) = 0 \quad (\text{III.62})$$

dans la région non bouchée. On rappelle que dans la région bouchée, on a soit $h_l = e_f$, soit h_l déterminé par la consommation de B_4C . Dans la région non bouchée, on considère la discrétisation éléments finis P1 de la loi de conservation. Suivant les développements de la section précédente, on arrive à l'expression :

$$(\mathbf{M})_{ii} \frac{h_i^{n+1} - h_i^n}{\Delta t} - \sum_{T \in (\Omega - \Omega_i)} \iint_T h_l \vec{U}_0 \cdot \nabla w_i d\Omega = 0 \quad (\text{III.63})$$

avec $(\mathbf{M})_{ii}$ le terme diagonal de la matrice de masse définie dans la section 2.5.1. En utilisant les propriétés des fonctions de base de Lagrange P1, l'expression précédente peut être réécrite comme :

$$(\mathbf{M})_{ii} \frac{h_i^{n+1} - h_i^n}{\Delta t} - \sum_{T \in (\Omega - \Omega_i)} \vec{F}_T \cdot \frac{\vec{n}_i}{2} = 0 \quad (\text{III.64})$$

avec \vec{n}_i la normale à la face du triangle T qui ne contient pas le nœud i (voir figure III.16(a)). Le flux \vec{F}_T peut être explicité dans un triangle T composé par les nœuds (i, j, k) comme :

$$\vec{F}_T = \frac{(h_l \vec{U}_0)_j + (h_l \vec{U}_0)_k + (h_l \vec{U}_0)_i}{3} \quad (\text{III.65})$$

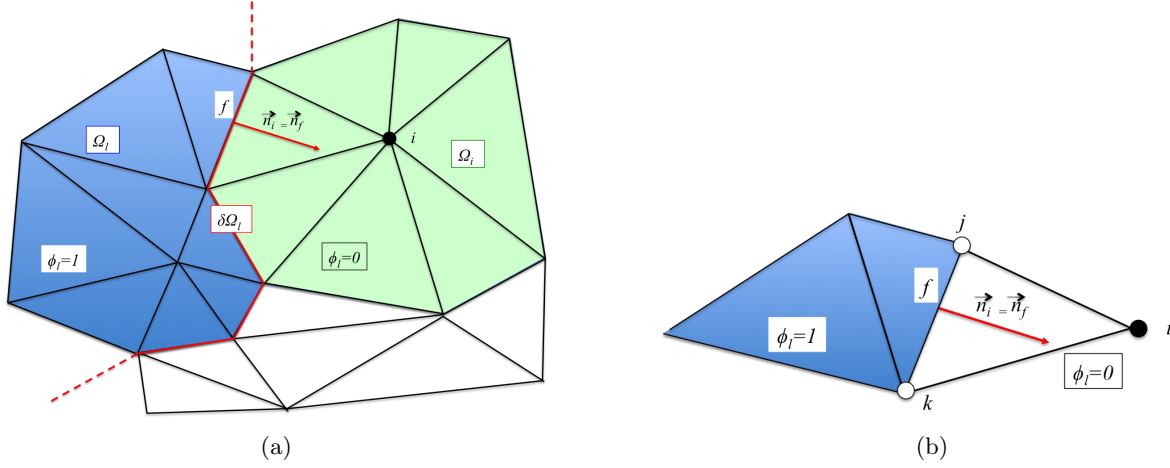


Figure III.16 – Représentation de l'étalement de l'oxyde dans la fissure

De manière cohérente avec l'hypothèse faite jusque là d'écoulement très visqueux, dans la région non bouchée on fait l'hypothèse que les vitesses d'étalement soient négligeables. Par conséquent, on voit facilement que le bilan discret dû à l'étalement peut s'écrire comme (voir figure III.16(b))

$$(\mathbf{M})_{ii} \frac{h_i^{n+1} - h_i^n}{\Delta t} = \sum_{f \in \delta\Omega_i \cap \delta\Omega_i} \vec{F}_f \cdot \vec{n}_f \quad (\text{III.66})$$

avec

$$\vec{F}_f = \frac{1}{6} \sum_{j \in f} (h_l \vec{U}_0)_j \quad (\text{III.67})$$

Il nous reste donc à donner une définition des vitesses moyennes \vec{U}_0 dans les nœuds de la région bouchée.

4.2.3 Vitesses aux nœuds dans la région bouchée

Pour arriver à calculer des valeurs de la vitesse moyenne dans la région bouchée, on fait les hypothèses suivantes :

1. le rapport $\varepsilon = e_f/L$ est très petit et la surface horizontale de la fissure vérifie (voir figure III.15(a)) $\|\nabla e_1\|^2 = \mathcal{O}(\varepsilon^2)$, $\|\nabla e_2\|^2 = \mathcal{O}(\varepsilon^2)$

2. le champ de vitesse horizontal¹ dans la région bouchée vérifie :

$$\vec{U}_l(x, y, z, t) = (u_l, v_l)(x, y, z, t) = \vec{U}_0(x, y, t) + \varepsilon \vec{U}_1 + \varepsilon^2 \vec{U}_2 + \text{etc.} \quad (\text{III.68})$$

avec \vec{U}_1 et \vec{U}_2 du même ordre de grandeur ou plus petit que \vec{U}_0 , et avec ε le petit paramètre donné par le rapport $\varepsilon = \frac{e_f}{L}$.

3. le champ de vitesse tridimensionnel dans la région bouchée puisse être calculé à partir d'un potentiel ϕ , donc

$$\vec{u}_l = (u_l, v_l, w_l) = -\nabla \phi \quad (\text{III.69})$$

La condition d'incompressibilité nous donne :

$$-\Delta \phi = 0 \quad (\text{III.70})$$

avec les conditions aux bords :

- $-\nabla \phi \cdot \hat{n} = 0$ sur la surface des fibres ;
- $-\nabla \phi \cdot \hat{n} = 0$ le long des parois de la fissure dans les régions inertes ;
- $-\nabla \phi \cdot \hat{n} = w_\sigma$ le long des parois de la fissure dans les régions réactives avec w_σ le flux d'oxyde par unité de surface généré par la chimie.

4. le potentiel lui même puisse être développé comme

$$\phi(x, y, z, t) = \Phi(x, y, t) + \varepsilon \Phi_1 + \varepsilon^2 \Phi_2 + \text{etc.} \quad (\text{III.71})$$

avec Φ_1 et Φ_2 du même ordre de grandeur ou plus petit que Φ

Sous ces hypothèses en intégrant la contrainte d'incompressibilité sur la hauteur de la fissure, et en appliquant ensuite le théorème de Leibnitz, on trouve avec la notation de la figure III.15(a)

$$0 = \int_{-e_2(x,y)}^{e_1(x,y)} \nabla \cdot \vec{u}_l dz = \nabla \cdot \left(\int_{-e_2(x,y)}^{e_1(x,y)} \nabla_{xy} \cdot \vec{U}_l dz \right) - \left(\vec{U}_l(x, y, e_1) \cdot \nabla_{xy} e_1 + \vec{U}_l(x, y, -e_2) \cdot \nabla_{xy} e_2 \right) + w_l(x, y, e_1) - w_l(x, y, -e_2) \quad (\text{III.72})$$

avec ∇_{xy} l'opérateur ∇ bidimensionnel.

On utilise maintenant le fait que les normales sortantes du domaine liquide aux surfaces $e_1(x, y)$ et $-e_2(x, y)$ soient

$$\hat{n}_1 = \frac{(-\nabla_{xy} e_1, 1)}{\sqrt{1 + \|\nabla_{xy} e_1\|^2}}, \quad \hat{n}_2 = \frac{(-\nabla_{xy} e_2, -1)}{\sqrt{1 + \|\nabla_{xy} e_2\|^2}} \quad (\text{III.73})$$

ce qui nous permet d'écrire en utilisant les conditions aux bords et les hypothèses faites

$$0 = \nabla \cdot \left(\int_{-e_2(x,y)}^{e_1(x,y)} \nabla_{xy} \cdot \vec{U}_l dz \right) + w_{\sigma 1} \sqrt{1 + \|\nabla_{xy} e_1\|^2} + w_{\sigma 2} \sqrt{1 + \|\nabla_{xy} e_2\|^2} = \nabla \cdot (e_f \vec{U}_0) + w_1 + w_2 + \mathcal{O}(\varepsilon) \quad (\text{III.74})$$

avec $e_f = e_1 + e_2$. A l'ordre 0 on obtient donc

$$-\nabla_{xy} \cdot (e_f \vec{U}_0) = Q \quad (\text{III.75})$$

avec Q la distribution spatiale du flux excédentaire d'oxyde formé dans la région bouchée.

En utilisant la définition du potentiel, on peut aussi écrire que

$$e_f \vec{U}_0 = - \int_{-e_2}^{e_1} \nabla_{xy} \phi(x, y, z, t) dz + \mathcal{O}(\varepsilon) \quad (\text{III.76})$$

1. par horizontal, on veut dire dans le plan de la fissure

Par les hypothèses faites sur ϕ on peut finalement écrire

$$e_f \vec{U}_0 = - \int_{-e_2}^{e_1} \nabla_{xy} \Phi(x, y, t) dz + \mathcal{O}(\varepsilon) = -e_f \nabla_{xy} \Phi + \mathcal{O}(\varepsilon) \quad (\text{III.77})$$

Ce qui nous permet de calculer le champ de vitesses horizontales en résolvant le problème de Poisson

$$\Delta \Phi = Q \quad (\text{III.78})$$

où par simplicité on a omis l'indice xy pour le Laplacien dans la direction horizontale. Les valeurs de \vec{U}_0 sont obtenues comme $\vec{U}_0 = -\nabla \Phi$

4.2.4 Méthode du calcul par éléments finis de l'équation de continuité

Afin de déterminer des valeurs aux nœuds des vitesses, dans chaque sous domaine liquide Ω_{lk} on considère la discrétisation classique en éléments finis P1. Pour un nœud i du maillage, cela nous mène à l'équation (on omet l'indice lk pour alléger la notation

$$- \iint_{\Omega} e_f \nabla w_i \cdot \nabla \Phi d\Omega + \int_{\delta\Omega} w_i e_f \nabla \Phi \cdot \hat{n} d\gamma = \iint_{\Omega} w_i Q d\Omega \quad (\text{III.79})$$

ayant ici utilisé la condition de Neumann sur les fibres et le fait que les autres bords soient des bords libres. L'évaluation des intégrales comme fait précédemment, on obtient le système linéaire

$$\left(-\mathbf{K}_{e_f} + \tilde{\mathbf{A}}_{e_f}^{\delta\Omega} \right) [\Phi] = \mathbf{M}[Q] \quad (\text{III.80})$$

avec $\left(\tilde{\mathbf{A}}_{e_f}^{\delta\Omega} \right)_{ij}$ la matrice obtenue en évaluant l'intégrale

$$\left(\tilde{\mathbf{A}}_{e_f}^{\delta\Omega} \right)_{ij} = \int_{\delta\Omega} w_i e_f \nabla w_j \cdot \hat{n} d\gamma \quad (\text{III.81})$$

Les valeurs aux nœuds de la vitesse sont finalement obtenus par la projection :

$$\int_{\Omega} w_i \vec{U}_0 = \int_{\Omega} w_i \nabla \Phi \quad (\text{III.82})$$

ou de manière équivalente par

$$\mathbf{M}[\vec{U}_0] = \vec{\mathbf{D}}[\Phi] \quad (\text{III.83})$$

où $\vec{\mathbf{D}}_{ij} = \left(\int w_i \partial_x \Phi_j, \int w_i \partial_y \Phi_j \right)$

4.3 Validation

Pour cette partie la validation du modèle retenu ainsi que de son implémentation numérique sera réalisée par une comparaison avec un cas simple.

Le cas choisi est celui d'une source ponctuelle Q située sur une plaque, aux coordonnées (x_0, y_0) . Dans ce cas, la solution analytique du potentiel est donnée par la méthode des images et vaut :

$$\Phi = \frac{Q}{2\pi} \ln \left((x - x_0)^2 + (y - y_0)^2 \right) \quad (\text{III.84})$$

Dans COCA, afin de pouvoir utiliser l'algorithme défini dans la section précédente, la source ponctuelle sera représentée par une maille au centre du maillage défini comme zone réactive et donc source de liquide, comme représenté sur la figure III.17. Le reste du maillage sera recouvert de liquide (tout le domaine sera bouché), afin de pouvoir calculer le potentiel en tout point.

Le potentiel est alors calculé par COCA d'une part et par la solution analytique d'autre part. Le profil du potentiel est représenté sur la figure III.18 en fonction de la distance à la source.

Le profil du potentiel obtenus dans COCA est proche de la solution analytique, l'écart entre les deux résultats étant lié à la finesse du maillage utilisé et à l'hypothèse initiale de considérer

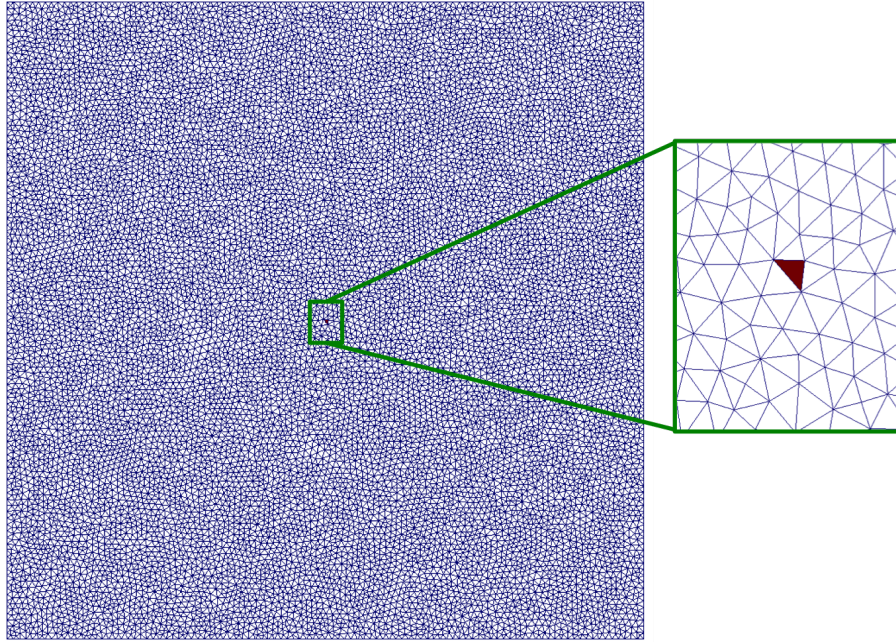


Figure III.17 – Maillage d’une plaque contenant une cellule réactive représentant une source ponctuelle avec zoom sur la zone réactive

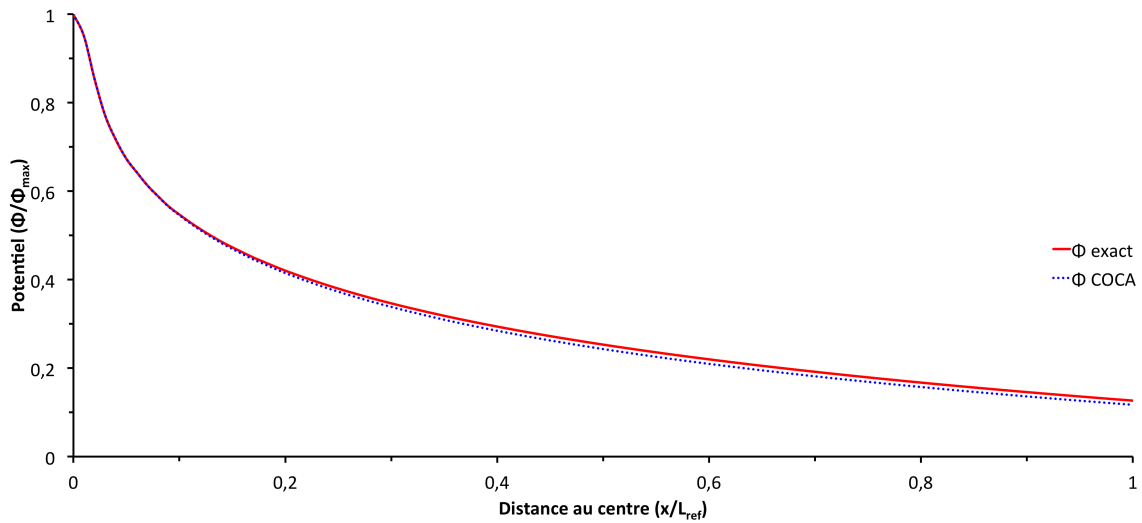


Figure III.18 – Comparaison du potentiel calculé par COCA avec la solution analytique en fonction de la distance à la source

une maille du maillage comme source ponctuelle, ce qui a un impact sur la distribution du champ potentiel.

En effet, l’algorithme de gestion de l’écoulement potentiel étant appliqué sur les cellules du maillage, le profil des zones isopotentielles peut être influencé par le nombre de mailles composant les zones, avec un grand nombre de mailles, la forme de ces zones redevient circulaire, en accord avec la solution analytique.

5. Enchaînement des étapes, description de l'algorithme

Ce paragraphe a pour but de présenter de manière schématique l'enchaînement des différentes étapes du calcul de cicatrisation. L'algorithme consiste en une boucle en temps où tous les phénomènes modélisés dans ce chapitre vont apparaître dans l'ordre dans lequel ils sont calculés dans le code. Cette boucle se répète jusqu'à atteindre le temps de modélisation désiré.

ébut de la boucle :

- Calcul de la diffusion des espèces
 - Assemblage des matrices
 - Définition des conditions aux bords
 - Calcul des concentrations
 - Mise à jour des concentrations
- Calcul des variations des hauteurs
 - Calcul par la méthode de Newton-Raphson
 - Mise à jour des hauteurs
- Calcul de l'écoulement du liquide
 - Définition des zones bouchées
 - Calcul du potentiel dans chaque zone
 - ◊ Assemblage des matrices
 - ◊ Définition des conditions aux bords
 - ◊ Calcul des concentrations
 - Calcul de la vitesse
 - Mise à jour de la hauteur d'oxyde

Fin de la boucle

6. Résultats du code de cicatrization

Après avoir décrit le modèle dans ce chapitre, il est nécessaire, maintenant que chaque composant a pu être testé indépendamment, de le comparer à un modèle existant.

6.1 Comparaison avec le modèle 1D de [Rebillat 04b] : influence de l'étalement de l'oxyde

Nous allons ici illustrer les similitudes et les différences avec le modèle précédemment développé par [Rebillat 04b], afin de mettre en évidence l'importance de l'étalement du liquide. Afin de pouvoir obtenir des résultats comparables entre 1D et 2D, le maillage 2D utilisé pour ces calculs de comparaison a été créé à partir d'un maillage 1D de la fissure reprenant les mêmes caractéristiques que celui utilisé par [Rebillat 04b].

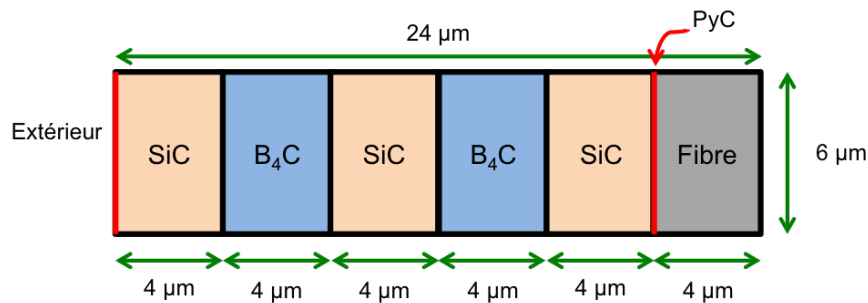


Figure III.19 – Domaine de calcul créé pour la comparaison avec le modèle 1D

Ce maillage 1D a ensuite été extrudé sur la seconde dimension afin de pouvoir être traité par le code d'oxydation. Comme le montre la figure III.19, ce domaine comporte deux zones réactives et trois inertes pour la matrice, et une fibre protégée par une couche de pyrocarbone. Les dimensions ont été choisies en accord avec le modèle 1D, la largeur d'extrusion a été choisie de manière à pouvoir considérer ce maillage comme un échantillon d'un maillage plus grand.

Les paramètres choisis pour cette validation du code d'oxydation sont ceux définis par [Rebillat 04b], et sont récapitulés dans le tableau ci-dessous :

Paramètre	Valeur ou loi retenue
Epaisseur de la fissure	2 μm
Température	600 $^{\circ}\text{C}$
Largeur de la fissure	20 μm
Pression totale	1.01310 ⁵ Pa
Fraction d'oxygène	0.21
Coefficient de diffusion	$\mathcal{D}_{\text{O}_2}^g = 10000x\mathcal{D}_{\text{O}_2}^l$
constantes de réaction	$k_{\text{B}_4\text{C}} = 3.10^9 k_{\text{SiC}}$

TABLEAU [III.3] – Liste des paramètres choisis pour le calcul

Pour le modèle de [Rebillat 04b], le liquide formé s'étale de manière uniforme dans la fissure, puis le niveau d'oxyde monte progressivement jusqu'à l'obtention d'un bouchon venant fermer toute la fissure, ce qui est représenté sur la figure III.20

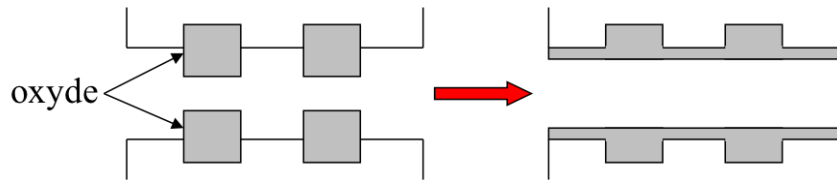


Figure III.20 – Choix retenu pour l'étalement de l'oxyde dans la fissure par [Rebillat 04b]

Dans le code COCA, et comme présenté dans la section précédente, il a été choisi de considérer que le liquide se formait au dessus des couches réactives uniquement, puis lorsque le bouchon se forme à un endroit de la fissure, l'excédent d'oxyde qui continue à se former commence alors à s'étaler sur les zones environnantes.

Cette différence d'approche entre les deux modèles va avoir un impact sur la distribution d'oxygène dans la fissure, et sur l'oxydation des couches de B_4C dont la cinétique est contrôlée par la quantité d'oxygène parvenant à traverser la couche d'oxyde présente, disposant d'un coefficient de diffusion pour O_2 beaucoup plus faible que celui de l'air.

La comparaison entre les résultats obtenus et ceux de [Rebillat 04b] montrent une similitude du comportement de la couche réactive, avec une augmentation au cours du temps de l'épaisseur de B_4C consommé mettant en évidence un gradient de consommation dû au profil de la concentration en oxygène dans le matériau. Sur la figure III.21(a) seules les différentes couches de la matrice sont représentées afin d'obtenir une meilleure vue de l'évolution de la hauteur de B_4C .

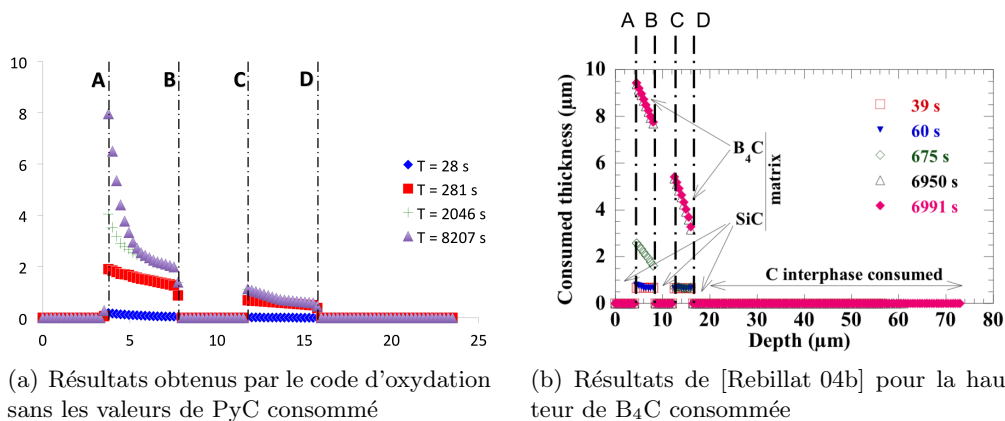


Figure III.21 – Hauteur de B_4C consommée au cours du temps pour une matrice de $20\mu m$, une épaisseur de fissure de $2\mu m$, et une température de $600^\circ C$

Malgré un comportement similaire de l'oxydation du B_4C , les hauteurs consommées présentent des différences de profil importantes qui peuvent être expliquées par les choix retenus pour la gestion de l'étalement de l'oxyde dans la fissure lors de l'oxydation du B_4C .

En effet, la figure III.22 montre cette différence de comportement entre les deux modèles. En effet si dans le cas de [Rebillat 04b], la diffusion de l'oxygène se fait dans un même environnement sur toute la longueur de la fissure (gaz ou liquide), le modèle présenté dans ce chapitre permet d'avoir des situations où l'oxygène va devoir traverser une alternance de zone gazeuses et liquides. La différence d'ordre de grandeur entre les coefficients de diffusion dans l'air et dans le liquide entraînent d'importants gradients de concentration en oxygène, ce qui influe la quantité de B_4C formé et de B_2O_3 créé.

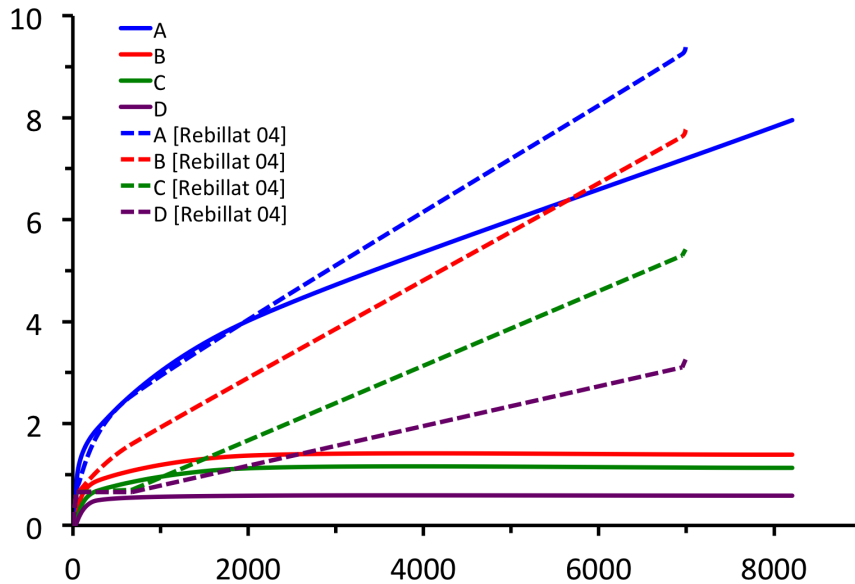


Figure III.22 – Comparaison des résultats en entrée et sortie de chaque zone réactive en fonction du temps

6.2 Evolution de la cicatrisation d'une fissure dans un fil au cours du temps : effets 2D

A ce niveau de développement, il est possible d'utiliser le code COCA afin de modéliser la cicatrisation d'une fissure présente dans un fil et d'observer la diffusion d'oxygène au cours du temps. L'aspect 2D de la modélisation va ainsi permettre d'obtenir des renseignements sur la topologie de la cicatrisation, ainsi que sur l'efficacité de cette protection apportée par le B_4C .

6.2.1 Présentation du cas étudié

Le cas étudié est celui d'un fil contenant environ 500 fibres (voir figure III.23) situé dans un environnement à $700^\circ C$, et ayant une fissure dont l'épaisseur (constante dans le temps) varie entre 1 et $1.2\mu m$.

Ce calcul va permettre d'étudier le comportement du fil lors des premières heures de la phase de cicatrisation.

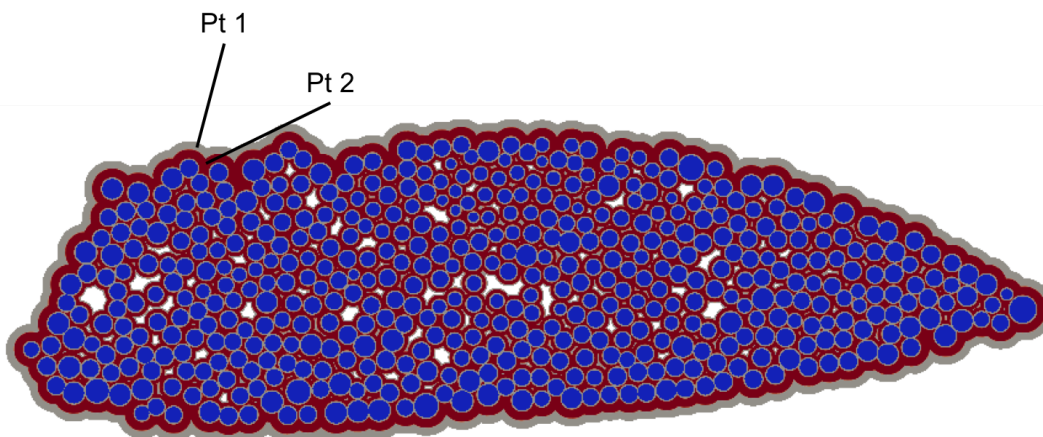


Figure III.23 – Vue de dessus de la fissure dans le fil

6.2.2 Evolution de la concentration d'oxygène dans la fissure

La première grandeur qu'il convient d'examiner est la concentration d'oxygène dans la fissure, ainsi que son évolution au cours du temps. La figure III.24 montre l'évolution temporelle de cette concentration en deux points repérés sur la figure III.23 : le point *Pt 1* est situé dans la couche inerte externe du fil, alors que le point *Pt 2* est situé dans une couche réactive proche d'une fibre.

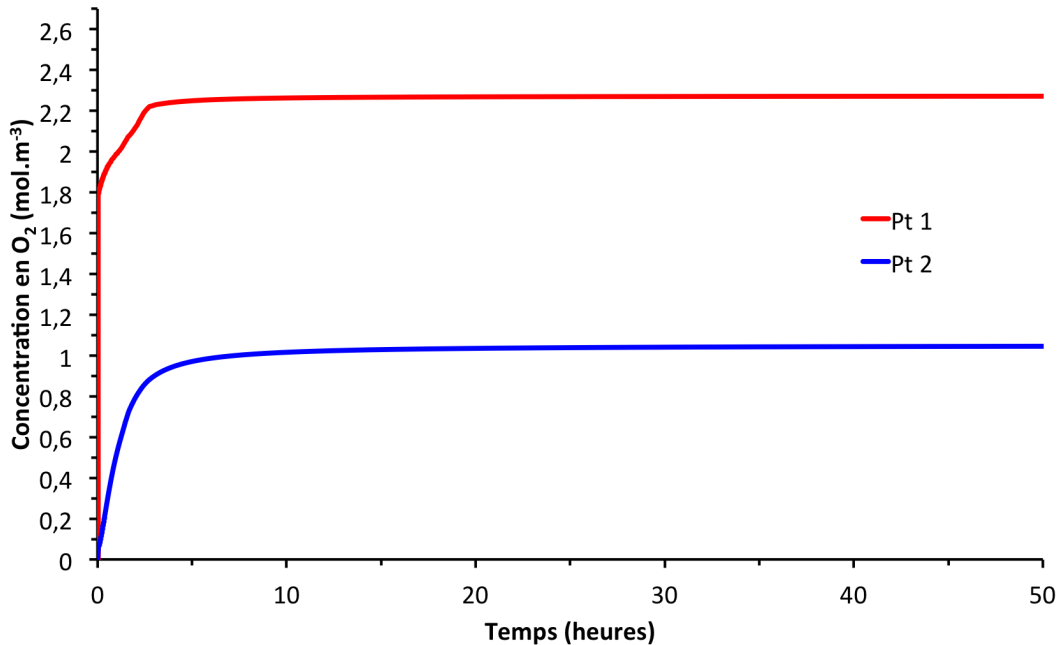


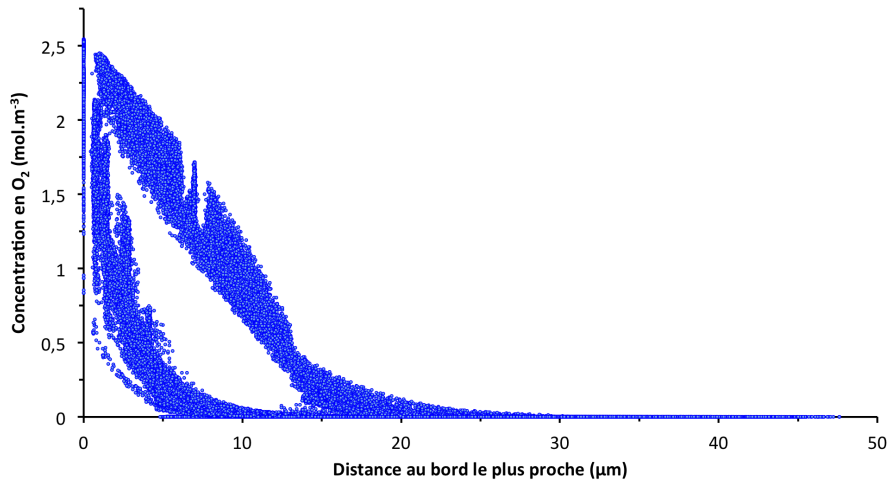
Figure III.24 – Evolution de la concentration en oxygène en fonction du temps pour deux points (repérés sur la figure III.23) selon leur distance au domaine extérieur

Il est également intéressant de constater la répartition de la concentration en oxygène en fonction de la distance aux bords du maillage en plusieurs instants, afin de suivre son évolution comme le montre la figure III.25.

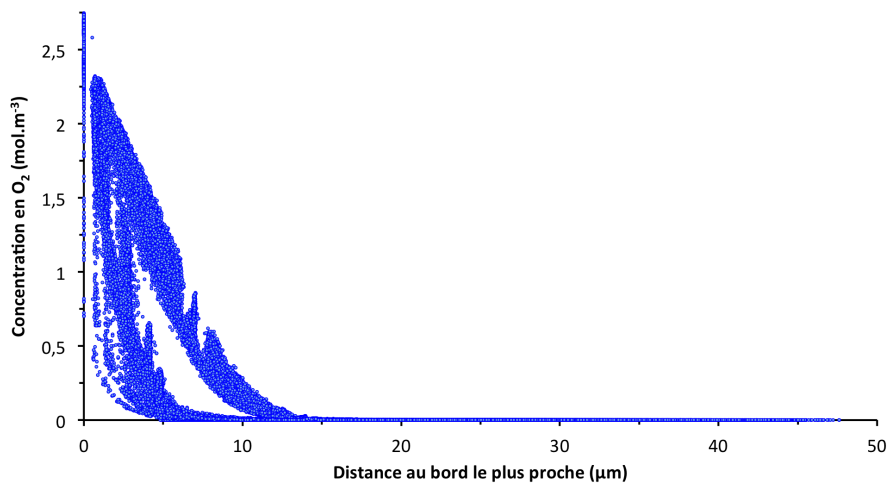
La concentration en oxygène décroît selon deux profils distincts selon qu'il s'agisse de l'extérieur du fil ou de macro pores. En effet les couches de la matrice sont plus épaisses sur l'extérieur du fil qu'en son sein. Dès le début du calcul l'oxygène est consommé dans la fissure, et un gradient se forme en fonction de la distance au bord (figure III.25(a)). Ensuite lorsque le bouchon se forme, ce gradient de concentration croît et seules les zones situées entre le bord de la fissure et le bouchon restent approvisionnées en oxygène (figure III.25(b)). Au bout d'un certain temps, l'oxygène va parvenir à traverser la couche d'oxyde protectrice et la concentration en O_2 va progressivement augmenter dans toute la fissure (figure III.25(c)). En poursuivant le calcul dans le temps, il apparaît que le profil de la concentration n'évolue quasiment plus au cours du temps.

Cette évolution du gradient de concentration peut également être observée sur la figure III.26, où la chute de la concentration due au bouchage est visible. En effet, sur la figure III.26(b), représentant le début du calcul, on observe que le gradient de concentration entre l'extérieur et les fibres est uniforme sur l'ensemble des zones proches des sources d'oxygène. Lorsque les premières zones bouchées apparaissent, la concentration en oxygène chute alors rapidement dans ces zones, ce qui est visible sur la figure III.26(c), où l'on observe que la concentration chute plus rapidement lorsqu'on s'éloigne du bord extérieur, ainsi que la présence de zones de faible concentration proches du bord, correspondant aux bouchons liquides ralentissant la diffusion d'oxygène.

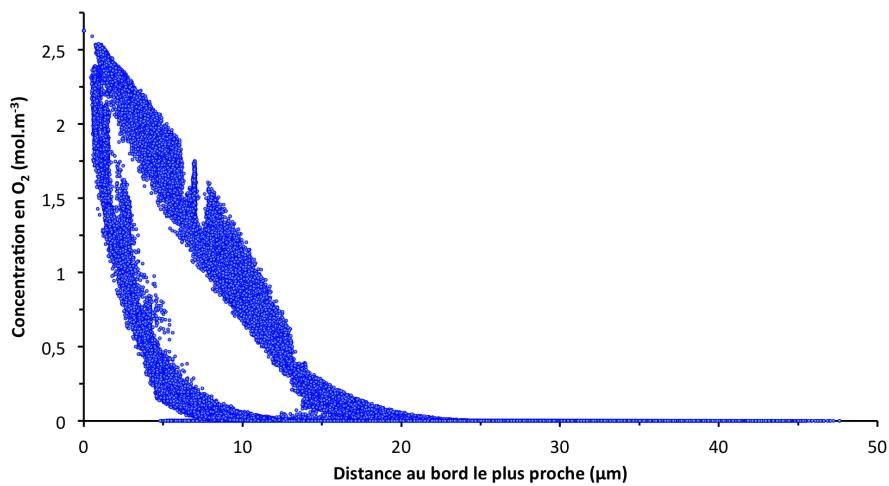
La figure III.26(d) représente la distribution de la concentration en O_2 en présence d'un bouchon recouvrant de manière continue la couche de matrice réactive la plus proche du domaine extérieur. A cet instant, il existe un gradient de concentration important entre le domaine extérieur et le front du bouchon, l'intérieur de la fissure étant quasiment dépourvu d'oxygène. Au bout



(a) Début du calcul



(b) $t = 20 \text{ min}$



(c) $t = 10 \text{ h}$

Figure III.25 – Répartition de la concentration en oxygène en fonction de la distance au bord le plus proche pour différents temps

d'un temps plus important (figure III.26(e)), l'oxygène parvient à traverser le bouchon, et le gradient de concentration redevient similaire à celui présent avant l'apparition du bouchon.

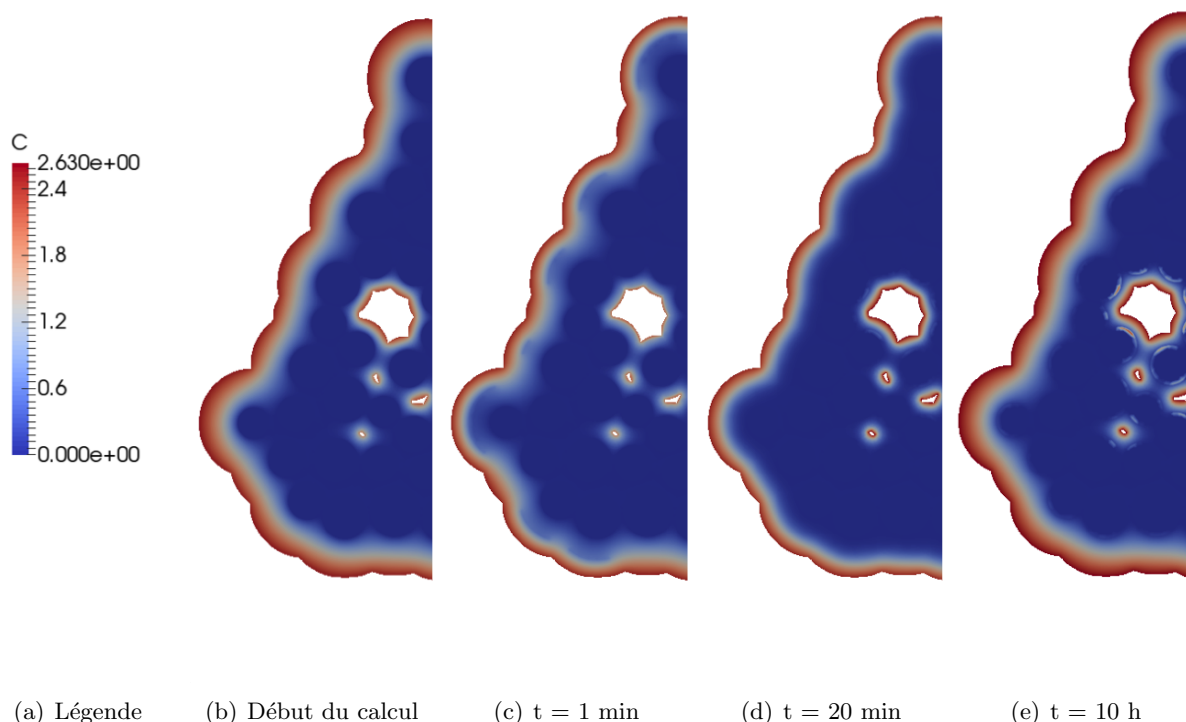


Figure III.26 – Evolution du champ de concentration au cours du temps

6.2.3 Progression de l'oxyde dans la fissure

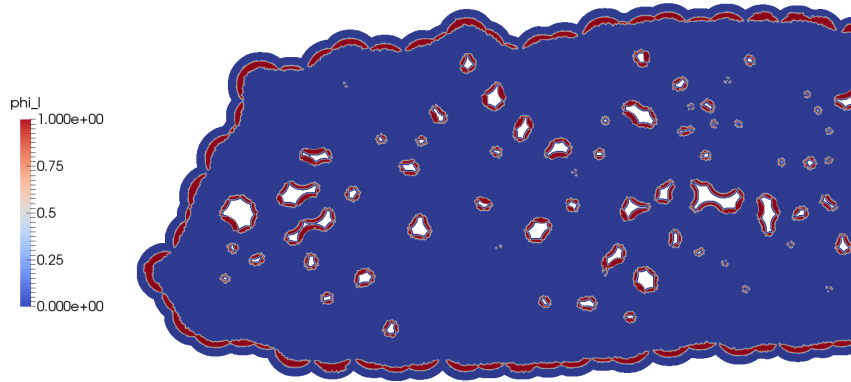
La quantité d'oxygène présent dans la fissure détermine l'oxydation des couches réactives de la matrice, et il est possible d'observer l'évolution de l'oxyde dans la fissure au cours du temps. Dans un premier temps, l'oxyde sera localisé au dessus des zones réactives (figure III.27(a)), puis lorsque le bouchon va commencer à se former, l'oxyde va s'étaler dans la fissure jusqu'à former une couche protectrice (figure III.27(b)).

La première phase de formation de l'oxyde (figure III.27(a)) est à mettre en relation avec la figure III.26(c) représentant la concentration en oxygène à cet instant. La formation de l'oxyde jusqu'à cet état est assez rapide (une centaine de secondes) car le bouchon n'est pas encore formé. Lorsque cet état est atteint, la présence de multiples zones bouchées va fortement freiner la diffusion d'oxygène dans la fissure, ralentissant ainsi la formation de l'oxyde.

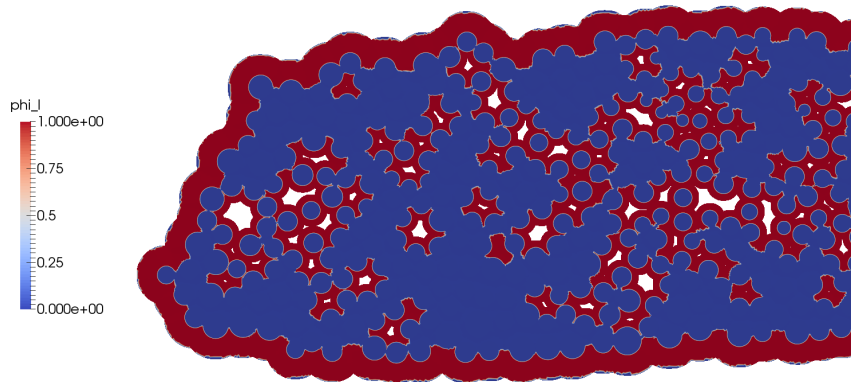
Les différentes zones bouchées vont continuer à croître (plus lentement à cause de la faible concentration en oxygène), et ces bouchons vont peu à peu s'étaler sur les zones environnantes, offrant ainsi une protection plus importante contre l'oxygène.

La progression de l'oxyde sur des temps plus long est représentée sur la figure III.28, qui montre l'évolution de la hauteur d'oxyde formé en un point de la zone réactive en fonction du temps (Pt 2).

La hauteur de la fissure étant constante dans le temps, cette courbe représente la quantité de B_4C consommé grâce à la relation $h_{B_4C} = h_l + h_g - e_f$ ($h = 0$ quand le bouchon est formé). On constate qu'après un très court instant correspondant à l'apparition du bouchon où la progression est linéaire, celle-ci devient ensuite parabolique, à cause de la présence d'oxyde au dessus de la couche de B_4C .



(a) Première phase : formation de l'oxyde sur les zones réactives de la matrice



(b) Seconde phase : étalement de l'oxyde dans la fissure

Figure III.27 – Visualisation des deux phases de la progression de l'oxyde dans la fissure

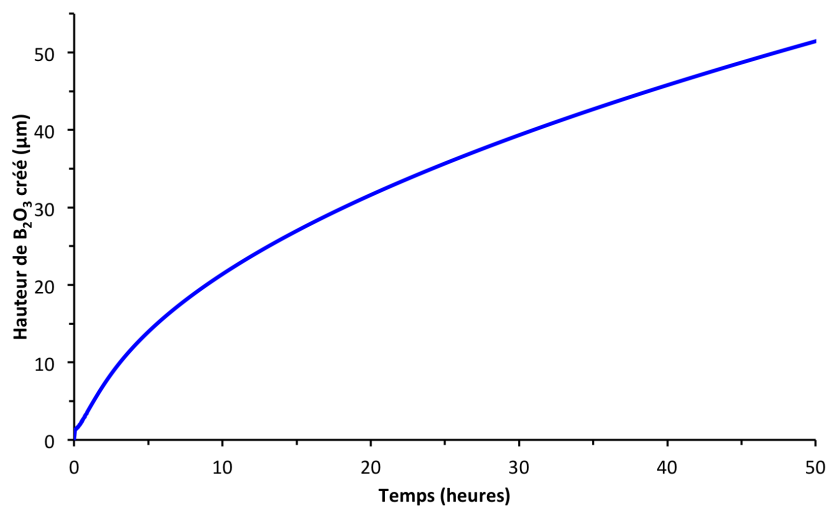


Figure III.28 – Evolution de la hauteur d'oxyde formé au dessus d'une couche réactive de la matrice (point Pt 2) en fonction du temps

6.3 Modélisation des premiers instants de la cicatrisation [Vignoles 12]

Le cas présenté dans cette section représente un morceau de fil contenant environ 50 fibres. Les paramètres choisis pour cette étude sont récapitulés dans le tableau suivant

Paramètre	Valeur
Température	700 °C
Coefficient de diffusion de O ₂ dans le gaz	9.4 10 ⁻⁵ m ² .s ⁻¹
Coefficient de diffusion de O ₂ dans le liquide	5.4 10 ⁻¹⁰ m ² .s ⁻¹
Hauteur de fissure	1 µm
Epaisseur de pyrocarbone	0.1 µm
Constante de réaction du PyC	1.7 10 ⁻³ m.s ⁻¹
Constante de réaction du B _x C	1. 10 ⁻³ m.s ⁻¹

TABLEAU [III.4] – Valeurs des paramètres choisis pour le calcul

Le calcul permet de montrer l'évolution des variables pendant les premiers instants de la phase de cicatrisation, jusqu'à la formation du bouchon.

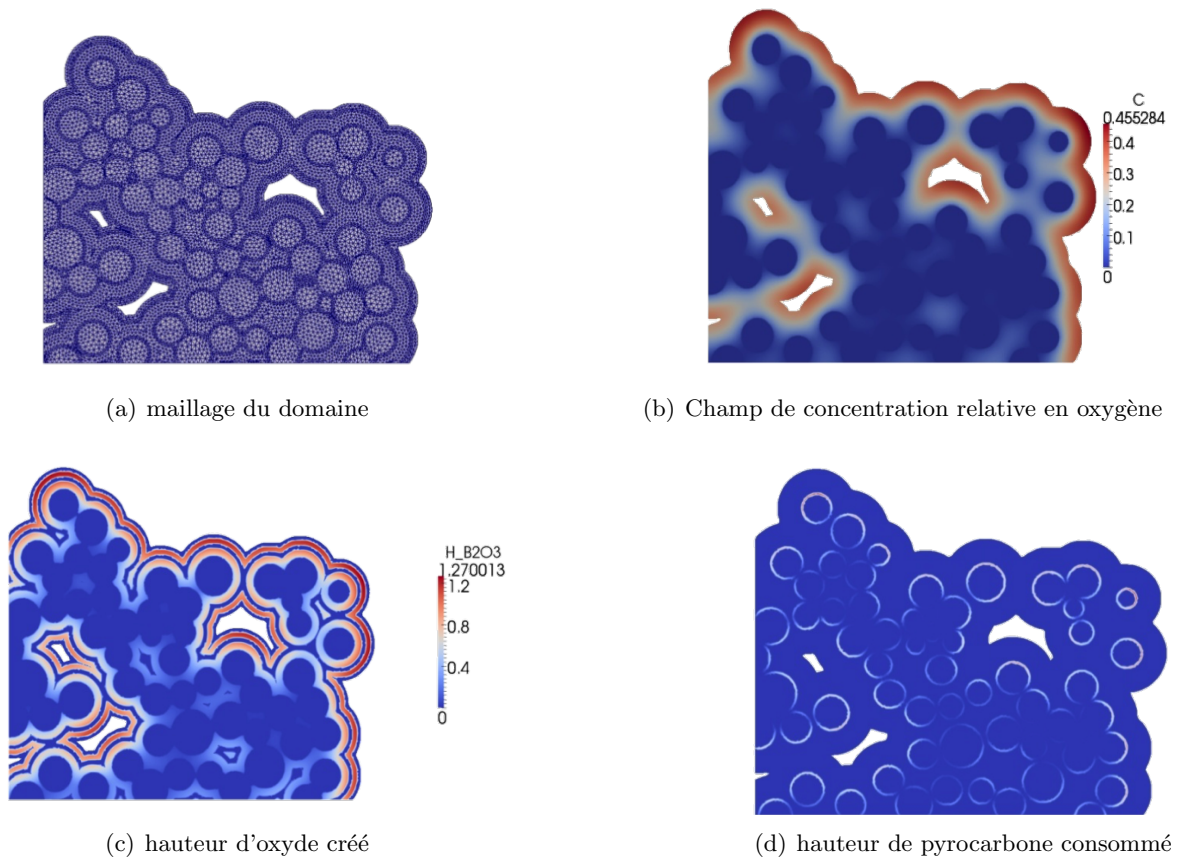


Figure III.29 – Visualisation des résultats pour $t = 112s$

La figure III.29(b) permet de mettre en évidence la consommation d'oxygène dans la fissure par les couches réactives de la matrice ainsi que par le pyrocarbone entourant les fibres. En regardant la figure figure III.29(c), il apparaît que les zones présentant une forte concentration en oxygène sont celles où le plus d'oxyde a été formé, et que les zones dépourvues d'oxygène ne forment quasiment pas de B₂O₃. La figure figure III.29(d) montre le lien entre la quantité de

pyrocarbone consommé et la position des fibres. En effet, les fibres les plus proches des sources d'oxygène que sont l'extérieur du domaine et les pores sont plus touchées par la consommation du PyC. La dispersion de cette consommation de pyrocarbone est représentée sur la figure III.30 pour les points correspondant aux nœuds les plus proches du bord.

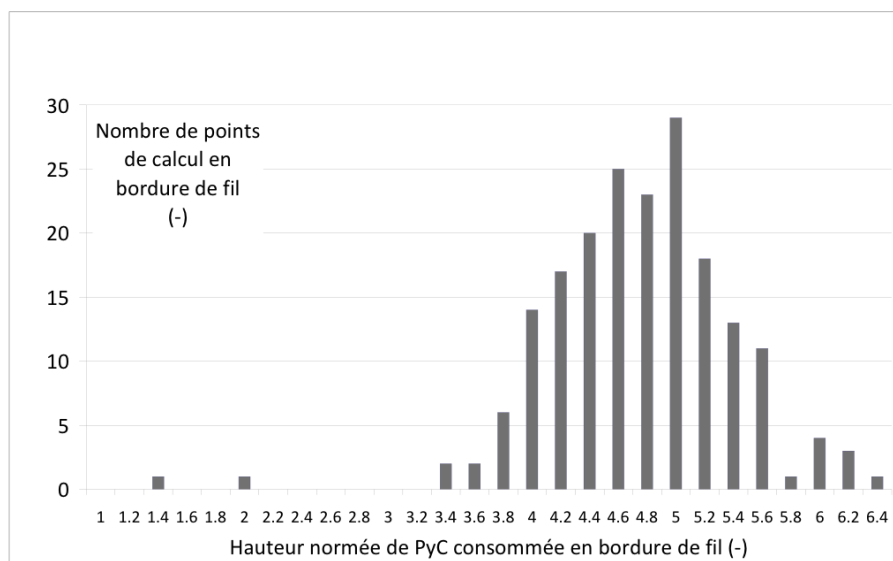


Figure III.30 – Histogramme des hauteurs de pyrocarbone pour les points les plus proches du bord du domaine

6.4 Mise en évidence des éléments ajoutés au modèle

Les résultats présentés dans cette section proviennent de calculs effectués à titre d'exemples afin de pouvoir mettre en avant les différents phénomènes ajoutés au modèle. L'ensemble de ces calculs sont réalisés avec les paramètres suivants (identiques à ceux de [Vignoles 12]), sauf mention contraire :

Paramètre	Valeur
Température	700 °C
Coefficient de diffusion de O ₂ dans le gaz	$9.4 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
Coefficient de diffusion de O ₂ dans le liquide	$5.4 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
Hauteur de fissure	1 μm
Epaisseur de pyrocarbone	0.1 μm
Constante de réaction du PyC	$1.7 \cdot 10^{-3} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$
Constante de réaction du B _x C	$1. \cdot 10^{-3} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$

TABLEAU [III.5] – Paramètres retenus pour les calculs

6.4.1 Influence de la volatilisation sous atmosphère humide

Afin de pouvoir mettre en évidence l'influence de la volatilisation du B₂O₃ sous atmosphère humide, deux calculs ont été effectués avec des paramètres identiques, l'un sous air sec, et l'autre avec présence de vapeur d'eau dans l'atmosphère. La figure III.31 montre l'évolution de la hauteur de gaz oxydant disponible en un point de la couche réactive pour ces deux cas. On rappelle ici que cette hauteur représente la distance entre la couche d'oxyde et la demi hauteur

de fissure, son bouchage étant décrit par une hauteur de gaz h_g nulle. En présence de vapeur d'eau, le temps de bouchage est allongé, et on constate que l'effet de la volatilisation est accentué au cours du temps.

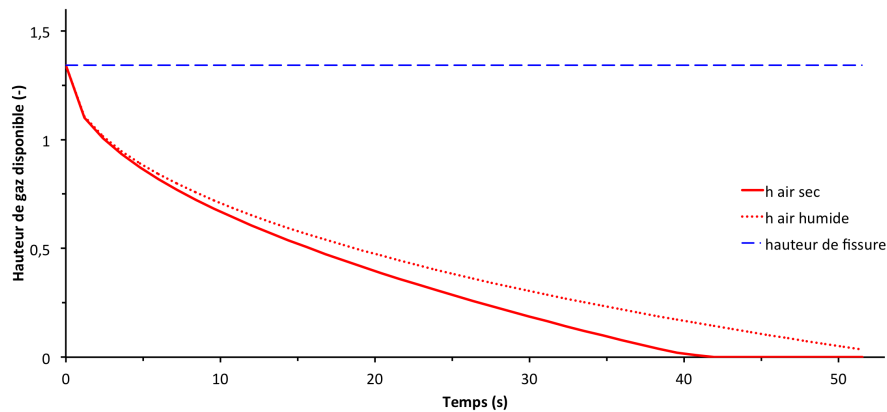


Figure III.31 – Evolution de la hauteur de gaz disponible en un point de la couche réactive sous air sec et sous air humide

6.4.2 Réouverture d'une partie de la fissure après formation du bouchon

L'objectif de cet exemple est de mettre en évidence et de vérifier la gestion d'un cas de réouverture de fissure dans le temps. Dans ce cas il a été choisi de lancer un calcul avec une fissure initiale plane jusqu'à l'obtention du bouchage de l'extérieur de la fissure comme le montre la figure III.32. L'image de droite est une représentation 3D de la fissure bouchée vue depuis le bord gauche du domaine.

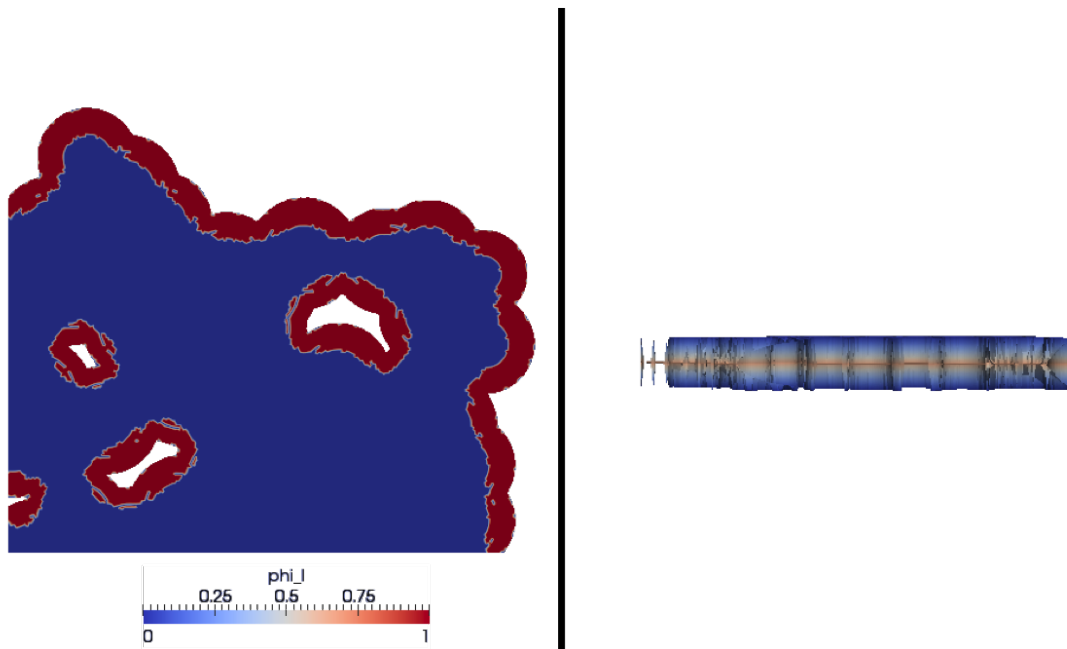


Figure III.32 – Etat de la cicatrisation après quelques heures, présence d'un bouchon sur l'ensemble des zones proches du domaine extérieur

Lorsque cet état de bouchage est atteint, le calcul est arrêté et un nouveau champ de hauteur de fissure est introduit, entraînant une réouverture partielle de la fissure (image de droite de la figure III.33). Le calcul reprend ensuite en tenant compte de la nouvelle géométrie de la fissure, et redéfinit le nouvel état de bouchage de la fissure. Les zones restant bouchées sont visibles sur l'image de gauche de la figure III.33.

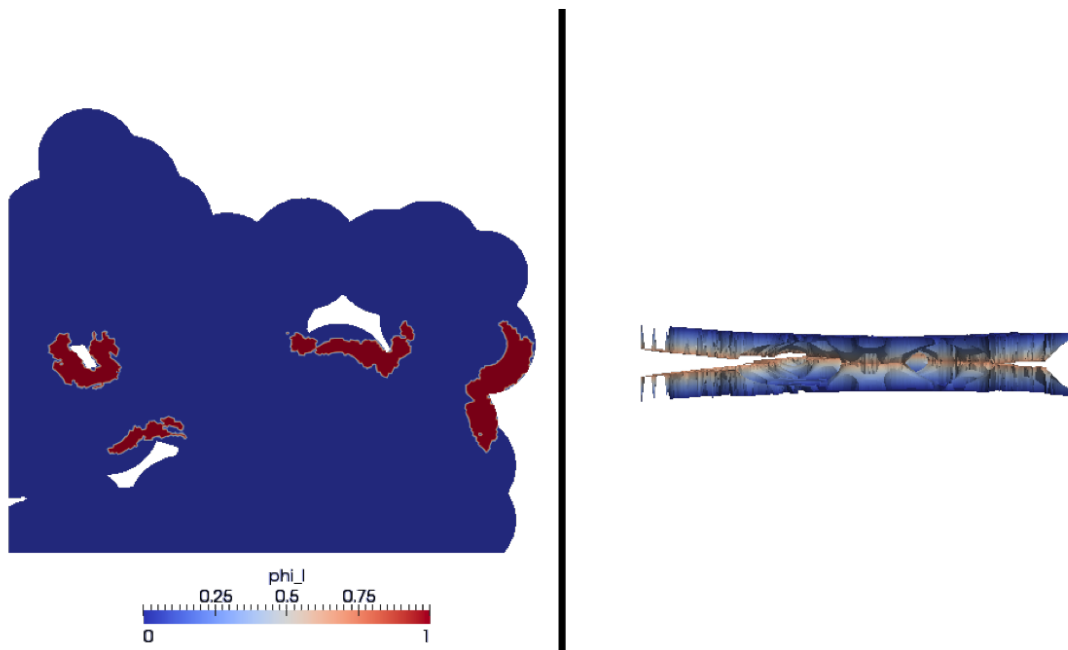


Figure III.33 – Réouverture partielle de la fissure et zones bouchées restantes

La cicatrisation se poursuit alors avec ces nouveaux paramètres, et l'état du nouveau bouchon peut être observé sur la figure III.34. Contrairement au premier bouchon (fissure plane), certaines zones assez éloignées du domaine extérieur se retrouvent maintenant bouchées, ce qui s'explique par la réouverture de la fissure qui a permis à l'oxygène de pénétrer à nouveau dans la fissure et ainsi d'accélérer la formation de l'oxyde. De plus, une partie du bord avec le domaine extérieur étant plus ouvert, la quantité d'oxyde à produire pour refermer cette zone est plus importante que celle nécessaire à boucher les zones internes, où la hauteur de fissure n'a presque pas évolué.

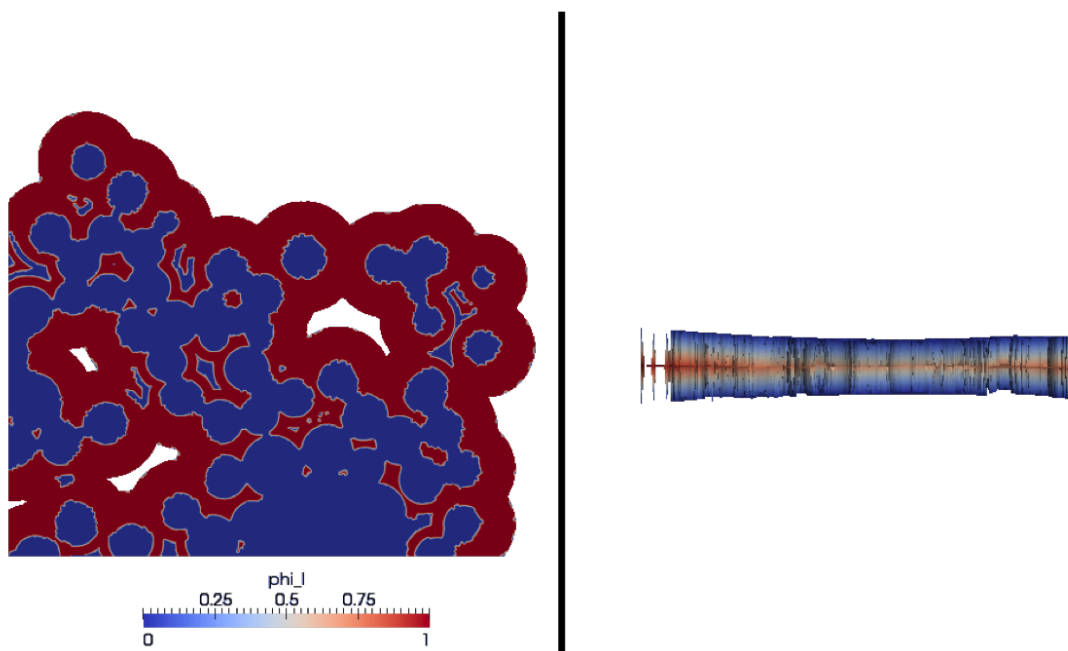


Figure III.34 – Fissure de nouveau bouchée, reprise de la protection contre l'oxydation

6.4.3 Comportement de l'oxyde en présence de fibres cassées [Perrot 14]

Dans ce calcul, il a été choisi de considérer un domaine représentant un quart de fil contenant un groupe de fibres déjà cassées (figure III.35). On rappelle que dans le modèle que lorsque une fibre casse, elle est considérée comme une zone inerte du maillage où l'oxyde va pouvoir s'étaler.

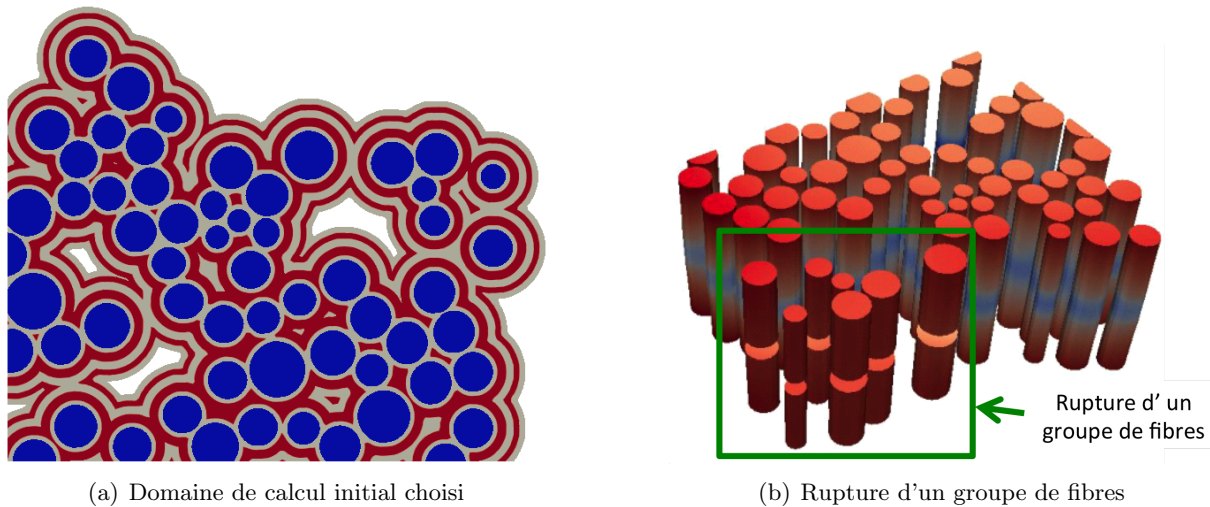


Figure III.35 – Choix du domaine de calcul contenant plusieurs fibres cassées

Les figures III.36 à III.39 représentent l'évolution de la concentration en oxygène dans la fissure au cours du temps sur l'image de gauche, et l'évolution du liquide et du bouchon sur l'image de droite, les fibres sont représentées en gris sur les images.

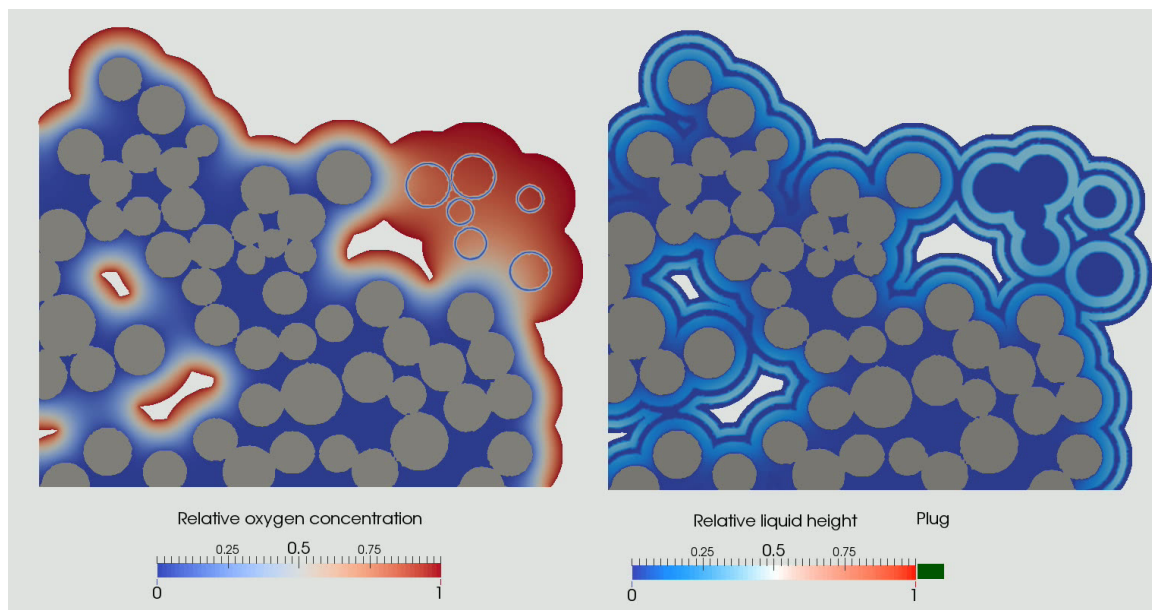


Figure III.36 – Etat de la concentration en O_2 et de l'oxyde après quelques secondes

La figure III.36 montre les tout premiers instants de la cicatrisation, faisant apparaître un gradient de concentration entre le domaine extérieur et les fibres. Cependant dans la zone où les fibres sont rompues, le gradient de concentration est beaucoup plus faible. En effet les fibres lorsqu'elles sont intactes représentent un obstacle physique à la diffusion d'oxygène, qui doit alors les contourner. En revanche lorsqu'elles sont cassées, l'oxygène peut circuler au dessus, les fibres étant considérées comme rétractées jusqu'au niveau de la fissure.

Lorsque le bouchon commence à se former au bout de quelques minutes, l'oxygène ne peut plus pénétrer dans la fissure, ce qui entraîne une chute de la concentration à l'endroit où le

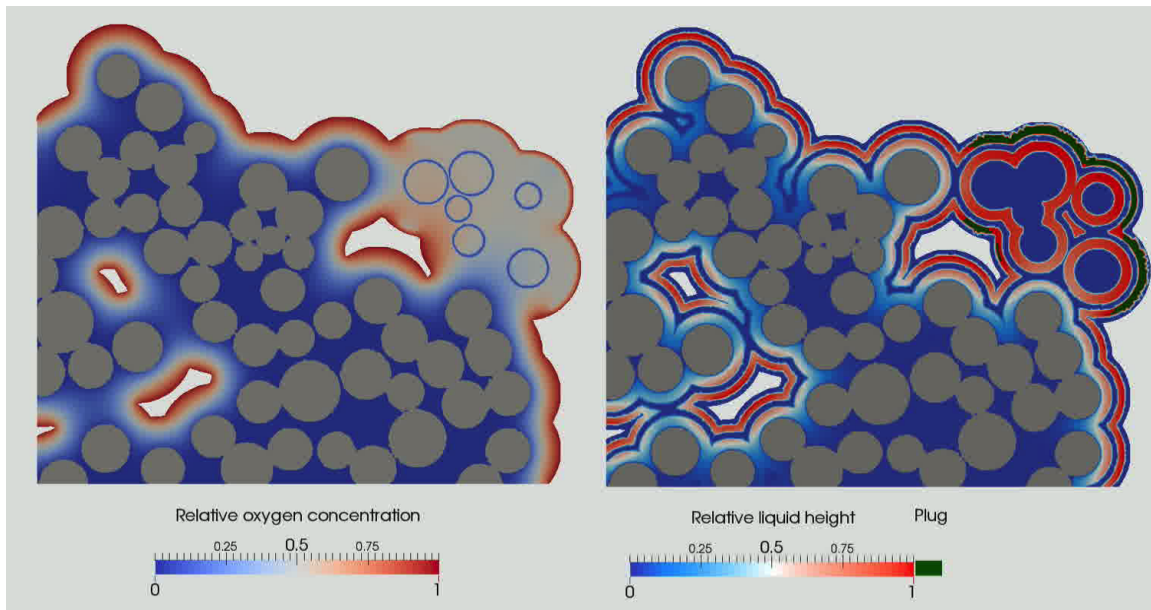


Figure III.37 – Début de bouchage de la fissure, chute locale de la concentration

bouchon est formé comme le montre la figure III.37. L'absence de fibres intactes ayant permis une meilleure circulation de l'oxygène dans cette zone, la formation d'oxyde s'en est donc trouvée accélérée par rapport au reste de la fissure, permettant ainsi la création du bouchon.

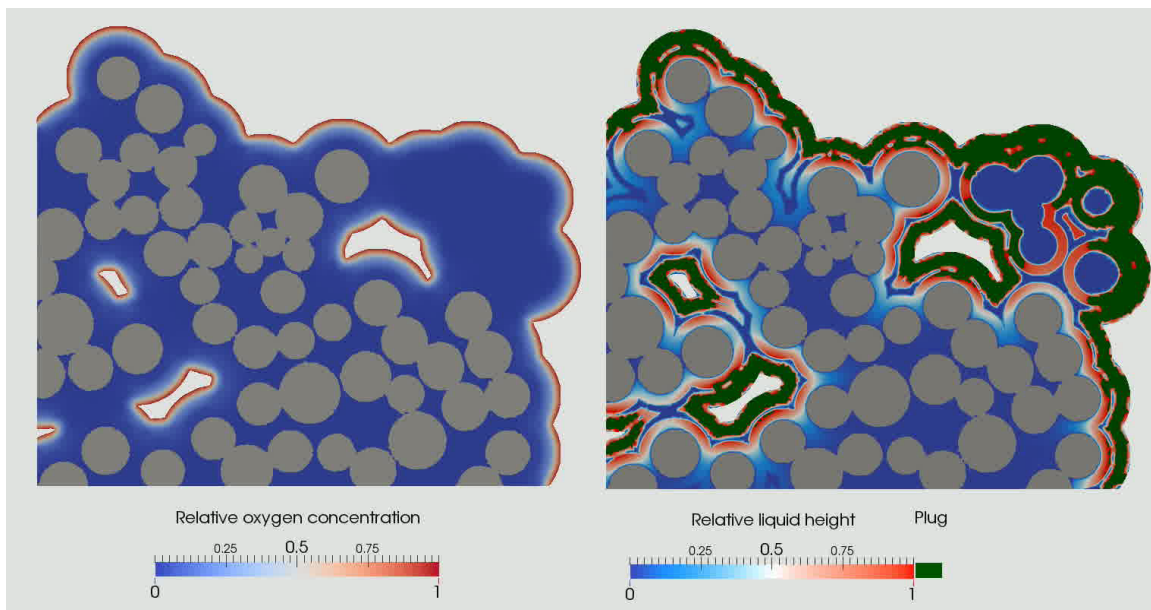


Figure III.38 – Formation du bouchon sur l'ensemble du bord de la fissure

Après quelques dizaines de minutes, on observe que le bouchon est formé sur l'ensemble du bord extérieur de la fissure, et qu'il commence à s'étaler sur les zones voisines. La figure III.38 permet de constater l'influence de ce bouchon sur la concentration en oxygène, qui a désormais chuté dans toute la fissure.

La figure III.39 montre l'état de la cicatrisation après quelques dizaines d'heures. Le bouchon a continué de s'étaler et offre maintenant une couche protectrice allant du bord extérieur de la fissure aux fibres les plus proches de ce bord. Cependant, la concentration en oxygène dans le bouchon augmente, réduisant ainsi l'efficacité de la protection contre l'oxydation du bouchon.

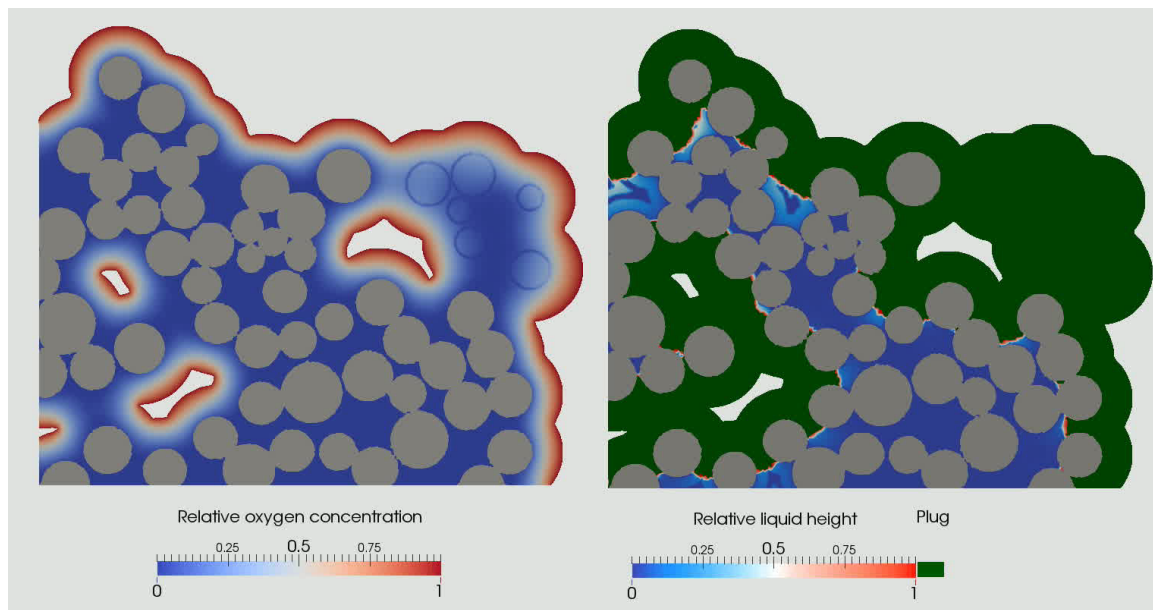


Figure III.39 – Après quelques dizaines d’heures : présence d’un important bouchon dans la fissure et hausse de la concentration d’oxygène

6.5 Conclusion

La phase d’oxydation/cicatrisation/protection d’un CMC à matrice auto-cicatrisante détermine la quantité d’oxygène présent dans une fissure, ainsi que son évolution au cours du temps. Etant donné que l’oxygène est responsable de la dégradation des fibres de SiC, il était nécessaire de développer une modélisation détaillée de cette phase. En effet, chaque phénomène présenté dans ce chapitre joue un rôle important dans la diffusion de l’oxygène dans la fissure, et donc dans la dégradation des fibres à long terme.

A présent que la modélisation de cette phase est achevée, le couplage avec le code d’endommagement mécanique CODA déjà existant peut être mis en place afin de constater l’effet de la présence d’oxygène sur les propriétés mécaniques des fibres.

Modèle couplé : implémentation et résultats

Résumé

Dans ce chapitre le couplage entre les deux codes de calcul sera mis en place afin de permettre la modélisation de chaque étape de la dégradation d'un morceau de fil contenant une fissure. L'ajout de la composante mécanique va ainsi permettre de faire évoluer la géométrie du matériau au cours du temps en fonction des ruptures des fibres, ce qui permettra de quantifier l'influence de la cicatrisation sur la durée de vie du matériau. Ce couplage sera ensuite appliqué à un morceau de fil afin de le valider.

Sommaire

1 Description de l'algorithme de couplage	93
1.1 Présentation du code d'endommagement mécanique utilisé	93
1.2 Mise en place du couplage.....	93
1.3 Algorithme du couplage.....	94
2 Présentation et discussion d'un cas de calcul complet	96
2.1 Endommagement initial.....	96
2.2 Cicatrisation initiale de la fissure.....	98
2.3 Dégradation des fibres	100

1. Description de l'algorithme de couplage

La modélisation de la phase de cicatrisation du matériau constituait une première étape essentielle dans l'étude du comportement mécanique d'un mini composite soumis à une contrainte importante. La modélisation de l'endommagement mécanique subi par ce mini composite constitue la seconde étape qui permettra de déterminer la durée de vie du matériau, et d'observer l'évolution de son comportement au cours du temps.

1.1 Présentation du code d'endommagement mécanique utilisé

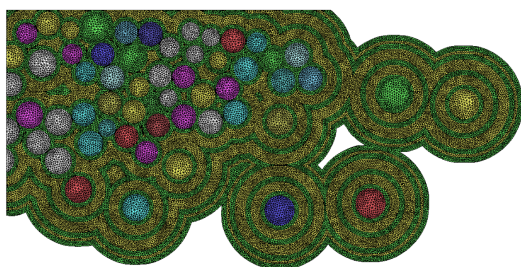
Le code CODA (COMposite Damage Analysis) développé par [Couégnat 08] sera utilisé afin de modéliser l'endommagement mécanique du matériau. Ce code permet de calculer les contraintes subies par le matériau, ainsi que la décohésion entre la matrice et les fibres en présence d'une fissure matricielle.

Le code CODA dispose d'un ensemble d'outils permettant de générer les maillages 3D nécessaires aux calculs d'endommagement à partir des maillages 2D, d'introduire une fissure dans le maillage 3D du matériau, ainsi qu'une décohésion initiale des fibres dans la zone proche de la fissure.

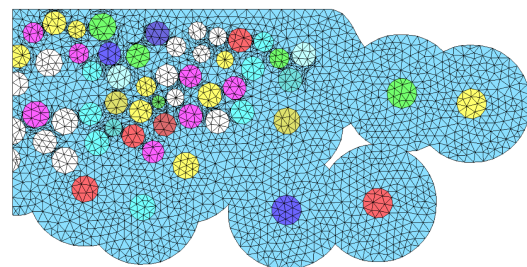
1.2 Mise en place du couplage

Afin de pouvoir coupler les deux codes de calcul, un algorithme de calcul a été développé par [Boned 15] en suivant le cycle de vie du matériau. Avant de pouvoir commencer le couplage proprement dit, quelques étapes préliminaires sont nécessaires :

Adaptation du maillage : Le calcul de la phase d'oxydation / protection du matériau requiert un maillage détaillé des différentes couches de la matrice afin de garantir une bonne précision des résultats (figure IV.1(a)), cependant pour la modélisation de l'endommagement mécanique la matrice peut être considérée comme une zone uniforme. De plus ce maillage devant être extrudé en 3D, le nombre de mailles va causer un allongement important du temps de calcul.



(a) Maillage détaillé utilisé dans COCA avec identification des différentes couches de matrice

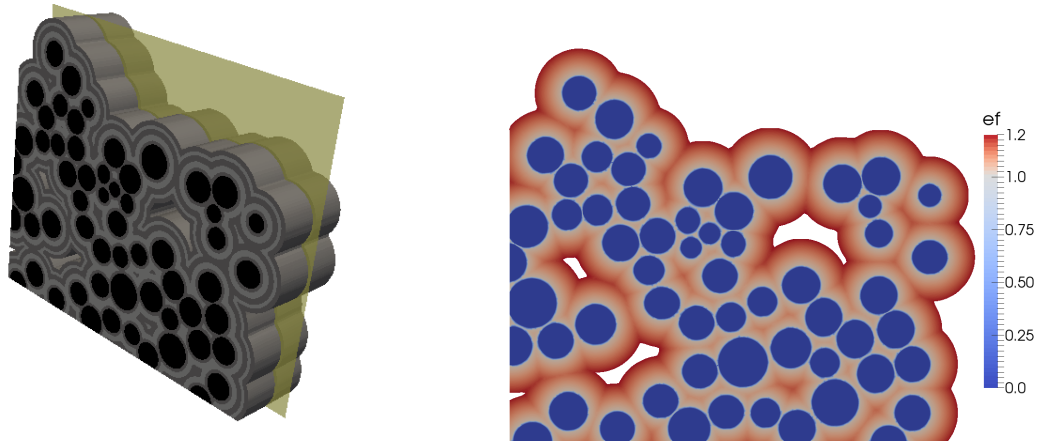


(b) Maillage grossier pour le calcul d'endommagement de CODA

Figure IV.1 – Comparaison des maillages utilisés dans les deux codes

Pour éviter cela, il est nécessaire de créer un second maillage 2D moins détaillé qui sera utilisé par le code d'endommagement (figure IV.1(b)).

Initialisation des codes de calcul : Cette étape consiste à fournir à chaque code les entrées nécessaires à leurs fonctionnements. Pour le code CODA gérant l'endommagement du matériau il est nécessaire de créer un maillage 3D du matériau contenant une fissuration initiale (figure IV.2(a)), et le code COCA prend en entrée le champ de hauteurs de fissure fourni en sortie de CODA après un calcul d'équilibre mécanique initial (figure IV.2(b)).



(a) Maillage 3D du matériau contenant une fissure initiale

(b) Champ de hauteur de fissure

Figure IV.2 – Représentation des données nécessaires au fonctionnement des deux codes de calcul

1.3 Algorithme du couplage

Après avoir réalisé cette phase d'initialisation des deux codes de calcul, permettant de commencer le couplage avec un matériau fissuré, le corps de l'algorithme peut être décrit par les étapes suivantes :

1. Oxydation de la fissure : La présence d'une fissure au sein du matériau provoque le démarrage du processus d'oxydation. Dans cette étape, le code d'oxydation COCA va donc calculer la cicatrisation du matériau ainsi que la progression de l'oxygène dans la fissure au cours du temps.

2. Calcul de l'endommagement des fibres par l'oxygène : La quantité d'oxygène vue par les fibres au cours du temps affecte les propriétés mécaniques des fibres, et il convient de calculer l'affaiblissement de ces propriétés afin de déterminer la contrainte maximale pouvant être supportée par chaque fibre.

3. Rupture des fibres : Les nouvelles valeurs des contraintes maximales pour chaque fibre sont maintenant comparées aux contraintes réellement supportées par les fibres. Dans le cas où cette contrainte serait supérieure au maximum, cela va entraîner une rupture de la fibre en question. Dans ce cas un nouveau calcul d'équilibre mécanique est effectué afin de déterminer le nouvel état d'équilibre du matériau, ainsi que l'impact de cette rupture sur la géométrie de la fissure avec une réouverture possible de zones bouchées, et une augmentation de la hauteur locale de fissure.

4. Bouclage du couplage avec la reprise de l'oxydation : La rupture de d'une fibre ou d'un groupe de fibres ayant entraîné des modifications de la géométrie de la fissure, la diffusion d'oxygène va s'en trouver affectée, et il est alors nécessaire de réactiver la modélisation de la phase de cicatrisation avec cette nouvelle configuration, ce qui constitue le bouclage de l'algorithme de couplage entre les deux codes de calcul.

Fin : Détermination de la durée de vie du matériau : La boucle définie précédemment reste active jusqu'au moment de la rupture de la dernière fibre. A cet instant le calcul est arrêté, et la durée de vie du matériau peut alors être déterminée.

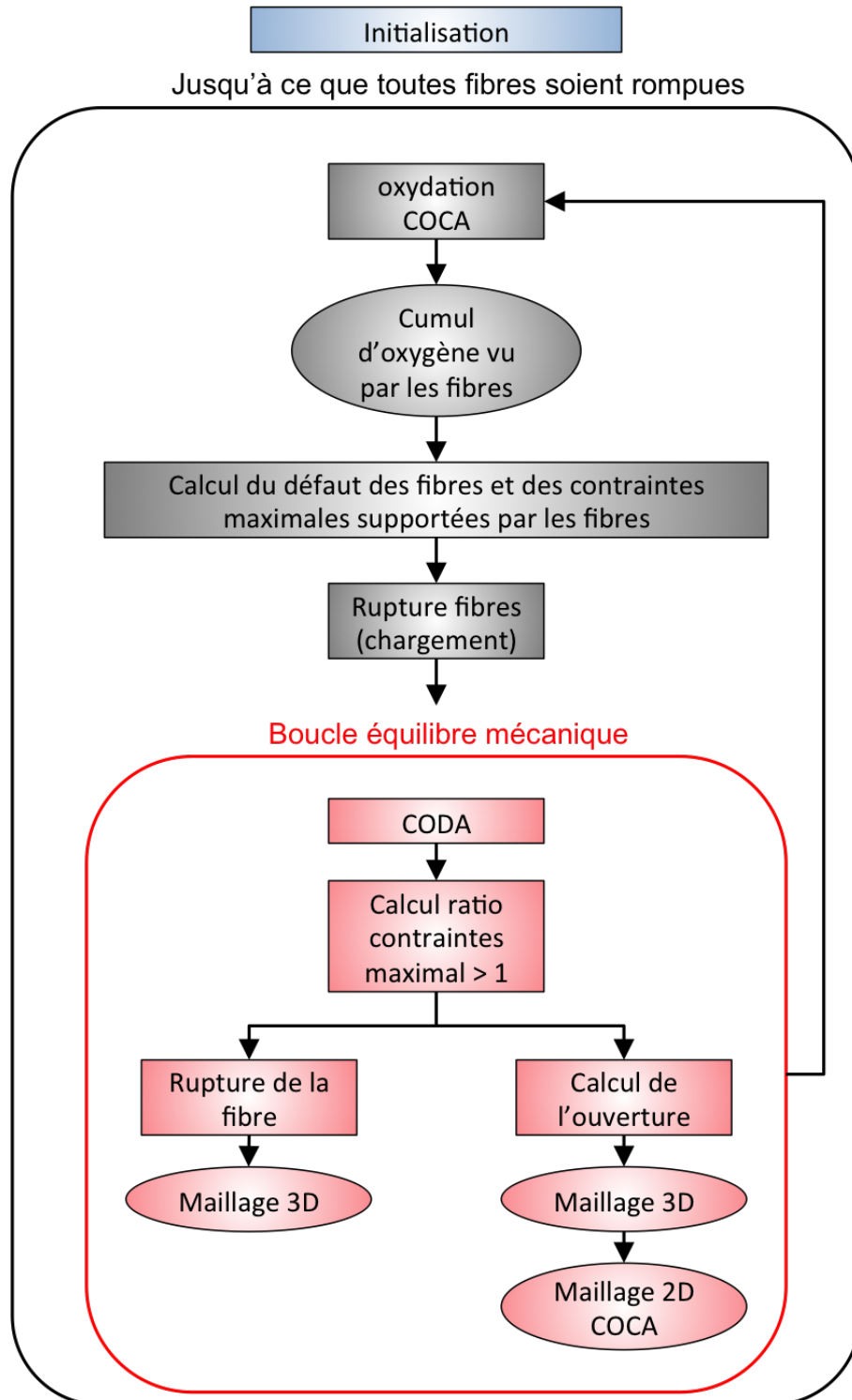


Figure IV.3 – Représentation schématique de l'algorithme de couplage, [Boned 15]

2. Présentation et discussion d'un cas de calcul complet

Dans cette section, l'algorithme de couplage entre les deux codes est appliqué à un morceau de fil afin de pouvoir suivre l'évolution de ses propriétés mécaniques au cours du temps.

2.1 Endommagement initial

Le maillage retenu pour cette étude est celui d'une portion de fil contenant 58 fibres de SiC recouvertes d'une interphase en de pyrocarbone et entourées d'une matrice multicouche comportant une alternance de trois couches de SiC inerte et trois couches de B₄C réactives. La figure IV.4 permet de montrer la disposition des fibres ainsi que des couches de la matrice.

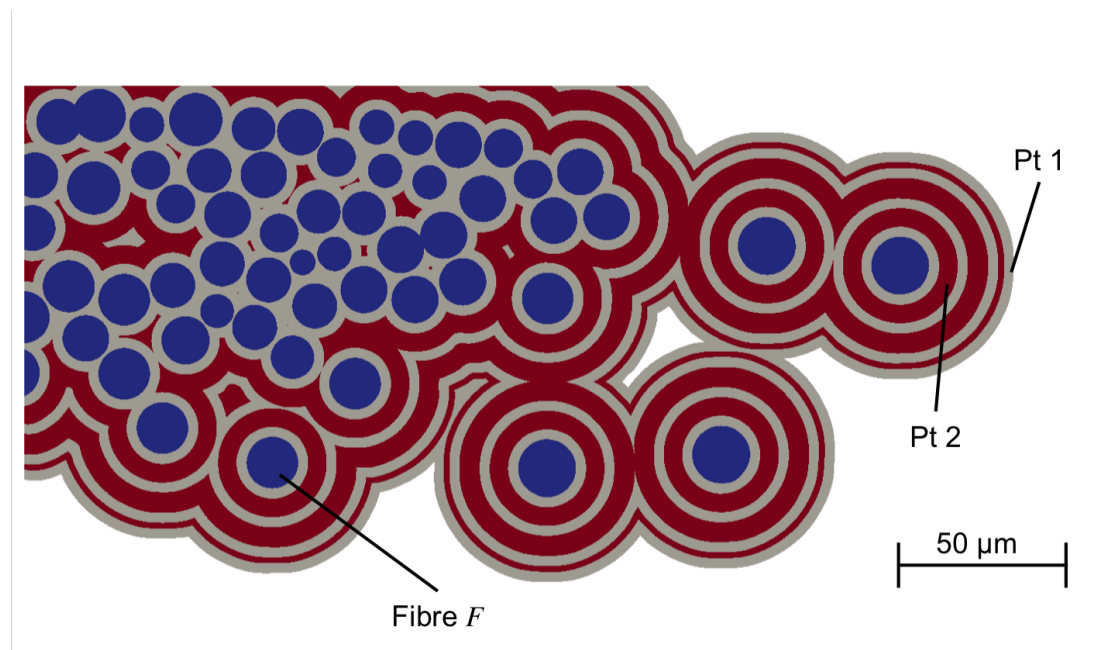
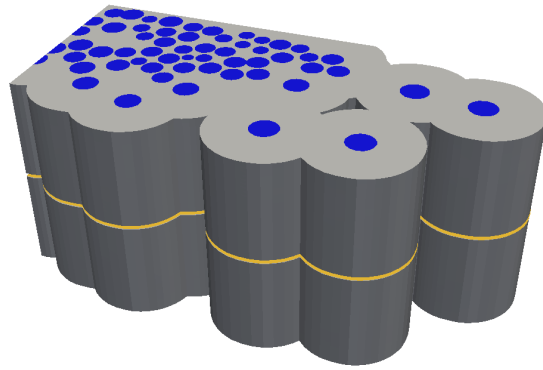


Figure IV.4 – Matériau choisi pour le cas de calcul complet avec coloration des différents constituants

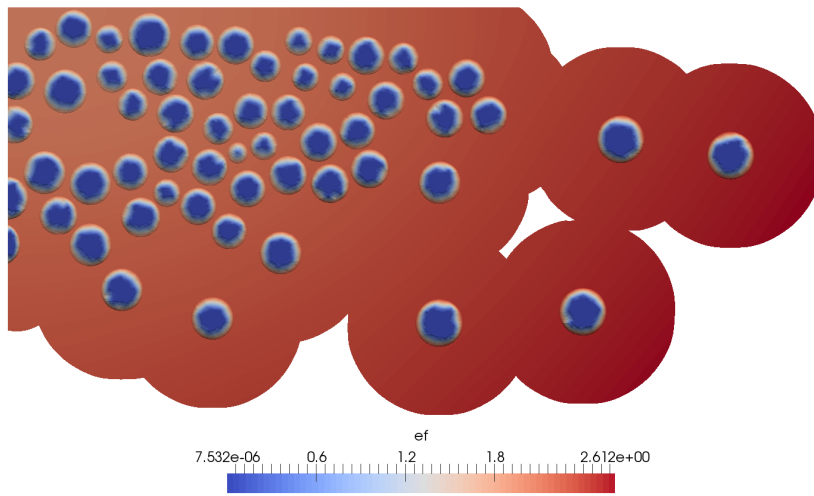
L'extrusion de ce maillage permet d'obtenir le maillage 3D qui sera utilisé pour les calculs d'endommagement mécanique.

A l'état initial, il est considéré que le matériau possède une fissure matricielle transversale à la direction des fibres. Cette fissure est située au milieu du matériau (figure IV.5(a)), et ne concerne que sa matrice, les fibres étant protégées par la couche de pyrocarbone les entourant, qui a joué son rôle de déviateur de fissure.

Le matériau est ensuite soumis à une traction dans la direction des fibres de 650MPa, constante dans le temps afin de pouvoir évaluer l'impact de l'affaiblissement des propriétés mécaniques des fibres sur le comportement global du matériau. Cette traction va provoquer l'ouverture de la fissure, ce qui est représenté sur la figure IV.5(b) et ainsi permettre à l'oxygène de pénétrer à l'intérieur du matériau, déclenchant le processus de cicatrization des couches réactives de la matrice.



(a) Représentation du matériau à l'instant initial et de la fissuration de la matrice



(b) Champ de hauteur de fissure à l'instant initial

Figure IV.5 – Description de l'état du matériau à l'instant initial

Les paramètres choisis pour ce calcul sont regroupés dans le tableau suivant :

Paramètre	Valeur
Température	700 °C
Coefficient de diffusion de O ₂ dans le gaz	$9.4 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
Coefficient de diffusion de O ₂ dans le liquide	$5.4 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
Epaisseur de pyrocarbone	0.1 μm
Constante de réaction du PyC	$1.7 \cdot 10^{-3} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$
Constante de réaction du B _x C	$1. \cdot 10^{-3} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$
Contrainte en traction	650 MPa

TABLEAU [IV.1] – Paramètres retenus pour les calculs

2.2 Cicatrisation initiale de la fissure

A présent que la fissure du matériau est ouverte, le processus de cicatrisation commence et il devient alors possible de suivre l'évolution de cette phase physico chimique grâce au code d'oxydation COCA.

2.2.1 Evolution de la concentration d'oxygène dans la fissure

La dégradation des fibres étant liée à la quantité d'oxygène les atteignant, il convient de s'intéresser dans un premier temps à l'évolution de la concentration en oxygène dans la fissure. Durant cette phase de cicatrisation, l'oxygène présent dans la fissure va être consommé par le pyrocarbone et le B_4C présent dans la matrice, ce qui permet de former la couche d'oxyde protectrice.

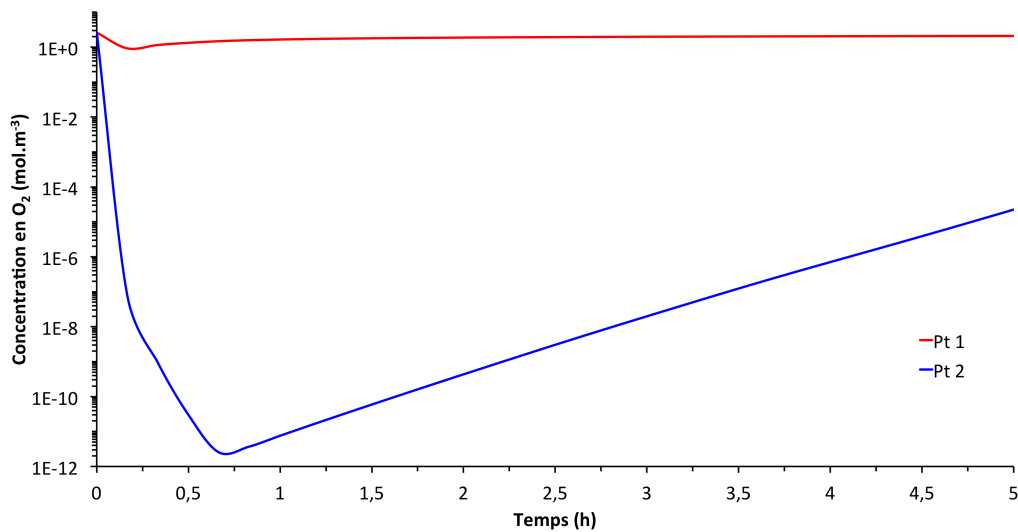


Figure IV.6 – Evolution de la concentration en oxygène pour deux points situés à des distances différentes des fibres

Les courbes représentées dans la figure IV.6 montre l'évolution de cette concentration en deux points du maillage où il est possible de constater que la fermeture de cette partie de la fissure intervenant à $t = 0,02h$ est marquée par une chute de la concentration, l'oxygène étant toujours consommé, mais son approvisionnement est quant à lui stoppé. Cette chute de concentration est beaucoup plus prononcée sur le point le plus proche de la fibre que sur l'autre point, dû à la présence d'un gradient de concentration entre l'extérieur et les fibres comme le montre la figure IV.7. Après un temps de $0,2h$ approximativement, la concentration commence à augmenter pour le point le plus éloigné de la fibre (donc le plus proche du bord), ce qui signifie que l'oxygène parvient à traverser le bouchon d'oxyde. Cependant pour le point le plus proche de la fibre (figure 2.2.1) la concentration continue de diminuer jusqu'à $t = 0,7h$, ce qui indique que la progression de l'oxygène dans la fissure est ralentie par la traversée du bouchon.

2.2.2 Progression de l'oxyde dans la fissure

L'évolution de la concentration en oxygène dans la fissure est fortement liée à l'évolution de la quantité d'oxyde créé, par sa consommation via les couches de B_4C , ainsi que par l'apparition du bouchon, qui va ralentir la progression de l'oxygène. Si dans un premier temps l'oxyde est formé au dessus des couches réactives de la matrice, il va ensuite s'étaler dans toute la fissure augmentant ainsi la taille du bouchon protecteur. La figure IV.8 montre cet étalement du bouchon au cours du temps, qui finit par former une importante zone entièrement bouchée.

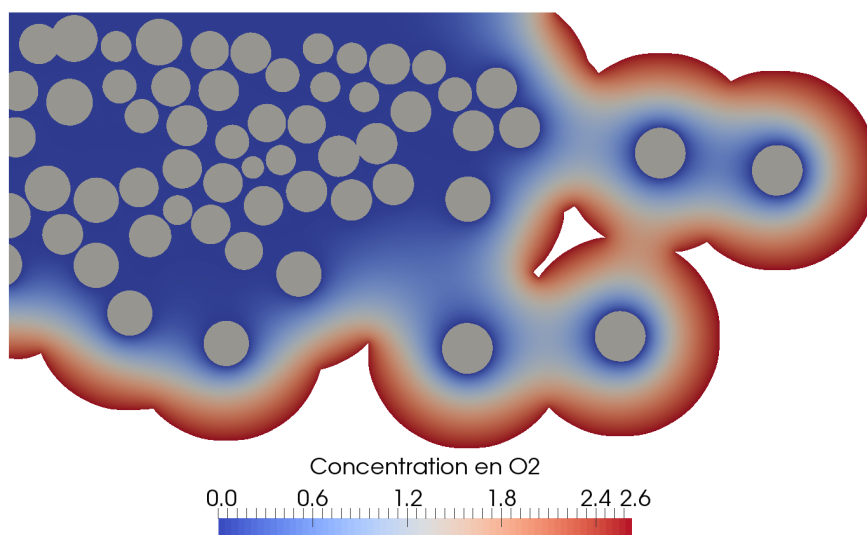


Figure IV.7 – Visualisation de la présence d'un gradient de concentration fonction de la distance au bord avant la formation du bouchon à $t = 0,02h$

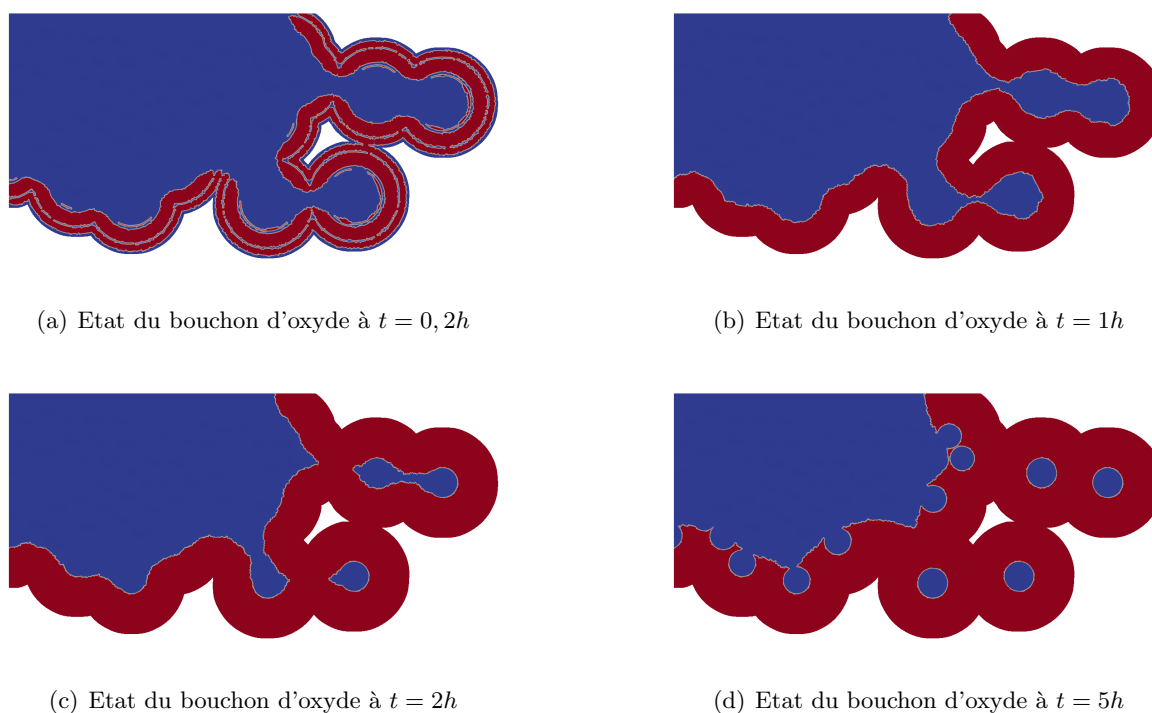


Figure IV.8 – Avancement du bouchon dans la fissure au cours du temps

2.2.3 Quantité d'oxygène vue par les fibres au cours du temps

L'endommagement des fibres étant causé par l'oxygène, il est intéressant de calculer la quantité d'oxygène atteignant les fibres au cours du temps, ce qui permettra par la suite de déterminer l'affaiblissement des propriétés mécaniques de chaque fibre. La quantité cumulée d'oxygène vue par une fibre est décrite par la figure IV.12, et son évolution est bien ralentie par la présence du bouchon, mais au bout d'un certain temps, l'oxygène parvient à traverser la totalité de la zone bouchée et le cumul d'oxygène commence à augmenter de manière plus importante.

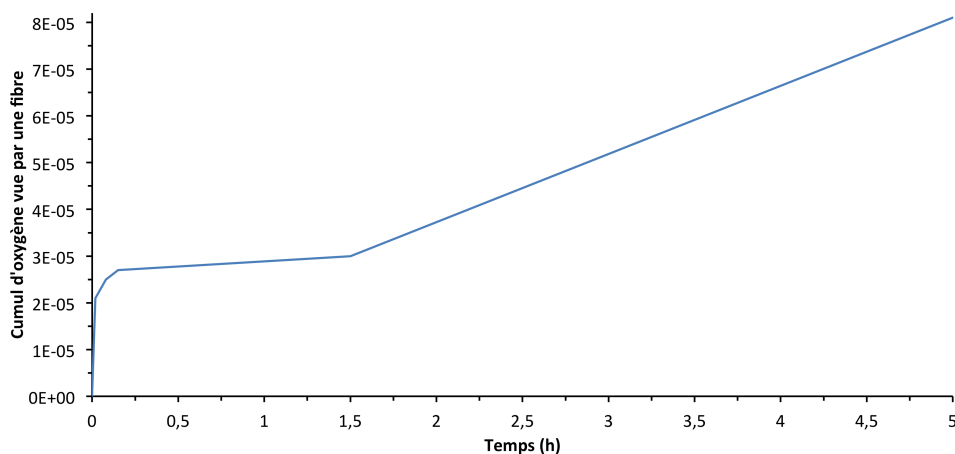


Figure IV.9 – Evolution du cumul d’oxygène vu par la fibre F (identifiée sur la figure IV.4) au cours du temps

2.3 Dégradation des fibres

Après cette phase de cicatrisation, il convient de s’intéresser à l’affaiblissement des propriétés mécaniques des fibres, qui sera déterminé par la quantité d’oxygène vue par les fibres. En utilisant l’algorithme basé sur une loi de Paris décrit au chapitre 2 il est possible de calculer la contrainte maximale pouvant être supportée par chaque fibre. Un calcul d’équilibre mécanique effectué par le code CODA permet quant à lui de déterminer les contraintes de chaque fibres. Le critère de rupture des fibres est défini par la comparaison de ces contraintes.

Dans le cas où une ou plusieurs fibres seraient cassées, un calcul d’équilibre mécanique doit être effectué afin de définir la nouvelle répartition de la contrainte globale sur les fibres restantes, la rupture des fibres pouvant entraîner un phénomène de rechargement sur les fibres voisines, ce qui peut éventuellement conduire à la rupture de nouvelles fibres (figure IV.10).

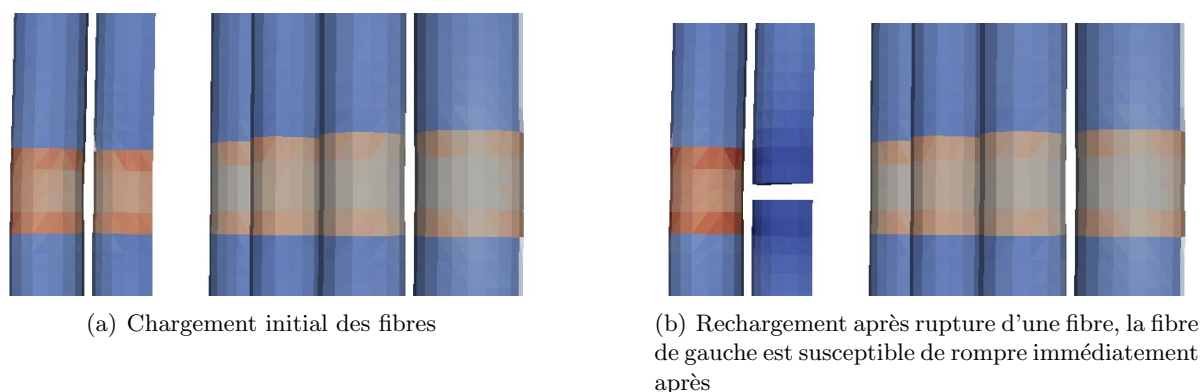
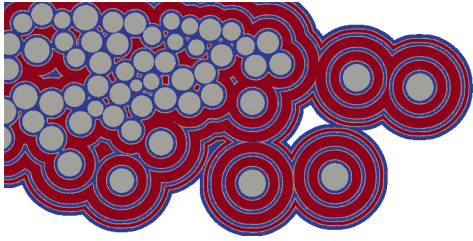


Figure IV.10 – Phénomène de rechargement local des fibres lors d’une rupture

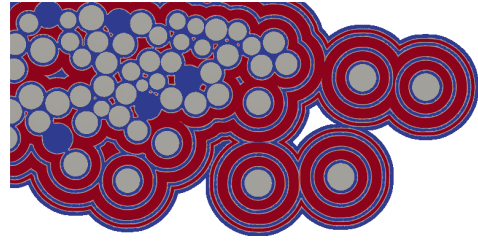
Dans le cas étudié, le couplage des codes de calcul permet de constater la rupture des fibres au cours du temps, visible sur la figure IV.11.

Lorsque ces fibres sont cassées il est considéré qu’elles se rétractent jusqu’au niveau de la fissure, où elles peuvent être considérées comme de nouvelles zones inertes du maillage. Lorsque des fibres sont cassées, le couplage continue avec une nouvelle phase de calcul de diffusion d’oxygène à travers le bouchon, et d’écoulement du bouchon en prenant en compte les nouveaux paramètres que sont les fibres cassées et la nouvelle hauteur de fissure.

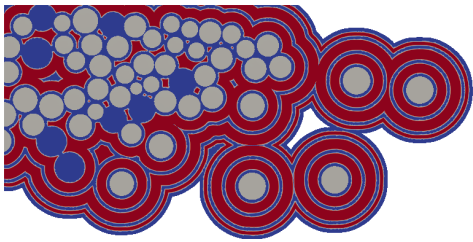
Ainsi il est possible de représenter la rupture des fibres au cours du temps par le graphique de la figure . Cette figure permet de mettre en avant les différentes phases du comportement du matériau :



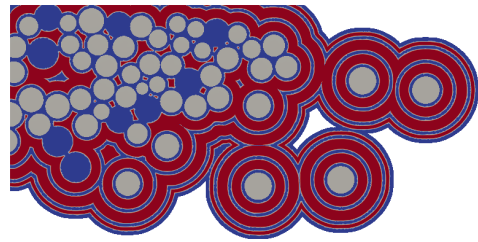
(a) Matériau à l'état initial



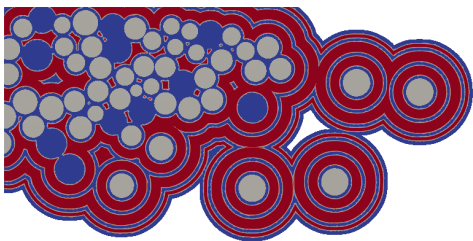
(b) $t = 5h$



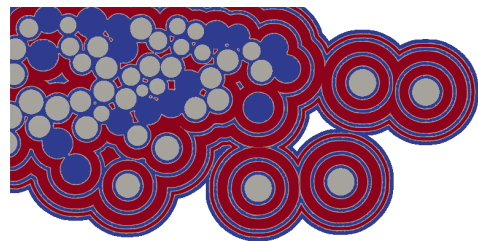
(c) $t = 25h$



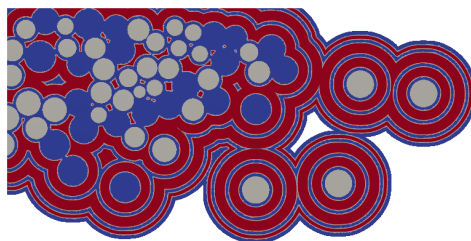
(d) $t = 31h$



(e) $t = 127h$



(f) $t = 146h$



(g) $t = 151h$

Figure IV.11 – Ruptures des fibres au cours du temps

- une première phase d'endommagement cassant plusieurs fibres en peu de temps ;
- une phase plus longue où sans rupture de fibres ;
- une autre phase de rupture de fibres en cascade.

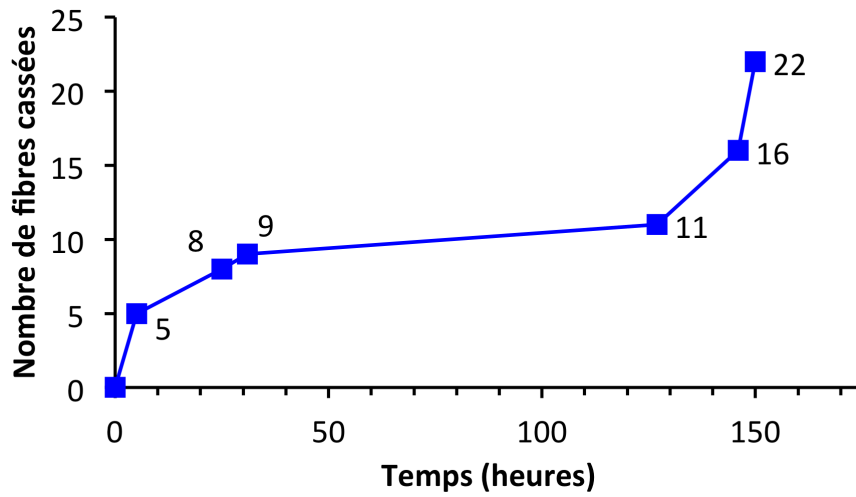


Figure IV.12 – Evolution du nombre de fibres cassées au cours du temps

Il est donc possible d'étudier la résistance mécanique du matériau au cours du temps en fonction du nombre de fibres cassées, ce qui permettra l'obtention d'une estimation de la durée de vie du matériau plus précise.

Conclusion

Afin de pouvoir étudier l'influence de la cicatrisation d'un matériau sur la dégradation de ses propriétés mécaniques il était nécessaire de disposer d'une modélisation complète de la phase d'oxydation. Pour cela un code de calcul a été développé en y intégrant les différents phénomènes physico-chimiques pertinents.

L'ajout successif de ces phénomènes a permis d'obtenir un code de calcul 2D complet permettant de modéliser plusieurs environnements à l'échelle d'une fissure unique traversant un minicomposite, et d'observer l'évolution de l'état du matériau à travers des résultats statistiques sur les différentes variables. Les travaux antérieurs permettaient également de modéliser ces phénomènes, mais la simplicité de leurs géométries ne permettait pas d'étudier les aspects de distribution spatiale des grandeurs en fonction de la topologie de la fissure. Afin de pouvoir garantir la cohérence des résultats trouvés avec les tests expérimentaux, chaque composant du code a été validé sur des cas simples dont les solutions exactes sont connues.

Le développement de ce code d'oxydation a permis la mise en place du couplage avec le code d'endommagement mécanique. L'algorithme de couplage développé permet de prendre en compte les modifications apportées au matériau par chaque code afin de pouvoir continuer le calcul.

Les premiers résultats obtenus montrent le bon déroulement de l'algorithme ainsi que l'influence de la présence d'oxygène dans une fissure sur les propriétés mécaniques des fibres, ce qui se traduit par un affaiblissement des fibres menant à leur rupture. La présence d'un bouchon d'oxyde permet de ralentir la progression de l'oxygène dans la fissure, mais au fil du temps l'oxygène va progressivement parvenir à traverser ce bouchon et la concentration en O_2 va augmenter dans toute la fissure, reprenant ainsi la dégradation des fibres.

Afin de pouvoir étudier plus en détail la dégradation des fibres par l'oxygène il est nécessaire d'exploiter les résultats de plusieurs configurations d'un même matériau en jouant sur la liste des phénomènes actifs. De cette manière il sera possible d'améliorer les résultats existants et de pouvoir disposer de statistiques exploitables à l'échelle supérieure ou comparable à des données expérimentales.

La gestion de l'étalement de l'oxyde créé dans la fissure constitue une étape essentielle dans l'amélioration de la modélisation de la phase de cicatrisation car elle permettra une description plus détaillée des zones bouchées, ce qui a un impact non négligeable sur la concentration d'oxygène.

Enfin l'algorithme de couplage mis en place peut être amélioré grâce à une connaissance plus approfondie des phénomènes, ce qui permettra d'optimiser le nombre d'interactions entre les deux codes de calcul, et permettra également de réduire le temps de calcul nécessaire.

D'autres enrichissements du modèle sont possibles à court ou moyen terme, tels que :

- l'incorporation du bilan de Si (par dissolution de SiC, réaction de couches de type Si-B-C, ...);
- la transposition du modèle à de nouveaux types de matériaux (par exemple des matériaux à interphase de type BN)

Obtention de l'équation de diffusion

1. Présentation du problème

L'objectif est de dériver un modèle moyenné approché pour la diffusion d'un gaz dans une fissure étroite, comme représentée sur la figure A.1. Une fissure étroite est caractérisée par un ratio entre la longueur caractéristique dans la direction horizontale L et la hauteur caractéristique de la fissure e_f très petit :

$$\varepsilon_{e_f} = \frac{e_f}{L} \approx 10^{-3} - 10^{-2} \quad \text{et} \quad \varepsilon_{e_f}^2 \approx 10^{-6} - 10^{-4} \quad (\text{A.1})$$

En référence à la figure A.1, les vecteurs unitaires \vec{n}_e et \vec{n}_m sont définis par :

$$\vec{n}_e = \frac{(\partial_x e, -1)}{\sqrt{1 + (\partial_x e)^2}}, \quad \vec{n}_m = \frac{(-\partial_x m, 1)}{\sqrt{1 + (\partial_x m)^2}} \quad (\text{A.2})$$

On considère maintenant le problème bi-dimensionnel suivant

$$\begin{cases} \partial_t C + \nabla \cdot F = 0 \\ F = -D\nabla C \end{cases} \quad \text{with} \quad \begin{cases} F(x, m(x), t) \cdot \vec{n}_m = 0 \\ F(x, e(x), t) \cdot \vec{n}_e = 0 \end{cases} \quad (\text{A.3})$$

Ce problème est complété par une condition au bord de Neumann sur le bord gauche et une condition de Dirichlet sur le bord droit.

En considérant l'hypothèse de fissure étroite décrite précédemment, le système (A.3) par une équation 1D moyennée :

$$\int_{m(x)}^{e(x)} (\partial_t C + \nabla \cdot F) dy = 0 \quad (\text{A.4})$$

La règle de Leibniz est rappelée ici :

$$\int_{a(x)}^{b(x)} \partial_x f(t, x) dt = \partial_x \left[\int_{a(x)}^{b(x)} f(t, x) dt \right] - (f(b(x), x)b'(x) - f(a(x), x)a'(x)) \quad (\text{A.5})$$

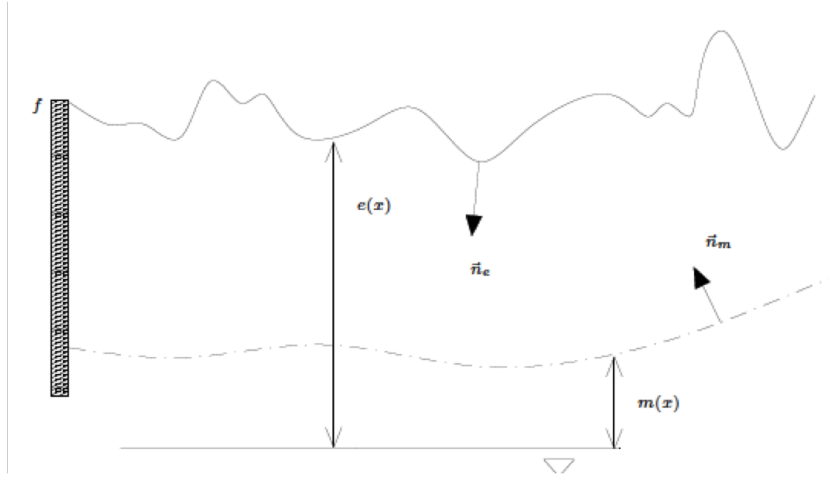


Figure A.1 – Représentation géométrique de la diffusion à travers une fissure étroite

2. Moyenne verticale des dérivées et des conditions aux bords

L'application de la règle de Leibniz appliquée à l'intégration verticale permet d'écrire directement

$$\partial_t \left(\int_{m(x)}^{e(x)} C(x, y, t) dy \right) + \partial_x \left(\int_{m(x)}^{e(x)} F_x(x, y, t) dy \right) - (F_x(x, e(x), t) e'(x) - F_x(x, m(x), t) m'(x)) + F_y(x, e(x), t) - F_y(x, m(x), t)) = 0$$

en considérant l'indépendance de m et e par rapport au temps.

En utilisant les conditions aux limites dans (A.3), la dernière équation peut être réécrite :

$$\partial_t \left(\int_{m(x)}^{e(x)} C(x, y, t) dy \right) + \partial_x \left(\int_{m(x)}^{e(x)} F_x(x, y, t) dy \right) = \alpha(x) F(x, e(x), t) \cdot \vec{n}_e - \beta(x) F(x, m(x), t) \cdot \vec{n}_m = 0$$

où $\alpha(x) = \sqrt{1 + (\partial_x e)^2}$ et $\beta(x) = \sqrt{1 + (\partial_x m)^2}$.

3. Moyenne verticale du flux, conditions aux limites et modèle final

Afin de compléter le développement, il est nécessaire de calculer la moyenne verticale du flux horizontal :

$$\int_{m(x)}^{e(x)} F_x(x, y, t) dy = -D \partial_x \left(\int_{m(x)}^{e(x)} C(x, y, t) dy \right) + D (C(x, e(x), t) e'(x) - C(x, m(x), t) m'(x))$$

On définit les quantités suivantes :

$$h_g(x) = e(x) - m(x), \quad e_f(x) \bar{C}(x, t) = \int_{m(x)}^{e(x)} C(x, y, t) dy \quad (\text{A.6})$$

Le modèle ainsi obtenu peut s'écrire :

$$\partial_t (h_g(x) \bar{C}(x, t)) - \partial_{xx} (D h_g(x) \bar{C}(x, t)) = -\partial_x (D C(x, e(x), t) e'(x) - D C(x, m(x), t) m'(x)) \quad (\text{A.7})$$

Afin de continuer le développement, on introduit le théorème de la valeur intermédiaire, qui permet d'écrire

$$\bar{C}(x, t) = C(x, \bar{y}(x), t) \quad \text{avec} \quad m(x) \leq \bar{y}(x) \leq e(x)$$

On applique ensuite les développements suivants

$$\bar{C} = C(x, e, t) - (e - \bar{y}) \partial_y C(x, e(x), t) + \mathcal{O}((e - \bar{y})^2)$$

et

$$\bar{C} = C(x, m, t) + (\bar{y} - m) \partial_y C(x, m(x), t) + \mathcal{O}((\bar{y} - m)^2)$$

Grâce aux conditions aux bords dans (A.3), ces développements peuvent être réécrits comme :

$$\bar{C} = C(x, e, t) - (e - \bar{y}) \partial_x C(x, e(x), t) e'(x) + \mathcal{O}((e - \bar{y})^2)$$

et

$$\bar{C} = C(x, m, t) + (\bar{y} - m) \partial_x C(x, m(x), t) m'(x) + \mathcal{O}((\bar{y} - m)^2)$$

En passant à des variables non dimensionnelles, utilisant L comme valeur de référence pour x , et e_f pour les variables \bar{y} , e et m , on obtient :

$$\bar{C} = C(x, e, t) - \varepsilon_{e_f}^2 (e - \bar{y}) \partial_x C(x, e(x), t) e'(x) + \text{termes d'ordres supérieurs} \quad (\text{A.8})$$

ainsi que

$$\bar{C} = C(x, m, t) + \varepsilon_{e_f}^2 (\bar{y} - m) \partial_x C(x, m(x), t) m'(x) + \text{termes d'ordres supérieurs} \quad (\text{A.9})$$

où toutes les quantités des deux dernières expressions sont sous forme non dimensionnelles. Le résultat final à l'ordre $\mathcal{O}(\varepsilon_{e_f}^2)$ du modèle est donné par :

$$\partial_t(h_g(x)\bar{C}(x,t)) + \partial_x(a(x)\bar{C}(x,t)) = \partial_{xx}(Dh_g(x)\bar{C}(x,t)) \quad \text{avec} \quad a(x) = Dh'_g(x) \quad (\text{A.10})$$

Le développement a permis d'obtenir une loi de conservation avec diffusion et flux variable en espace. La dernière équation peut être réécrite sous la forme d'une équation d'advection/diffusion avec un terme de réaction.

$$\partial_t u(x,t) + b(x)\partial_x u(x,t) = \partial_{xx}(Du(x,t)) - b'(x)u(x,t) \quad \text{avec} \quad u = h_g\bar{C}, \quad b(x) = D\frac{h'_g}{h_g} \quad (\text{A.11})$$

et sous la forme d'une équation d'advection/diffusion

$$\partial_t \bar{C}(x,t) + \lambda(x)\partial_x \bar{C} = D\partial_{xx}\bar{C}(x,t) \quad \text{with} \quad \lambda(x) = -\frac{Dh'_g}{h_g} \quad (\text{A.12})$$

Enfin, sous la forme :

$$\partial_t(h_g(x)\bar{C}(x,t)) = \partial_x(Dh_g(x)\partial_x\bar{C}(x,t)) \quad (\text{A.13})$$

Modèle d'étalement

1. Éléments bibliographiques

La modélisation de l'étalement d'un oxyde dans une fissure peut être rapprochée de celle des écoulements en eaux peu profondes. Il devient donc intéressant de s'intéresser à des modèles d'écoulement de shallow waters habituellement utilisés pour décrire le comportement de la surface d'une étendue d'eau de faible profondeur, avec des applications dans la prédiction de la hauteur et de l'énergie des vagues [Ricchiuto 09]. Le système d'équations de Saint-Venant peut être décrit par l'équation (B.1).

$$\begin{cases} \partial_t h + u \partial_x h = -h \partial_x u \\ \partial_t u + u \partial_x u = -g \partial_x h - C_f |u| \frac{u}{h} \end{cases} \quad (\text{B.1})$$

Le principal intérêt de ce choix de modélisation réside dans le développement des équations, qui peut être adapté au cas de l'étude de la cicatrisation d'un matériau composite. Un premier modèle 1D, développé par [Gerbeau 01], utilise le système d'équations de Navier-Stokes (B.1). Comme le montre la figure B.1, les conditions d'études se limitent à un fond plat, et une longueur caractéristique très grande devant la hauteur de l'écoulement.

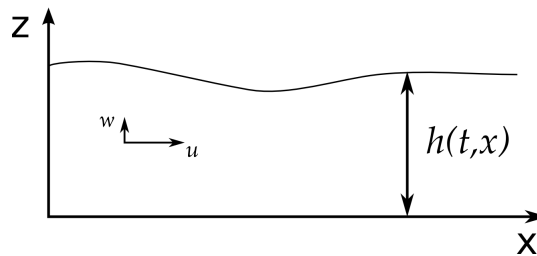


Figure B.1 – Représentation de l'écoulement sur fond plat du modèle de [Gerbeau 01] et mise en évidence des variables utilisées

Les équations sont mises sous forme non dimensionnelles afin de faire apparaître les principaux nombres caractéristiques décrivant l'écoulement, ainsi que les ordres de grandeurs du système. La seconde étape du développement de ce modèle concerne l'approximation hydrostatique, qui consiste à négliger les termes du second ordre des équations sous leurs formes non dimensionnelles. Ces développements permettent de réécrire le système d'équations en un système de trois équations représentant chacune une variable du problème (B.2)

$$\begin{cases} \partial_x u + \partial_z w = 0 \\ \partial_t u + \partial_x u^2 + \partial_x p = \partial_x (2\nu \partial_x u) + \partial_z \left(\frac{\nu}{\varepsilon} \partial_z u + \nu \partial_x w \right) \\ \partial_z p = -G + \partial_x (\nu \partial_z u) + \partial_z (2\nu \partial_z w) \end{cases} \quad (\text{B.2})$$

Ces équations sont complétées par des conditions aux limites. La surface du fluide est considérée libre, ce qui est représenté par la relation (B.3), où \vec{n} représente le vecteur normal sortant sur la surface, et σ le tenseur des contraintes :

$$(-pId + \sigma) \cdot \vec{n} = 0 \quad \text{sur } z = h(t, x) \quad (\text{B.3})$$

La seconde condition est écrite sur le fond, pour $z = 0$, elle assure la non pénétration du fluide avec une condition de Navier décrite par un coefficient de friction noté κ .

$$(\kappa u - \sigma_{xz})|_{z=0} = 0 \quad (\text{B.4})$$

$$w|_{z=0} = 0 \quad (\text{B.5})$$

Dans ces équations, ε représente le rapport entre hauteur et longueur caractéristiques de l'écoulement ($\varepsilon \ll 1$ par définition), $u(t, x, z)$ et $w(t, x, z)$ sont les composantes de la vitesse du fluide, et $p(x, z)$ est la pression du fluide. $\nu = \mu/\rho$ représente la viscosité cinématique du fluide et la constante G est définie comme l'inverse du nombre de Froude $G = \frac{gH}{U^2}$. Le domaine fluide est quant à lui défini par l'équation (B.6), où φ est un indicateur de phase issu d'une approche « level-set » (B.7).

$$\partial_t \varphi \partial_x (\varphi u) + \partial_z (\varphi w) = 0 \quad (\text{B.6})$$

$$\varphi(x, z) = \begin{cases} 1 & \text{si } z \in [0, h] \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (\text{B.7})$$

Les équations de Saint-Venant sont ensuite obtenues en réalisant une analyse asymptotique du système hydrostatique (B.2) défini précédemment, en utilisant des quantités moyennes définies par (B.8) :

$$\begin{cases} \bar{u}(t, x) = \frac{1}{h(t, x)} \int_0^h u(t, x, \eta) d\eta \\ \overline{u^2}(t, x) = \frac{1}{h(t, x)} \int_0^h (u(t, x, \eta))^2 d\eta \end{cases} \quad (\text{B.8})$$

Après développement dans les équation et conditions aux limites, et afin de faciliter la comparaison entre les modèles présentés, une nouvelle variable est introduite : $\delta(t, x) = h(t, x) - b(t, x)$, où $b(t, x)$ représente la hauteur du fond (nulle dans ce modèle). Le système peut finalement être décrit par (B.9), avec g la gravité, κ le coefficient de friction sur le fond. Les barres de sur-lignage ont été supprimés pour améliorer la lisibilité des équations.

$$\begin{cases} \partial_t \delta + \partial_x (\delta u) = 0 \\ \partial_t (\delta u) + \partial_x (\delta u^2) + \frac{g}{2} \partial_x (\delta^2) = -\kappa u + 4\nu \partial_x (\delta \partial_x u) \end{cases} \quad (\text{B.9})$$

Les comparaisons numériques présentées par [Gerbeau 01] avec une solution de Navier-Stokes directe montrent une meilleure précision de ce modèle en comparaison aux équations de Saint-Venant classiques, d'où son choix comme modèle de référence. Malgré ce gain en précision par rapport aux modèles classiques, ce modèle se révèle incomplet pour modéliser correctement l'étalement d'une goutte. En effet les principaux phénomènes caractérisant le mouvement et l'aspect d'une goutte ne sont pas pris en compte ici. La tension de surface du fluide et son angle de

mouillage sur le solide considéré doivent être présent dans le modèle pour que celui-ci fournisse une modélisation satisfaisante du mouvement d'une goutte.

Le modèle de shallow water 2D (B.10) développé par [Marche 07] permet de compléter celui de [Gerbeau 01] en prenant en compte de nouveaux paramètres, notamment :

- la variation de la topographie $b(t, x, y)$, représentée sur la figure B.2
- les effets capillaires (forces de tension de surface liées à la courbure)

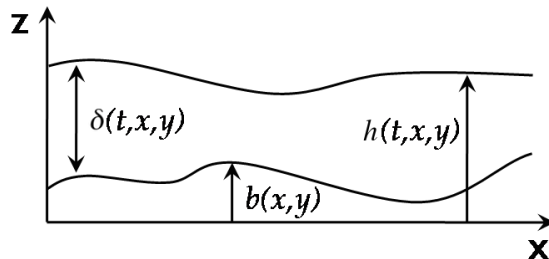


Figure B.2 – Représentation des variables utilisées dans le modèle de [Marche 07]

Les équations et conditions aux limites peuvent alors être décrites pour ce problème en faisant apparaître les vecteurs \vec{n} et \vec{t} les vecteurs normaux et tangentiels définis aux interfaces liquide/gaz (\vec{n}_s, \vec{t}_s) et solide/liquide (\vec{n}_b, \vec{t}_b)

$$\left\{ \begin{array}{l} \operatorname{div} \vec{u} = 0 \\ \partial_t \vec{u} + \operatorname{div} (\vec{u} \otimes \vec{u}) = \operatorname{div} (\sigma(\vec{u})) + F_c(\vec{u}) + \vec{g} \\ \text{Avec } \sigma(\vec{u}) = -p\operatorname{Id} + 2\mu D(\vec{u}) \quad \text{et} \quad D_{i,j}(\vec{u}) = (\partial_j u_i + \partial_i u_j) \\ \text{Conditions aux limites :} \\ \left[\begin{array}{l} \sigma(\vec{u}) \cdot \vec{n}_s - \beta\kappa(t, x, y)\vec{n}_s = -p_0\vec{n}_s \quad \text{à } z = h(t, x, y) \\ (\sigma(\vec{u}) \cdot \vec{n}_b) \cdot \vec{t}_b = k_l (\vec{u} \cdot \vec{t}_b) + k_t (|\vec{u}| h \vec{u} \cdot \vec{t}_b) \quad \text{à } z = b(t, x, y) \end{array} \right. \end{array} \right. \quad (\text{B.10})$$

Afin de faciliter la comparaison avec le modèle de [Gerbeau 01] décrit précédemment, la hauteur de la surface du fluide sera définie par $h(t, x, y) = b(t, x, y) + \delta(t, x, y)$ suivant l'axe \vec{z} . La grandeur $\delta(t, x, y)$ représente l'épaisseur de la couche liquide au point (x, y) . La méthode utilisée pour développer les équations dans ce modèle étant similaire à celle déjà présentée, seule la forme finale des équations est détaillée, pour le cas d'un écoulement laminaire où la force de Coriolis est négligée, dans l'équation (B.11)

$$\left\{ \begin{array}{l} \partial_t \delta + \operatorname{div} (\delta \vec{u}) = 0 \\ \partial_t (\delta \vec{u}) + \operatorname{div} (\delta \vec{u} \otimes \vec{u}) + g\delta \nabla h = -\alpha_l \vec{u} + 2\mu \operatorname{div} (\delta D) + 2\mu \nabla (\delta \operatorname{div} \vec{u}) + \beta \delta \nabla \Delta h \end{array} \right. \quad (\text{B.11})$$

La gestion des conditions aux limites et l'intégration des termes de tension de surface est particulièrement intéressante dans ce modèle pour le cas de l'étalement d'une goutte. L'aspect 2D et la gestion d'un fond non plat sont également intéressants pour l'étude de la répartition géographique de l'oxyde dans une fissure non plane. Bien que les deux modèles présentés aient été développés pour des cas où la vitesse d'écoulement est élevée, ce qui permettait d'utiliser l'approximation hydrostatique lors du développement des équations, il est possible de reprendre le même raisonnement pour développer un modèle adapté à un oxyde s'étalant dans une fissure.

2. Adaptation du modèle de Saint Venant aux hypothèses liées aux CMCs

La formation de l'oxyde dans la phase de cicatrisation peut être assimilée à la création et l'étalement de gouttes pouvant coalescer et former une mince couche de liquide sur reposant sur un fond de géométrie quelconque. Dans cette optique, les équations de Saint Venant développées pour la modélisation d'écoulements en eaux peu profondes présentent un intérêt pour la résolution de ce problème.

Le développement de ces équations dans les modèles développés par [Marche 07] et [Gerbeau 01] peut être réutilisé dans ce cas, mais en appliquant certaines modifications dues aux spécificités de la cicatrisation d'un matériau composite.

De plus les équations de Saint Venant classiques doivent être enrichies de manière à pouvoir représenter au mieux le comportement du B_2O_3 . Afin de permettre une meilleure visualisation des différents paramètres à prendre en compte et de leur influence sur le comportement du liquide, il a été choisi de se concentrer d'abord sur une modélisation 1D du problème.

Les modifications à apporter aux équations de Saint Venant peuvent être réparties en deux catégories :

Les paramètres d'étalement : ils sont liés à la modélisation de l'étalement d'une goutte, et leur formulation peut être directement tirée de modèles de mécanique des fluides :

- la friction du liquide sur le fond représentée par un terme de frottement d'ordre 1,
- la tension de surface du fluide à l'interface entre le liquide et l'air, exprimée en fonction de la courbure de la surface du fluide,
- le mouillage du fluide sur le solide permettant le mouvement de la goutte sur la surface dont la direction dépend de la différence entre l'angle de contact et l'angle à l'équilibre.

Les paramètres d'oxydation : ces paramètres sont spécifiques à la modélisation de l'oxydation d'un CMC, leur modélisation sera exclusive à ce problème :

- la création du liquide par les zones réactives, représenté ici par une vitesse d'injection de liquide dans une zone définie,
- la récession de la surface solide sur certaines zones, modélisant la consommation de B_4C par O_2 , ce qui va influencer sur le déplacement de la goutte

L'utilisation de ces équations de Saint Venant pour l'oxydation du B_4C dans une fissure est rendue possible par la validation de deux hypothèses de travail sur les écoulements en eaux peu profondes existants :

- une hauteur de fluide faible devant la longueur caractéristique du domaine considéré. Le rapport entre la hauteur moyenne d'une fissure et la largeur du fil considéré permet d'assurer que cette hypothèse est bien vérifiée,
- une condition de non pénétration du fluide sur le fond afin de permettre le mouvement du fluide sur la surface.

2.1 Description des variables du problème

L'étude porte sur un domaine 1D représenté sur la figure B.3 défini par les axes (\vec{x}, \vec{z}) et comportant une surface solide irrégulière définie par la variable $b(t, x)$. Cette surface comporte

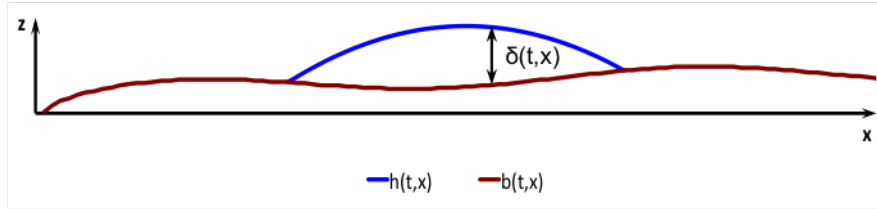


Figure B.3 – Représentation des variables utilisées pour l'étalement d'une goutte

une ou plusieurs zones réactives notées ϕ_r chimiquement actives. Dans ces zones, deux vitesses sont définies : $\vec{v}_i(t, x)$ la vitesse d'injection du fluide à travers la surface, représentant la formation de l'oxyde, et $\vec{v}_r(t, x)$ la vitesse de recul de la surface dans les zones réactives dû à la consommation du B_4C .

La surface du fluide est décrite par la variable $h(t, x)$, ce qui permet de définir la hauteur du liquide par $\delta(t, x) = h(t, x) - b(t, x)$, et la présence de liquide est déterminée par l'indicateur $\varphi(t, x, z)$ défini tel que :

$$\varphi(t, x, z) = \begin{cases} 1 & \text{si } z \in [b(t, x), h(t, x)] \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (\text{B.12})$$

La vitesse du liquide est représentée par la variable $\vec{u}(t, x) = u(t, x)\vec{x} + w(t, x)\vec{z}$ et des vecteurs normaux et tangentiels sont définis pour la surface solide (notés \hat{n}_b et \hat{t}_b) et la surface du fluide (\hat{n}_h et \hat{t}_h).

$$\hat{n}_b = \begin{pmatrix} -\partial_x b \\ 1 \end{pmatrix} \quad \hat{t}_b = \begin{pmatrix} 1 \\ \partial_x b \end{pmatrix} \quad \hat{n}_h = \begin{pmatrix} -\partial_x h \\ 1 \end{pmatrix} \quad \hat{t}_h = \begin{pmatrix} 1 \\ \partial_x h \end{pmatrix} \quad (\text{B.13})$$

Afin de faciliter la compréhension des équations décrivant le mouvement du liquide, les notations utilisés sont regroupées dans le tableau [B.1]

Notation	Description
p	pression du fluide
σ	tenseur des contraintes
β	coefficient de capillarité
κ	courbure moyenne de la surface
α	coefficient de friction liquide/solide
θ_{eq}	angle de contact statique
θ	angle de contact actuel

TABEAU [B.1] – Description des notations utilisées dans le modèle

2.2 Ecriture du système d'équation à résoudre

Le mouvement du fluide sur la surface est représenté par un système comprenant :

- une équation sur l'indicateur de phase φ
- l'équation de continuité
- l'équation de Navier Stokes projetée sur les axes \vec{x} et \vec{z}

$$\partial_t \varphi + \nabla \cdot (\vec{u} \varphi) = \phi_r (\vec{v}_i - \vec{v}_r) \cdot \nabla \varphi \quad (\text{B.14})$$

$$\nabla \cdot \vec{u} = 0 \quad (\text{B.15})$$

$$\partial_t u + \partial_x u^2 + \partial_z (uw) + \partial_x p = \partial_x \sigma_{xx} + \partial_z \sigma_{xz} \quad (\text{B.16})$$

$$\partial_t w + \partial_x (uw) + \partial_z w^2 + \partial_z p = \partial_x \sigma_{xz} + \partial_z \sigma_{zz} \quad (\text{B.17})$$

Les composantes du tenseur des contraintes peuvent s'écrire :

$$\sigma = \begin{pmatrix} 2\nu \partial_x u & \nu \partial_z u + \nu \partial_x w \\ \nu \partial_z u + \nu \partial_x w & 2\nu \partial_z w \end{pmatrix} \quad (\text{B.18})$$

Afin de permettre la modélisation du phénomène décrit précédemment, les conditions aux limites doivent faire apparaître les différents éléments à prendre en compte. Le problème présente deux conditions aux limites : à l'interface liquide/gaz où la tension de surface du liquide va influencer sur son comportement, et à l'interface liquide/solide où vont apparaître les conditions de friction du fluide sur la paroi, de mouillage du fluide conditionnant son avancée/recul, et une équation caractérisant le recul de la surface réactive, représentant l'oxydation de la surface.

En $z = h(t, x)$:

$$(-p \mathbf{I}_d + \sigma) \cdot \hat{n}_h = \beta \kappa \hat{n}_h \quad (\text{B.19})$$

En $z = b(t, x)$:

$$\partial_t b = \phi_r \vec{v}_r \cdot \hat{n}_b \quad (\text{B.20})$$

$$(\sigma \cdot \hat{n}_b) \cdot \hat{t}_b - \alpha \|\hat{t}_b\| \vec{u} \cdot \hat{t}_b + \beta \nabla \varphi \cdot \hat{t}_b (\cos \theta_{eq} - \cos \theta) = 0 \quad (\text{B.21})$$

2.3 Développement des équations pour l'étalement d'une goutte

Afin de pouvoir identifier l'influence des différents termes des équations (B.14) à (B.17), ainsi que des conditions aux limites (B.19) à (B.21), il est nécessaire de procéder à une analyse dimensionnelle des équations et conditions aux limites. Cette analyse permettra également de vérifier si les hypothèses décrites peuvent être appliquées dans ce cas.

Pour ce faire, toutes les variables sont écrites sous la forme $x = \tilde{x}L$ (ici dans le cas de l'abscisse x on choisit la longueur de domaine L comme grandeur caractéristique). Par souci de clarté de lecture, les tildes seront supprimés dans les équations suivantes.

Les grandeurs caractéristiques pour chaque variable sont :

- L la longueur de l'écoulement pour x
- $H = \varepsilon L$ pour la hauteur z
- $T = \frac{L}{U}$ le temps caractéristique de diffusion
- $P = U^2$ pour la pression p

La forme non dimensionnelle de ces équations et conditions aux limites permet de faire apparaître les nombres suivants :

- ◊ $\varepsilon = \frac{H}{L}$ le rapport entre la hauteur caractéristique H et la longueur caractéristique L . Ce rapport très petit d'après l'hypothèse précédente permettra de simplifier les équations en considérant les écarts d'ordres de grandeurs des termes des équations
- ◊ $Re = \frac{UL}{\nu}$ le nombre de Reynolds, très faible dans le cas de l'écoulement d'on oxyde.

Les équations et conditions aux limites définies précédemment peuvent être réécrites en faisant apparaître les grandeurs caractéristiques.

$$\partial_t \varphi + \operatorname{div}(\vec{u}\varphi) = \phi_r \vec{v}_\chi \cdot \nabla \varphi \quad (\text{B.22})$$

$$\operatorname{div} \vec{u} = 0 \quad (\text{B.23})$$

$$\partial_t u + \partial_x u^2 + \partial_z(uw) + \partial_x p = \frac{1}{Re} \partial_x \sigma_{xx} + \frac{1}{\varepsilon Re} \partial_z \sigma_{xz} \quad (\text{B.24})$$

$$\varepsilon \left(\partial_t w + \partial_x(uw) + \partial_z w^2 \right) + \partial_z p = \frac{\varepsilon}{Re} \partial_x \sigma_{xz} + \frac{1}{Re} \partial_z \sigma_{zz} \quad (\text{B.25})$$

$$\text{avec : } \sigma_{xx} = 2 \partial_x u, \quad \sigma_{zz} = 2 \partial_z w, \quad \sigma_{xz} = \frac{1}{\varepsilon} \partial_z u + \varepsilon \partial_x w$$

2.3.1 Traitement des conditions aux bords

Condition sur la surface du fluide $z = h(t, x)$

La condition sur la surface du fluide définie par l'équation (B.19), rappelée ici prend en compte l'effet de tension de surface caractérisant la forme de la goutte.

$$(-p \operatorname{Id} + \sigma) \cdot \hat{n}_h = \beta \kappa \hat{n}_h \quad (\text{B.19})$$

La projection de cette relation sur les axes \vec{x} et \vec{z} permet d'écrire les deux équations suivantes, valables seulement à l'interface liquide/gaz défini par $z = h(t, x)$:

$$-(-p + \sigma_{xx}) \partial_x h + \sigma_{xz} = -\beta \kappa \partial_x h \quad (\text{B.26})$$

$$-\sigma_{xz} \partial_x h - p + \sigma_{zz} = \beta \kappa \quad (\text{B.27})$$

Afin de développer ces équations, il est possible de réécrire l'équation (B.26) pour mettre en avant le terme σ_{xz} , et d'introduire ensuite son expression dans l'équation (B.27), ce qui donne le système d'équations suivant après factorisation des termes.

$$-(-p + \sigma_{xx}) \partial_x h + \sigma_{xz} = -\beta \kappa \partial_x h \quad (\text{B.26})$$

$$-p \left(1 - (\partial_x h)^2 \right) + \sigma_{zz} - \sigma_{xx} (\partial_x h)^2 = \beta \kappa \left(1 - (\partial_x h)^2 \right) \quad (\text{B.28})$$

Maintenant que ces équations sont écrites sous cette forme, il est possible de procéder à leur analyse dimensionnelle en introduisant les grandeurs caractéristiques et les notations définies précédemment, en définissant également la grandeur $\tau = \frac{\beta \kappa}{U^2}$.

$$-\varepsilon \left(-p + \frac{1}{Re} \sigma_{xx} \right) \partial_x h + \frac{1}{Re} \left(\varepsilon \partial_x w + \frac{1}{\varepsilon} \partial_z u \right) = -\varepsilon \tau \partial_x h \quad (\text{B.29})$$

$$-p \left(1 - \varepsilon^2 (\partial_x h)^2 \right) + \frac{1}{Re} \sigma_{zz} - \frac{\varepsilon^2}{Re} \sigma_{xx} (\partial_x h)^2 = \tau \left(1 - \varepsilon^2 (\partial_x h)^2 \right) \quad (\text{B.30})$$

Compte tenu de l'ordre de grandeur du paramètre ε , les termes en ε^2 sont considérés comme négligeables, les conditions aux limites peuvent alors s'écrire :

$$\frac{1}{Re} \partial_z u = \mathcal{O}(\varepsilon^2) \quad \text{en } z = h(t, x) \quad (\text{B.31})$$

$$p = \frac{2}{Re} \partial_z w - \tau + \mathcal{O}(\varepsilon^2) \quad \text{en } z = h(t, x) \quad (\text{B.32})$$

Condition sur la surface solide $z = b(t, x)$

Deux conditions aux limites s'appliquent à l'interface liquide/solide représenté par l'équation $z = b(t, x)$ et sont rappelées ici :

$$\partial_t b = \phi_r \vec{v}_r \cdot \hat{n}_b \quad (\text{B.20})$$

$$(\sigma \cdot \hat{n}_b) \cdot \hat{t}_b - \alpha \|\hat{t}_b\| \vec{u} \cdot \hat{t}_b + \beta \nabla \varphi \cdot \hat{t}_b (\cos \theta_{eq} - \cos \theta) = 0 \quad (\text{B.21})$$

L'équation (B.20) représentant le recul de la surface réactive au cours du temps peut être développée et mise sous sa forme non dimensionnelle pour s'écrire finalement :

$$\partial_t b = -\phi_r u_r \partial_x b + \phi_r w_r \quad \text{en } z = b(t, x) \quad (\text{B.33})$$

La seconde condition, décrite par l'équation (B.21), fait apparaître la friction du fluide sur la surface ainsi que l'angle de contact entre le solide et le liquide, ce qui détermine le sens du mouvement de la goutte. Les différents termes de cette équation peuvent être écrit de manière développée :

$$\begin{aligned} (\sigma \cdot \hat{n}_b) \cdot \hat{t}_b &= \left[\begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{xz} & \sigma_{zz} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} -\partial_x b \\ 1 \end{pmatrix} \right] \begin{pmatrix} 1 \\ \partial_x b \end{pmatrix} \\ &= -\sigma_{xx} \partial_x b + \sigma_{xz} - \sigma_{xz} (\partial_x b)^2 + \sigma_{zz} \partial_x b \end{aligned} \quad (\text{B.34})$$

$$\begin{aligned} \alpha \|\hat{t}_b\| (\vec{u} + \phi_r \vec{u}_{rec}) \cdot \hat{t}_b &= \alpha \sqrt{1 + (\partial_x b)^2} \begin{pmatrix} u + \phi_r u_{rec} \\ w + \phi_r w_{rec} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 \\ \partial_x b \end{pmatrix} \\ &= \alpha (u + \phi_r u_{rec} - (w + \phi_r w_{rec}) \partial_x b) \sqrt{1 + (\partial_x b)^2} \end{aligned} \quad (\text{B.35})$$

$$\begin{aligned} \beta \nabla \varphi \cdot \hat{t}_b (\cos \theta_{eq} - \cos \theta) &= \beta \begin{pmatrix} \partial_x \varphi \\ \partial_z \varphi \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 \\ \partial_x b \end{pmatrix} (\cos \theta_{eq} - \cos \theta) \\ &= \beta (\partial_x \varphi + \partial_z \varphi \partial_x b) (\cos \theta_{eq} - \cos \theta) \end{aligned} \quad (\text{B.36})$$

De même que pour la condition aux limites à l'interface liquide/gaz, cette équation peut être mise sous une forme non dimensionnelle afin de pouvoir évaluer l'influence de chaque terme. En adoptant la notation $\gamma = \frac{\beta}{U}$, et en utilisant les expressions développées (B.34), (B.35), et (B.36) des termes de l'équation, celle-ci s'écrit :

$$\begin{aligned} \frac{\varepsilon}{Re} (-\sigma_{xx} + \sigma_{zz}) \partial_x b + \frac{1}{Re} (1 - \varepsilon^2 (\partial_x b)^2) \sigma_{xz} - \alpha (u + \phi_r u_{rec} - \varepsilon^2 (w + \phi_r w_{rec}) \partial_x b) \sqrt{1 + \varepsilon^2 (\partial_x b)^2} \\ + \gamma (\partial_x \varphi + \partial_z \varphi \partial_x b) (\cos \theta_{eq} - \cos \theta) = 0 \end{aligned} \quad (\text{B.37})$$

La formulation (B.37) de cette équation permet de mettre en évidence les différences d'ordre de grandeur des différents termes, représentée par ε^2 , une quantité qui peut être considérée comme négligeable dans la suite du calcul, d'où la formulation suivante pour cette condition sur la surface solide :

$$\alpha (u + \phi_r u_{rec}) + \beta (\partial_x \varphi + \partial_z \varphi \partial_x b) (\cos \theta_{eq} - \cos \theta) = (-\sigma_{xx} + \sigma_{zz}) \partial_x b + \sigma_{xz} + \mathcal{O}(\varepsilon^2) \quad (\text{B.38})$$

Or l'équation de continuité (B.15) permet d'écrire la relation suivante entre les deux composantes de la vitesse \vec{u} :

$$\begin{aligned}\partial_x u + \partial_z w &= 0 \Leftrightarrow 2\nu\partial_x u + 2\nu\partial_z w = 0 \\ &\Leftrightarrow \sigma_{xx} = -\sigma_{zz}\end{aligned}\quad (\text{B.39})$$

La relation (B.39) permettant d'exprimer σ_{zz} en fonction de σ_{xx} sur l'ensemble du domaine considéré, il est possible de l'écrire en $z = b(t, x)$ afin de simplifier la relation (B.38). L'expression finale de cette condition aux limites sous sa forme dimensionnelle s'écrit alors :

$$\alpha(u + \phi_r u_r) + \beta\partial_x \varphi (\cos \theta_{eq} - \cos \theta) = -2\sigma_{xx}\partial_x b + \sigma_{xz} \quad \text{en } z = b(t, x) \quad (\text{B.40})$$

2.3.2 Intégration des équations

L'écriture d'un modèle mono dimensionnel basé sur les équations décrites précédemment est effectuée en intégrant ces équations suivant l'axe \vec{z} . Il en résultera des équations dépendant seulement du temps t et de l'abscisse x .

Equation pour l'indicateur de phase φ

L'équation (B.14) concernant l'indicateur de phase doit être intégrée en deux temps. La première étape dans ce développement consiste à intégrer cette équation sur $] -\infty, +\infty[$.

$$\int_{-\infty}^{+\infty} \partial_t \varphi dz + \int_{-\infty}^{+\infty} \partial_x (u\varphi) dz + \int_{-\infty}^{+\infty} \partial_z (w\varphi) dz = \phi_r \int_{-\infty}^{+\infty} (\vec{v}_i - \vec{v}_r) \nabla \varphi dz \quad (\text{B.41})$$

Règle de Leibniz

$$\int_{a(y)}^{b(y)} \partial_y f(x, y) dx = \partial_y \int_{a(y)}^{b(y)} f(x, y) dx - (f|_b \partial_x b - f|_a \partial_x a)$$

En utilisant la règle de Leibniz explicitée ci dessus, il est possible de calculer les différents termes de cette équation et d'obtenir les formulations suivantes pour chaque terme :

$$\begin{aligned}\int_{-\infty}^{+\infty} \partial_t \varphi dz &= \partial_t \left(\int_{-\infty}^{+\infty} \varphi dz \right) - 0 \\ &= \partial_t \left(\int_{-\infty}^b \varphi dz + \int_b^h \varphi dz + \int_h^{+\infty} \varphi dz \right) \\ &= \partial_t \delta\end{aligned}\quad (\text{B.42})$$

En procédant de la même manière, il est possible d'écrire les expressions des deux termes suivant :

$$\int_{-\infty}^{+\infty} \partial_x (u\varphi) dz + \int_{-\infty}^{+\infty} \partial_z (w\varphi) dz = \partial_x (\delta u) + 0 \quad (\text{B.43})$$

L'écriture du dernier terme concernant la réaction chimique à la surface du solide diffère de celle des autres termes car les vitesse de réaction chimique \vec{v}_i et \vec{v}_r ne sont définies que sur $z = b(t, x)$. Le calcul de l'intégrale de ce terme donne dans ce cas :

$$\int_{-\infty}^{+\infty} (\vec{v}_i - \vec{v}_r) \nabla \varphi dz = \lim_{dh \rightarrow 0} \int_{b-dh}^{b+dh} (\vec{v}_i - \vec{v}_r) \nabla \varphi dz = (\vec{v}_i - \vec{v}_r) \hat{n}_b \quad (\text{B.44})$$

L'équation (B.43) peut alors s'écrire comme une équation décrivant l'évolution de l'épaisseur de la couche liquide δ définie par l'équation (B.45)

$$\partial_t \delta + \partial_x (\delta u) = \phi_r (-(u_i - u_r) \partial_x b + (w_i - w_r)) \quad (\text{B.45})$$

La seconde étape de l'intégration de l'équation de l'indicateur de phase φ consiste à intégrer l'équation (B.14) sur l'épaisseur de la couche liquide, c'est à dire entre $z = b(t, x)$ et $z = h(t, x)$.

$$\int_b^h \partial_t \varphi dz + \int_b^h \partial_x (u \varphi) dz + \int_b^h \partial_z (w \varphi) dz = \phi_r \int_b^h (\vec{v}_i - \vec{v}_r) \nabla \varphi dz \quad (\text{B.46})$$

En appliquant le même raisonnement que précédemment il est possible d'écrire cette équation sous la forme :

$$\partial_t \delta - (\partial_t h - \partial_t b) + \partial_x (\delta u) - (u_{|_h} \partial_x h - u_{|_b} \partial_x b) + w_{|_h} - w_{|_b} = \phi_r (\vec{v}_i - \vec{v}_r) \hat{n}_b \quad (\text{B.47})$$

Cette équation peut être simplifiée grâce à la relation (B.45) qui permet d'éliminer certains termes. En effet, en soustrayant les deux équations il reste :

$$- (\partial_t h - \partial_t b) - (u_{|_h} \partial_x h - u_{|_b} \partial_x b) + w_{|_h} - w_{|_b} = 0 \quad (\text{B.48})$$

Cette équation est composée de termes ne s'appliquant qu'en certains endroits : soit à l'interface liquide/solide (termes en b), soit à l'interface liquide/gaz (termes en h). Il est donc possible de considérer cette équation comme un ensemble de deux équations, l'une décrite sur la surface du solide, l'autre à la surface du fluide. En réorganisant ces équations, il apparait des relations sur les composantes normales de la vitesse du fluide aux deux interfaces en fonction de la composant tangentielle correspondante et de la variation spatiale et temporelle des surfaces considérées.

$$w_{|_h} = \partial_t h + u_{|_h} \partial_x h \quad (\text{B.49})$$

$$w_{|_b} = \partial_t b + u_{|_b} \partial_x b \quad (\text{B.50})$$

Equation de la pression

Afin de déterminer l'expression de la pression du liquide dans le domaine, il convient d'intégrer l'équation (B.17), composante suivant l'axe z de l'équation de Navier-Stokes. Afin de faciliter le développement de cette équation, elle est réécrite sous sa forme non dimensionnelle décrite par (B.25), en mettant en évidence le terme lié à la pression, ce qui donne l'équation (B.51)

$$\partial_z p = \frac{1}{Re} (\partial_x \partial_z u + \varepsilon^2 \partial_{xx} w) + \frac{2}{Re} \partial_{zz} w - \varepsilon^2 (\partial_t w + \partial_x (uw) + \partial_z w^2) \quad (\text{B.51})$$

Tout comme pour les équations précédentes, les termes en ε^2 peuvent être négligés, ce qui permet d'écrire :

$$\begin{aligned} \partial_z p &= \frac{1}{Re} \partial_x \partial_z u + \frac{2}{Re} \partial_{zz} w + \mathcal{O}(\varepsilon^2) \\ &= \partial_z \left(\frac{1}{Re} \partial_x u + \frac{2}{Re} \partial_z w \right) \end{aligned} \quad (\text{B.52})$$

Cette formulation peut maintenant être intégrée entre $h(t, x)$ la surface du fluide et z un point quelconque situé dans le liquide. Cette intégration permettra de formuler une expression de la pression dans le liquide.

$$\begin{aligned} \int_h^z \partial_z p dz &= \int_h^z \partial_z \left(\frac{1}{Re} \partial_x u + \frac{2}{Re} \partial_z w \right) dz \\ p - p_{|_h} &= \frac{1}{Re} (\partial_x u + 2 \partial_z w) - \frac{1}{Re} (\partial_x u + 2 \partial_z w)_{|_h} \end{aligned}$$

Or d'après l'équation de continuité (B.15), il est possible d'exprimer le terme en $\partial_z w$ en fonction de $\partial_x u$, ce qui donne la formulation suivante pour la pression p :

$$p - p|_h = -\frac{1}{Re}\partial_x u - \frac{1}{Re}\partial_x u - \frac{2}{Re}\partial_z w|_h \quad (\text{B.53})$$

De plus, la relation (B.32) donne l'expression de $p|_h$ en fonction de $\partial_z w|_h$. La pression p peut donc être écrite en fonction de la composante tangentielle de la vitesse du fluide seulement :

$$p = -\frac{1}{Re}\partial_x u - \frac{1}{Re}\partial_x u|_h - \tau \quad (\text{B.54})$$

En considérant la relation (B.31) qui assure une très faible variation de la composante normale de la vitesse à proximité de la surface du liquide il est possible, en introduisant une vitesse moyenne \bar{u} définie comme la moyenne de la vitesse sur \vec{z} , d'écrire la pression du liquide sous la forme :

$$p = -\frac{1}{Re}\partial_x \bar{u} - \frac{1}{Re}\partial_x \bar{u} - \tau \quad (\text{B.55})$$

Finalement, cette expression peut être factorisée et remise sous une forme dimensionnelle afin d'obtenir une formulation explicite de la pression du liquide donnée par l'équation (B.56)

$$p = -\sigma_{xx} - \beta\kappa \quad (\text{B.56})$$

Cette expression de la pression sera nécessaire afin d'intégrer l'équation (B.16).

Equation sur la vitesse

Il est désormais possible d'intégrer la composante suivant \vec{x} de l'équation de Navier Stokes en utilisant certaines relations définies précédemment. Les équations utiles sont rappelées ci-après :

$$\partial_t u + \partial_x u^2 + \partial_z (uw) + \partial_x p = \partial_x \sigma_{xx} + \partial_z \sigma_{xz} \quad (\text{B.16})$$

$$-(-p|_h + \sigma_{xx}|_h)\partial_x h + \sigma_{xz}|_h = -\beta\kappa\partial_x h \quad (\text{B.26})$$

$$\alpha(u|_b + \phi_r u_r|_b) + \beta\partial_x \varphi (\cos \theta_{eq} - \cos \theta) = -2\sigma_{xx}|_b \partial_x b + \sigma_{xz}|_b \quad (\text{B.40})$$

$$w|_h = \partial_t h + u|_h \partial_x h \quad (\text{B.49})$$

$$w|_b = \partial_t b + u|_b \partial_x b \quad (\text{B.50})$$

$$p = -\sigma_{xx} - \beta\kappa \quad (\text{B.56})$$

L'intégration de l'équation (B.16) peut être réalisée sur l'épaisseur de la couche liquide décrite par les bornes $b(t, x)$ le fond solide et $h(t, x)$ la surface du fluide.

$$\int_b^h \partial_t u dz + \int_b^h \partial_x u^2 dz + \int_b^h \partial_z (uw) dz + \int_b^h \partial_x p dz = \int_b^h \partial_x \sigma_{xx} dz + \int_b^h \partial_z \sigma_{xz} dz \quad (\text{B.57})$$

Le développement de cette équation peut être effectué en utilisant la règle de Leibniz aux intégrales portant sur les termes en ∂_x et ∂_z :

$$\begin{aligned} & \partial_t(\delta u) - (u|_h \partial_t h - u|_b \partial_t b) + \partial_x(\delta u^2) - (u|_h^2 \partial_x h - u|_b^2 \partial_x b) + u|_h w|_h - u|_b w|_b = \\ & - \partial_x \int_b^h p + (p|_h \partial_x h - p|_b \partial_x b) + \partial_x(\delta \sigma_{xx}) - (\sigma_{xx}|_h \partial_x h - \sigma_{xx}|_b \partial_x b) + \sigma_{xz}|_h - \sigma_{xz}|_b \end{aligned} \quad (\text{B.58})$$

L'apparition de termes projetés en $z = h(t, x)$ et en $z = b(t, x)$ causée par la règle de Leibniz permet de réécrire l'équation précédente, mais en regroupant les termes aux bords de manière à faire apparaître des relations existantes entre ces termes.

$$\begin{aligned} \partial_t(\delta u) + \partial_x(\delta u^2) - u_{|_h}(\partial_t h + u_{|_h} \partial_x h - w_{|_h}) + u_{|_b}(\partial_t b + u_{|_b} \partial_x b - w_{|_b}) = \\ - \partial_x \int_b^h p + \partial_x(\delta \sigma_{xx}) - (-p_{|_h} \partial_x h + \sigma_{xx|_h} \partial_x h) + \sigma_{xz|_h} + \sigma_{xx|_b} \partial_x b - \sigma_{xz|_b} - p_{|_b} \partial_x b \end{aligned} \quad (\text{B.59})$$

Il est possible de simplifier cette équation en utilisant les relations rappelées au début du paragraphe. Avec ces relations, il est possible d'écrire :

$$\begin{aligned} \partial_t h + u_{|_h} \partial_x h - w_{|_h} &= 0 \\ \partial_t b + u_{|_b} \partial_x b - w_{|_b} &= 0 \\ -(-p_{|_h} + \sigma_{xx|_h}) \partial_x h + \sigma_{xz|_h} &= -\beta \kappa \partial_x h \\ p_{|_b} \partial_x b &= -\sigma_{xx|_b} \partial_x b - \beta \kappa \partial_x b \end{aligned}$$

Grâce à ces simplifications, l'équation (B.59) peut s'écrire sous une forme plus simple :

$$\partial_t(\delta u) + \partial_x(\delta u^2) = -\partial_x \int_b^h p + \partial_x(\delta \sigma_{xx}) - \beta \kappa (\partial_x h - \partial_x b) + 2\sigma_{xx|_b} \partial_x b - \sigma_{xz|_b} \quad (\text{B.60})$$

Les termes en $z = b(t, x)$ restants peuvent être traités grâce à la relation (B.40) :

$$2\sigma_{xx|_b} \partial_x b - \sigma_{xz|_b} = -\alpha(u_{|_b} + \phi_r u_{r|_b}) - \beta \partial_x \varphi (\cos \theta_{eq} - \cos \theta) \quad (\text{B.61})$$

Cette relation permet de proposer une nouvelle forme pour l'équation (B.59) où les termes de bords ont disparus :

$$\partial_t(\delta u) + \partial_x(\delta u^2) = -\partial_x \int_b^h p + \partial_x(\delta \sigma_{xx}) - \beta \kappa \partial_x \delta - \alpha(u + \phi_r u_r) - \beta \partial_x \varphi (\cos \theta_{eq} - \cos \theta) \quad (\text{B.62})$$

A présent que les termes liés aux bords ont été traités grâce aux conditions aux limites sur chacun de ces bords, il reste à expliciter le terme concernant l'intégrale de la pression p . Grâce à l'expression de la pression donnée par l'équation (B.56), ce qui donne :

$$\partial_x \int_b^h p = -\partial_x(\delta \sigma_{xx}) - \beta \partial_x(\delta \kappa) = -\partial_x(\delta \sigma_{xx}) - \beta \kappa \partial_x \delta - \beta \delta \partial_x \kappa \quad (\text{B.63})$$

L'équation (B.64) peut alors s'écrire

$$\partial_t(\delta u) + \partial_x(\delta u^2) = (\partial_x(\delta \sigma_{xx}) + \beta \kappa \partial_x \delta + \beta \delta \partial_x \kappa) + \partial_x(\delta \sigma_{xx}) - \beta \kappa \partial_x \delta - \alpha(u + \phi_r u_r) - \beta \partial_x \varphi (\cos \theta_{eq} - \cos \theta) \quad (\text{B.64})$$

Finalement, la courbure κ peut être explicitée en fonction de la surface du fluide $h(t, x)$. En effet, la courbure de la surface du fluide peut être décrite par l'équation (B.65).

$$\kappa = \frac{\partial_{xx} h}{\sqrt{1 + (\partial_x h)^2}} = \partial_{xx} h + \mathcal{O}(\varepsilon^3) \quad (\text{B.65})$$

Cette explicitation de la courbure permet de conclure le développement de la composante suivant \vec{x} de l'équation de Navier-Stokes servant à décrire le mouvement du fluide. Finalement les différents phénomènes définissant le mouvement de cette goutte sont présent dans l'équation (B.66) définissant son comportement.

$$\partial_t(\delta u) + \partial_x(\delta u^2) - \beta \delta \partial_{xxx} h + \alpha(u + \phi_r u_r) + \beta \partial_x \varphi (\cos \theta_{eq} - \cos \theta) = \partial_x(4\nu \delta \partial_x u) \quad (\text{B.66})$$

Bibliographie

- [Aubard 95] X. Aubard. Modelling of the mechanical behaviour of a 2D SiC-SiC composite at a meso-scale. Composites Science and Technology, vol. 54, pages 371–378, 1995.
- [Baranger 06] E. Baranger, C. Cluzel, P. Ladevèze & A. Mouret. Prédiction de la durée de vie des composites céramiques à matrice autocicatrisante : I - Modélisation mécanique macroscopique de la fissuration. 2006.
- [Benazzouk 13] L. Benazzouk. Approche du comportement dynamique d'un oxyde liquide dans un matériau composite autocicatrisant MAC. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, 2013.
- [Bernatz 01] K.M. Bernatz, I. Echeverría, S.L. Simon & D.J. Plazek. Viscoelastic properties of amorphous boron trioxide. Journal of Non-Crystalline Solids, vol. 289, pages 9–16, 2001.
- [Boned 15] C. Boned. Modélisation de la durée de vie de matériaux céramiques auto-cicatrisants pour l'aéronautique. Rapport de stage, INRIA Bordeaux - LCTS, 2015.
- [Buchanan 93] F.J. Buchanan & J.A. Little. Glass sealants for carbon-carbon composites. Journal of Material Science, vol. 23, pages 2324–2330, 1993.
- [Chiang 01] Y.C. Chiang. On fiber debonding and matrix cracking in fiber-reinforced ceramics. Composites Science and Technology, vol. 61, no. 12, pages 1743–1756, 2001.
- [Cluzel 06] C. Cluzel, E. Baranger, P. Ladevèze & A. Mouret. Prédiction de la durée de vie des composites céramiques à matrice autocicatrisante : II - Analyse des mécanismes de fissuration et d'oxydation. 2006.
- [Courtois 92] C. Courtois. Protection contre l'oxydation de composite C_f/SiC_m par dépôt chimique en phase vapeur (TiB_2, Si_3N_4). Thèse de doctorat, Université de Limoges, no. 31, 1992.
- [Couégnat 08] G. Couégnat. Approche multiéchelle du comportement mécanique des matériaux composites à renfort tissé. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, 2008.
- [Deal 65] B. E. Deal & A. S. Grove. General relationship for the thermal oxidation of silicon. Journal of Applied Physics, vol. 36, no. 12, pages 3770–3778, 1965.
- [Dréan 10] V. Dréan. Two-dimensional oxidation modeling of MAC composite materials. Rapport INRIA, no. 7417,7418, 2010.
- [Dupel 95] P. Dupel, J.L. Bobet, R. Pailler & J. Lamon. Influence d'interphases pyrocarbone déposées par CVI pulsée sur les caractéristiques mécaniques de matériaux composites unidirectionnels. Journal de Physique III France, vol. 5, page 937–951, 1995.
- [Dupin 13] C. Dupin. Etude du comportement mécanique des matériaux composites à matrice céramique de faible épaisseur. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, 2013.

- [Ern 04] A. Ern & J.-L. Guermond. Theory and practice of finite elements, volume 159 of Applied Mathematical Science. Springer, 2004.
- [Fillipuzzi 94] L. Fillipuzzi & R. Naslain. Oxidation mechanisms and kinetics of 1D-SiC/C/SiC composite materials : II, modelling. Journal of the American Ceramic Society, vol. 77, no. 2, pages 467–480, 1994.
- [Garitte 07] E. Garitte. Etude de l'oxydation/corrosion des composites céramiques. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, no. 3484, 2007.
- [Gauthier 06] W. Gauthier. Rupture différée en fatigue statique, aux températures intermédiaires, de fils et de fibres à base de carbure de silicium. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, 2006.
- [Gauthier 08] W. Gauthier & J. Lamon. Delayed failure of Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S multifilament tows and single filaments at intermediate temperatures (500 °C- 800 °C). Journal of the American Ceramic Society, vol. 92, pages 702–709, 2008.
- [Gerbeau 01] J.F. Gerbeau & B. Perthame. Derivation of viscous Saint-Venant system for laminar shallow water ; numerical validation. Discrete and Continuous Dynamical Systems Series B, vol. 1, no. 1, pages 89,102, 2001.
- [Guillaumat 96] L. Guillaumat & J. Lamon. Probabilistic-statistical simulation of the non-linear mechanical behavior of a woven SiC/SiC composite. Composites Science and Technology, vol. 56, pages 803–808, 1996.
- [Jones 95] R.H. Jones, C.H. Henager Jr. & C.F. Windish Jr. High temperature corrosion crack growth of SiC-SiC at variable oxygen partial pressures. Material Science and Engineering, vol. A 198, pages 103–112, 1995.
- [Jouannigot 11] S. Jouannigot. Détermination de propriétés élastiques par microindentation. LCTS, 2011.
- [Komaya 96] T. Komaya, S. Hayashi, A. Yasumori, K. Okada, M. Schmäcker & H. Schneider. Microstructure and mechanical properties of mullite/zirconia composites prepared from alumina and zircon under various firing conditions. Journal of European Ceramic Society, vol. 16, pages 231–237, 1996.
- [Lachaud 06] J. Lachaud. Modélisation physico-chimique de l'ablation de matériaux composites en carbone. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, no. 3291, 2006.
- [Ladevèze 10] P. Ladevèze & M. Genet. A new approach to the subcritical cracking of ceramic fibers. Composites Science and Technology, vol. 70, pages 1575–1583, 2010.
- [Laforêt 09] A. Laforêt. Rupture différée en fatigue statique aux très hautes températures (800 °C - 1300 °C) des fils Hi-Nicalon, des composites Hi-Nicalon/type PyC/SiC et des composites Hi-Nicalon/type PyC/B₄C. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, 2009.
- [Lamon 01] J. Lamon. A micromechanics-based approach to the mechanical behavior of brittle-matrix composites. Composites Science and Technology, vol. 61, page 2259–2272, 2001.
- [Lamouroux 94] F. Lamouroux, R. Naslain & J.M. Jouin. Kinetic and mechanisms of oxidation of 2D woven C/SiC composites : II, theoretical approach. Journal of the American Ceramic Society, vol. 77, no. 8, pages 2058–2068, 1994.
- [Lamouroux 99] F. Lamouroux, S. Bertrand, R. Pailler, R. Naslain & M. Cataldi. Oxidation-resistant carbon-fiber reinforced ceramic-matrix composites. Composites Science and Technology, vol. 59, pages 1073–1085, 1999.
- [Letombe 02] S. Letombe. Modélisation du couplage oxydation/endommagement des composites à matrice céramique autocicatrisante. Thèse de doctorat, ENS Cachan, 2002.

- [Litz 63] L.W. Litz & R.A. Mercuri. Oxidation of boron carbide by air, water, and air-water mixtures at elevated temperatures. *Journal of Electrochemical Society*, vol. 110, no. 8, pages 921–925, 1963.
- [Macedo 68] P.B. Macedo & A. Napolitano. Inadequacies of viscosity theories for B₂O₃. *Journal of Chemical Physics*, vol. 49, pages 1887–1895, 1968.
- [Mackenzie 59] J.D. Mackenzie. Structure of liquid boron trioxide. *Journal of Physical Chemistry*, vol. 63, no. 11, pages 1875–1878, 1959.
- [Marche 07] F. Marche. Derivation of a new two-dimensional viscous shallow water model with varying topography, bottom friction and capillary effects. *European Journal of Mechanics B/Fluids*, vol. 26, pages 49–63, 2007.
- [Martin 03] X. Martin. Oxydation/Corrosion de matériaux composites (SiCf/SiBCm) à matrice auto-cicatrisante. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, no. 2749, 2003.
- [Naslain 98] R. Naslain. The design of the fibre-matrix interfacial zone in ceramic matrix composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 29, pages 1145–1155, 1998.
- [Naslain 99] R. Naslain, J. Lamon, R. Pailler, X. Bourrat, A. Guette & F. Langlais. Micro/minicomposites : a useful approach to the design and development of non-oxide CMCs. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 30, page 537–547, 1999.
- [Naslain 01] R. Naslain. The art of ceramics : the blend of art and science technology. *Discussions of the academy of ceramics, Forum 2000*, p. 13. N. Claussen, 2001.
- [Naslain 04] R. Naslain. Design, preparation and properties of non-oxide CMCs for application in engines and nuclear reactors : an overview. *Composites Science and Technology*, vol. 64, pages 155–170, 2004.
- [Pailler 03] F. Pailler, J. Lamon & F. Rebillat. Modélisation du comportement en fatigue statique de mini composites C/SiC. *Matériaux composites*, vol. 2, pages 689–702, 2003.
- [Perrot 14] G. Perrot. 2D Numerical modeling of the tow-scale lifetime of self healing CMCs. *Proceeding Workshop on Testing and Modeling Ceramic and Carbon Matrix Composites*, LMT Cachan, France, 2014.
- [Pittoni 12] P.G. Pittoni, Y.Y. Chang & S.Y. Lin. Interpretation of the peculiar temperature dependence of surface tension for boron trioxide. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, vol. 43, pages 852–859, 2012.
- [Quémard 07] L. Quémard, F. Rebillat, A. Guette, H. Tawil & C. Louchet-Pouillier. Self-healing mechanisms of a SiC fiber reinforced multilayered ceramic matrix. *Journal of European Ceramic Society*, vol. 27, pages 377–388, 2007.
- [Rebillat 00] F. Rebillat, J. Lamon & A. Guette. The concept of a strong interface applied to SiC/SiC composites with a BN interphase. *Acta Materialia*, vol. 48, no. 18–19, pages 4609–4618, 2000.
- [Rebillat 04a] F. Rebillat. Original 1D oxidation modeling of composites with complex architectures. *High Temperature Ceramic Matrix Composites*, no. 5, pages 315–320, 2004.
- [Rebillat 04b] F. Rebillat, X. Martin & A. Guette. Kinetic oxidation laws of boron carbide in dry and wet environments. *Proceedings of High Temperature Ceramic Matrix Composites 5 (HTCMC5)*, pages 321–326, 2004.
- [Rebillat 10] F. Rebillat, X. Martin, E. Garitte & A. Guette. Overview on the self-sealing process in the SiCf/[Si,C,B]m composites under wet atmosphere at high temperature. *Journal of the American Ceramic Society*, pages 151–166, 2010.

- [Reynaud 96] P. Reynaud. Cyclic fatigue of ceramic-matrix composites at ambient and elevated temperatures. Composites Science and Technology, vol. 56, pages 809–814, 1996.
- [Ricchiuto 09] M. Ricchiuto & A. Bollermann. Stabilized residual distribution for shallow water simulations. Journal of Computational Physics, vol. 228, no. 4, pages 1071–1115, 2009.
- [Singh 99] J.P. Singh, D. Singh & M. Sutaria. Ceramic composites : roles of fiber and interface. Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 30, no. 4, pages 445–450, 1999.
- [Vandenbulcke 96] L. Vandenbulcke & S. Goujard. Multilayer systems based on B, B₄C, SiC and SiBC for environmental composite protection. Progress in Advanced Materials and Mechanics, pages 1198–1203, 1996.
- [Vignoles 12] G.L. Vignoles, V. Drean, G. Perrot, G. Couégnat & M. Ricchiuto. Image-based 2D numerical modeling of oxide formation in self-healing CMCs. International Conference on Advanced Ceramics and Composites, 2012.
- [Weibull 39] W. Weibull. A statistical theory of the strength of materials. Rapport technique 151, Royal Swedish Institute for Engineering Research, 1939.
- [Wery 07] S. Wery & F. Teyssandier. Physico-chemical reactivity of ceramic composites materials at high temperature : vaporization and reactivity with carbon of borosilicate glass. Mechanical Properties and Performance of Engineering Ceramics and Composites III, vol. 28, no. 2, pages 307–317, 2007.
- [Yoshimi 02] K. Yoshimi, S. Nakatani, T. Suda & S. Hanada and H. Habazaki. Oxidation behavior of Mo₅SiB₂-based alloy at elevated temperatures. vol. 10, pages 407–414, 2002.

Résumé :

Les matériaux composites à matrice céramique (CMCs) à matrice auto-cicatrisantes (MAC) sont développés depuis plusieurs années pour leurs possibilités d'application dans le domaine de la propulsion aéronautique où ils se révèlent très intéressants en termes de résistance à des conditions sévères et de légèreté. Dans le cadre d'un programme d'étude du comportement des CMC-MAC et de leurs mécanismes d'endommagement, l'objectif de ces travaux est de construire un modèle numérique multi-physique permettant de déterminer la durée de vie d'un échantillon d'un tel matériau soumis à une contrainte mécanique dans un environnement oxydant. L'étude porte sur la mise en place d'un couplage entre deux codes de calcul : un code d'endommagement mécanique et un code physico-chimique qui a été développé au cours de cette thèse. De façon inédite, on se place dans la géométrie 2D d'un plan de fissure, partant d'une image détaillée de l'arrangement des constituants (fibres, interphases, matrice multi-couche). Les différentes parties du programme ont été validées indépendamment et des résultats du calcul complet sont présentés et discutés.

Mots-clés : Composites SiC/SiC, diffusivité thermique, thermocinétique, modélisation, relation structure-propriétés.

Modeling of the mechanical behavior of self-healing ceramic matrix composites under load and oxidizing atmosphere

Self-Healing Ceramics Matrix Composites (HT-CMC) are developed since several years for their application in aeronautic applications and are interesting for their good resistance to critical environments. As part of a study program of the HT-CMC behavior and their damage mechanisms, the objective of this thesis is to build a multi-physics numerical model to determine the lifetime of a sample such a material subjected to a mechanical stress in an oxidizing environment. The study focuses on the establishment of a coupling between two computer codes: a code of mechanical damage and a physical-chemical code that was developed during this thesis. In an unprecedented way, we place ourselves in the 2D geometry of a crack plane, starting from a detailed picture of the arrangement of the components (fiber, interphase, multi-layer matrix). The different parts of the code have been independently validated and the results of the complete calculation are presented and discussed.

Keywords: SiC / SiC Composites, thermal diffusivity, thermokinetics, modeling, structure-properties.