



HAL
open science

Caractérisation et modélisation probabiliste de la rupture fragile de l'AlSi CE9F et d'une alumine cofrittée pour composants embarqués à applications spatiales

Damien Mauduit

► To cite this version:

Damien Mauduit. Caractérisation et modélisation probabiliste de la rupture fragile de l'AlSi CE9F et d'une alumine cofrittée pour composants embarqués à applications spatiales. Matériaux. Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, 2016. Français. NNT : 2016EMAC0010 . tel-01469127

HAL Id: tel-01469127

<https://theses.hal.science/tel-01469127>

Submitted on 16 Feb 2017

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

En vue de l'obtention du
DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par : *l'École Nationale Supérieure des Mines d'Albi-Carmaux*

Présentée et soutenue le *21 octobre 2016* par :
DAMIEN MAUDUIT

Caractérisation et modélisation probabiliste de la rupture fragile de l'AlSi CE9F et d'une alumine cofrittée pour composants embarqués à applications spatiales

JURY

Jean-Jacques BLANDIN	Directeur de Recherche, INP Grenoble	Rapporteur
Eric MARTIN	Professeur, INP Bordeaux, Ecole ENSEIRB-MATMECA	Rapporteur
Michel BOUSSUGE	Maître de recherche, École des Mines Paris-Tech	Président
Pierre BESANCENOT	Ingénieur, Thalès AleniaSpace	Membre invité
Sébastien CLAMAGIRAND	Ingénieur, CNES	Membre invité
Gilles DUSSERRE	Maître-assistant, École des Mines Albi	Codirecteur
Thierry CUTARD	Professeur, École des Mines Albi	Directeur

École doctorale et spécialité :

MEGEP : Génie mécanique, mécanique des matériaux

Unité de Recherche :

Institut Clément Ader, CNRS - UMR 5312, École des Mines d'Albi-Carmaux

Directeur(s) de Thèse :

Thierry CUTARD et Gilles DUSSERRE

Je rêverais qu'un jour on fonde, non pas des banques dans lesquelles on met de l'argent, ce qui n'est pas très intéressant, mais des banques dans lesquelles on met du temps. Nous irions de temps en temps déposer un petit peu de temps, quand la période qui s'annonce est un peu tristounette, et puis nous irions en récupérer de temps en temps un petit peu pour profiter pleinement d'une période plus agréable.

André Brahic, « Dernières nouvelles de l'univers », le 18 août 2013

Remerciements

Ces travaux ont été réalisés en partenariat avec Thalès AleniaSpace et le CNES, basés à Toulouse. Je tiens à les remercier de m'avoir proposé ce sujet de thèse et de m'avoir accompagné durant ces trois années. J'espère que nos partenariats se poursuivront tout au long de ma nouvelle carrière de docteur.

Je remercie les membres du jury, Michel Boussuge, président, Jean-Jacques Blandin et Eric Martin, rapporteurs, de m'avoir fait l'honneur d'examiner et d'évaluer mes travaux de thèses.

Je remercie également Thierry Cutard, directeur, et Gilles Dusserre, codirecteur, pour leur encadrement, leurs conseils et leurs encouragements qui ont permis à l'aboutissement de la démarche scientifique de ces travaux.

Que l'ensemble du personnel de l'ICA d'Albi soit ici remercié pour l'ambiance quotidienne, les petites coups de main, les discussions hautement philosophiques et les repas du midi. Spéciales dédicasses à Ester, Thomas, Jean-My, Rémi, Medhi et Serge sans qui l'âme du laboratoire ne peut exister.

Un grand merci à mes camarades doctorants de l'école des Mines d'Albi, particulièrement à mes compagnons de bureau, pour les moments partagés, les sorties et les jeux de société. Je vous encourage à poursuivre vos travaux et vos luttes contre les injustices de l'administration mais surtout à terminer, dans les meilleures conditions possibles, vos thèses. Mes pensées se tournent spécialement vers Léonard, Igor, Raphaëlle, Mahmoud, Romeu, Lilia, Sabine, Jing, Aurélien, Charline, Marie, Julien, Sylvain, Lucia, Haithem, Marwa, Hugo, Margot et d'autres encore... dont je souhaite le meilleur pour la suite de vos aventures respectives.

Enfin, je n'oublie pas ma famille et mes amis proches, sans qui je ne serai pas en train d'écrire ses lignes. Je les remercie d'être là et de m'avoir soutenu tout au long de ces années d'études.

Notations

Grandeurs spatio-temporelles

t	Temps	s
x,y,z	Coordonnées cartésiennes	m
Ω	Domaine matériel	
M	Point matériel	
L, l_1, l_2, b, h, d	Dimensions	m
g	accélération de pesanteur	$m.s^{-2}$

Grandeurs propres au modèle de la rupture fragile

P	Probabilité de rupture	
m	Module de Weibull	
\hat{m}	Module de Weibull biaisé	
b	Facteur de correction du module de Weibull	
σ_0	Paramètre de forme	Pa
σ_u	Contrainte seuil	Pa
V_0	Volume de référence	m^3
V_{Eq}	Volume équivalent	m^3
σ_{eq}	Contrainte équivalente	Pa

σ_{Eq}	Contrainte équivalente de Freudenthal	Pa
σ_{max}	Contrainte maximale	Pa
n	Nombre d'éprouvettes	
Grandeurs mécaniques		
E	Module d'élasticité	Pa
G	Module de Coulomb	Pa
ν	Coefficient de Poisson	
U	Déplacement	m
θ	Rotation	rad
u^*	Déplacement virtuel	M
\vec{U}	Vecteur des déplacements	m
ε	Déformation	
ε^*	Déformation virtuelle	
$\bar{\varepsilon}$	Tenseur des déformations	
σ	Contrainte	Pa
$\bar{\sigma}$	Tenseur des contraintes	Pa
η	Taux de triaxialité	
f	Coefficient de frottement de Coulomb	
a	Demi-longueur de fissure	m
γ	Densité d'énergie de surface	J.m ²

Grandeurs thermiques

T	Température	K ou °C
T ₀	Température de référence	K ou °C
T ₁	Température interne	K ou °C
T ₂	Température externe	K ou °C
T _i	Température initiale	K ou °C
h	Coefficient d'échange convectif	W.m ⁻² .K ⁻¹

Propriétés thermo-physiques

ρ	Masse volumique	kg.m ⁻³
λ	Conductivité thermique	W.m ⁻¹ .K ⁻¹
C _p	Capacité calorifique massique	J.kg ⁻¹ .K ⁻¹
κ	Diffusivité thermique	m ² .s ⁻¹
α ou CTE	Coefficient de dilatation thermique	K ⁻¹

Grandeurs optiques

θ	Angle de Bragg	°
d _{inter}	Distance interréticulaire	nm
S _{i,hkl}	Constantes élastiques radiocristallographiques	Pa ⁻¹
ψ, φ	Angles de mesure des contraintes résiduelles	°
D	Taille moyenne des cristallites	Å
ε	Microdéformation	
β	Largeur à mi-hauteur de pic de diffraction	°

Résonance

fr	Fréquence propre en mode de flexion	Hz
ft	Fréquence propre en mode de torsion	Hz

Constantes

λ_{Cu}	Longueur d'onde anticathode cuivre	0,15418 nm
λ_{Cr}	Longueur d'onde anticathode chrome	0,2085 nm

Indices

i	
hkl	Indices de Miller
4pts	Flexion quatre points
3pts	Flexion trois points
I, II, III	Directions principales

Notations

grad	Gradient
\rightarrow	Tenseur du premier ordre
=	Tenseur du second ordre
[]	Matrice
$\delta_{i,j}$	Symbole de Kronecker
χ^2	Valeur du test du Khi ²

Tables des matières

NOTATIONS.....	V
TABLES DES MATIERES	IX
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	7
1.I DEUX MATERIAUX A RUPTURE FRAGILE	7
1.I.1 <i>AlSi CE9F, le matériau innovant</i>	7
1.I.2 <i>Alumine cofrittée à haute température (HTCC).....</i>	16
1.II LA RUPTURE FRAGILE ET LE MODELE DE WEIBULL.....	19
1.II.1 <i>Notion de rupture fragile.....</i>	19
1.II.2 <i>Modèle de Weibull – Théorie et définition</i>	22
1.II.3 <i>Modulations du modèle de Weibull et autres distributions</i>	24
1.II.4 <i>Volume équivalent et effet d'échelle.....</i>	29
1.II.5 <i>Sur la détermination des paramètres du modèle de Weibull.....</i>	36
1.II.6 <i>Introduction à la modélisation de la rupture fragile.....</i>	40
CHAPITRE 2 METHODES DE CARACTERISATION DES MATERIAUX.....	45
2.I CARACTERISATION PAR ANALYSE STATISTIQUE DE LA RESISTANCE A LA RUPTURE.....	45
2.I.1 <i>Essais de flexion quatre points.....</i>	45
2.I.2 <i>Essais de flexion trois points.....</i>	47
2.I.3 <i>Campagnes d'essais de flexion quatre points à -50°C et à 130°C.....</i>	48
2.I.4 <i>Détermination des paramètres de Weibull.....</i>	49
2.I.5 <i>Essais sur éprouvettes technologiques.....</i>	52
2.II CARACTERISATION DES PROPRIETES ELASTIQUES.....	56
2.II.1 <i>Résonance acoustique</i>	56
2.II.2 <i>Essais de DMA (Dynamic mechanical analysis).....</i>	58
2.II.3 <i>Essais dilatométriques et détermination du coefficient de dilatation thermique (CTE).....</i>	59
2.II.4 <i>Nano-indentation de Berkovich et mesure locale du module d'élasticité</i>	60
2.III CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE	61
2.III.1 <i>Observations au microscope électronique à balayage (MEB).....</i>	61
2.III.2 <i>Analyse par diffraction des rayons X (DRX) et détermination des contraintes internes....</i>	64
2.III.3 <i>Analyse par EBSD (Electron BackScattered Diffraction).....</i>	69
2.III.4 <i>Méthode des Intercepts</i>	70
CHAPITRE 3 ETUDE MICROSTRUCTURALE ET MECANIQUE DES MATERIAUX ETUDIES	73
3.I CARACTERISATION DE L'ALUMINE HTCC	73
3.I.1 <i>Propriétés thermoélastiques de l'alumine HTCC</i>	74
3.I.2 <i>Etude détaillée de la microstructure d'Alumine HTCC</i>	74
3.I.3 <i>Analyse probabiliste de la rupture de l'alumine HTCC à température ambiante.....</i>	77
3.II CARACTERISATION DU MATERIAU ALSi CE9F.....	88
3.II.1 <i>Propriétés thermoélastiques de l'AlSi CE9F</i>	88
3.II.2 <i>Microstructure de l'AlSi CE9F</i>	91
3.II.3 <i>Analyse probabiliste de la rupture de l'AlSi CE9F.....</i>	106
3.II.4 <i>Influence de cycles thermiques sur les propriétés mécaniques de l'AlSi CE9F.....</i>	113

3.II.5	<i>Discussion sur l'influence de la température sur le comportement de l'AlSi</i>	123
3.III	SYNTHESE SUR LE CHAPITRE	124
CHAPITRE 4	SIMULATION NUMERIQUE ET VALIDATION D'UN CRITERE DE LA	
	RUPTURE FRAGILE	129
4.I	ETUDES DU MODELE NUMERIQUE DE LA RUPTURE FRAGILE	129
4.I.1	<i>Implantation numérique du modèle</i>	130
4.I.2	<i>Confrontation avec les résultats expérimentaux</i>	137
4.II	CONFRONTATION EXPERIENCE/SIMULATION POUR DES CAS DE CHARGEMENTS COMPLEXES	143
4.II.1	<i>Flexion quatre points sur éprouvette en T</i>	143
4.II.2	<i>Flexion quatre points sur éprouvette percée</i>	149
4.II.3	<i>Flexion simple sur éprouvette vissée</i>	152
4.II.4	<i>Bilan sur l'étude des cas de chargements complexes</i>	160
4.III	ETUDE D'UN COMPOSANT EN ALUMINE HTCC	162
4.III.1	<i>Définition du composant et retour d'expérience</i>	162
4.III.2	<i>Résultats expérimentaux – flexion quatre points</i>	163
4.III.3	<i>Observation des faciès de rupture</i>	164
4.III.4	<i>Simulation numérique de la fenêtre en alumine HTCC</i>	166
4.III.5	<i>Discussion sur la fenêtre en alumine HTCC</i>	173
4.IV	SYNTHESE SUR LE CHAPITRE	174
CHAPITRE 5	ETUDES SUR BOITIER HYBRIDE EN ALSI CE9F	179
5.I	CALCUL DE LA PROBABILITE DE RUPTURE EN CONDITIONS ANISOTHERMES	179
5.I.1	<i>Cas général du calcul de la probabilité de rupture</i>	179
5.I.2	<i>Application à une plaque encastrée soumise un gradient de température</i>	180
5.I.3	<i>Bilan de l'étude</i>	185
5.II	SIMULATIONS NUMERIQUES D'ESSAIS DE CERTIFICATION D'UN BOITIER	186
5.II.1	<i>Définition du composant et hypothèses</i>	186
5.II.2	<i>Simulation d'un cas thermomécanique</i>	187
5.II.3	<i>Simulation du comportement sous sollicitation dynamique</i>	192
5.III	SYNTHESE SUR LE CHAPITRE	199
	CONCLUSION	201
	BIBLIOGRAPHIE	205
	LISTE DES FIGURES	215
	LISTE DES TABLEAUX	223
	ANNEXE A : INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LA MICROSTRUCTURE DE L'ALSI CE9F	
	225
	ANNEXE B : VERS UNE APPROCHE MULTI-ECHELLE	229
	ANNEXE C : MAILLAGES	231

Introduction

Depuis le premier satellite artificiel Spoutnik I lancé par l'URSS en 1957, l'humanité s'est approprié son espace proche et y a envoyé un grand nombre de véhicules spatiaux. Il s'agit majoritairement de satellites artificiels avec des missions très variées. Il y en a actuellement 1381 [1] en activité autour de la terre, recensés en 2015, et près de 7450 satellites inactifs selon la NASA [2] répartis sur de nombreuses orbites. Un satellite est composé d'une charge utile et d'une plate-forme. La première correspond à l'ensemble des équipements et systèmes destinés à remplir les missions du satellite : télécommunication, observation terrestre ou spatiale, etc... La seconde assure l'ensemble des fonctions supports, telles que la conversion d'énergie ou le positionnement. L'ensemble des composants électroniques de la charge utile et de la plateforme est protégé par des boîtiers.

Le satellite évolue dans un milieu extrême. Outre les irrégularités du champ de gravité ou la présence de nombreux débris, la faible pression permet aux atomes superficiels de se sublimer facilement, dégradant progressivement la structure. Enfin les fortes variations thermiques, notamment en raison de la succession des phases d'éclipse, contribuent à sa dégradation. La dissipation thermique est également un phénomène essentiel à prendre en compte et à maîtriser dans le cadre du dimensionnement des différents éléments du satellite. En effet, les composants électroniques ne peuvent fonctionner que dans une certaine gamme de températures selon leurs applications. Les composants électroniques, source de chaleur lors de leur utilisation, voient par exemple leur durée de vie décroître avec l'élévation de température.

La régulation thermique est alors nécessaire et elle s'appuie sur les sources thermiques disponibles. Le soleil est une source de chaleur, il génère au voisinage de la terre un flux de 1375 W.m^{-2} [3], et le ciel, avec une température de quelques Kelvin, est un puits thermique. A noter que le satellite échange avec son milieu extérieur uniquement via les échanges radiatifs. La conception de la charge utile doit ainsi permettre de faciliter ou d'interdire les échanges thermiques. Dans le cas des composants électroniques, la chaleur produite lors de leur fonctionnement doit être dissipée par conduction vers les parois du satellite. Les boîtiers de protection des composants électroniques ont alors pour fonction non seulement de les protéger physiquement du milieu extérieur, mais également de dissiper la chaleur vers les canaux de régulation.

En parallèle de la fonction de dissipation, l'une des volontés des entreprises du secteur spatial est de diminuer constamment la masse de la charge globale des engins spatiaux. La masse est actuellement la raison principale du coût élevé de mise en orbite des satellites et la réduction progressive des coûts est un des objectifs de l'industrie spatiale.

Cette volonté se traduit notamment par la miniaturisation progressive des composants électroniques. Dans ce contexte, les boîtiers hybrides hermétiques, dans lesquels les composants électroniques sont directement connectés au substrat sans encapsulation, sont apparus (Figure 1). Une partie des composants est également directement intégrée dans le substrat du boîtier. Il s'agit d'un compromis entre le circuit imprimé et le circuit intégré, d'où le nom de technologie hybride [4]. Ce type de réalisation nécessite alors que les boîtiers soient réalisés avec des matériaux ayant un coefficient de dilatation thermique proche de celui du matériau des composants, majoritairement en germanium et en silicium. La réduction de la masse s'effectue aussi par l'utilisation de matériaux de

plus en plus légers par rapport à ceux initialement utilisés, tels que le Kovar[®] (alliage FeNiCo avec 53% de fer, 29% de nickel et 17% de cobalt).

La régulation thermique n'empêche pas pour autant les variations thermiques au sein du satellite. Elles sont néanmoins atténuées par le système de contrôle thermique. En raison des différences de valeur des coefficients de dilatation thermique des différents matériaux de l'assemblage, ces variations thermiques génèrent un effet bilame : des contraintes mécaniques de traction et de compression apparaissent sur les boîtiers, et par conséquent sur les composants électroniques.

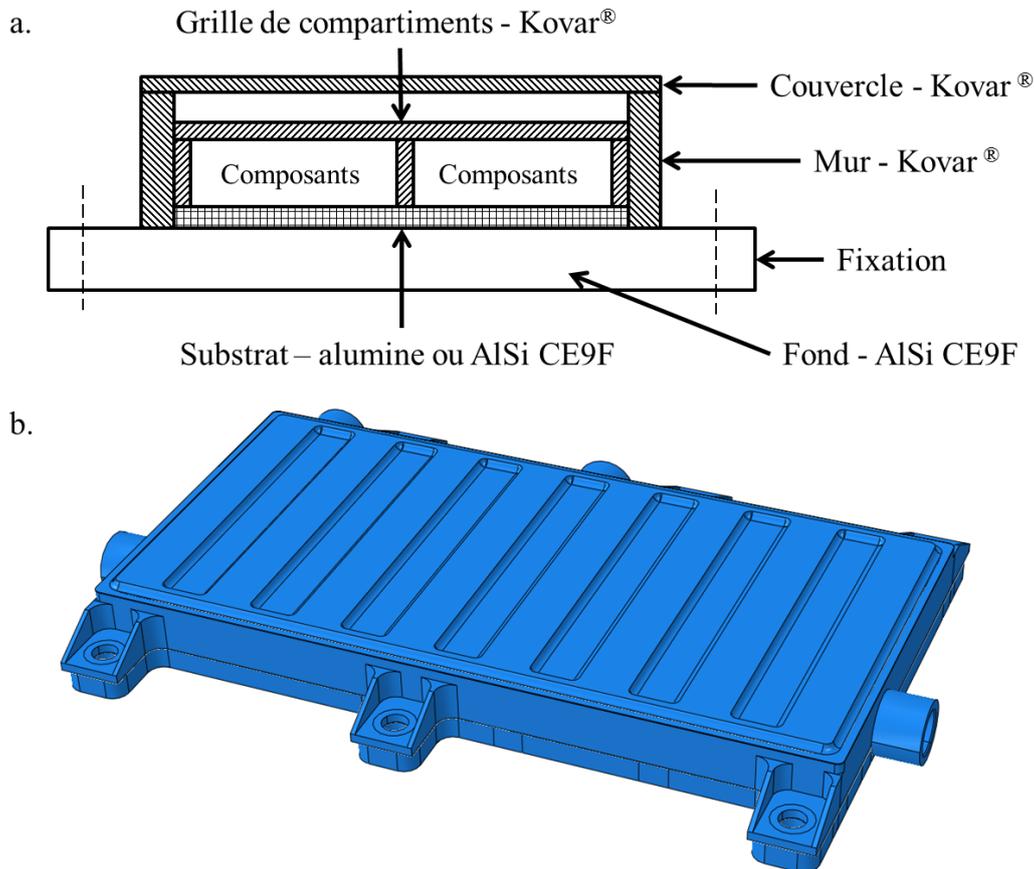


Figure 1 : Schématisation d'une coupe d'un boîtier hybride avec la présence des différents constituants (a.) et représentation en perspective d'un boîtier¹ (b.).

La phase de lancement du satellite est aussi une période de fortes contraintes thermomécaniques. Le satellite passe de l'environnement terrestre à l'environnement spatial, les échanges thermiques évoluent au cours du temps jusqu'à la phase de mise en orbite où un régime permanent peut s'installer. L'accélération initiale génère d'importantes contraintes mécaniques. Les vibrations, bien qu'atténuées par des amortisseurs afin d'éviter le phénomène POGO [5], sollicitent mécaniquement les boîtiers au niveau de leurs fixations.

Ces nombreuses sollicitations nécessitent de réaliser une caractérisation précise et une qualification stricte des composants. Aucun défaut n'est en effet autorisé car les réparations sont impossibles une fois en orbite. Les exigences de qualité s'expriment par les nombreux essais de qualification qui doivent être réalisés sur les véhicules de test et qui sont définis par les normes de

¹ Les dimensions exactes des composants étudiés sont confidentielles.

l'agence spatiale européenne [6][7]. Parmi les tests réalisés sur les boîtiers hybrides, il existe les cycles thermiques entre -55 et 125°C , et les chocs mécaniques sous accélération en demi-sinus. Lors de ce premier test, le boîtier est placé dans une étuve et soumis aux variations de température avec une vitesse de $20^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$. La succession des dilatations différentielles entre les matériaux du boîtier permet de mettre en évidence les fragilités potentielles du composant. Lors du choc mécanique, le boîtier, vissé sur un support rigide, est projeté à une vitesse connue. La valeur d'accélération est par la suite, déduite par des capteurs. Pour les boîtiers hybrides, les valeurs d'accéléérations sont de l'ordre de 1000 g et de 2000 g en demi-sinus pendant $0,3\text{ms}$. Un test est réussi lorsque le boîtier conserve son herméticité après la sollicitation. Cela contraint à réaliser un dimensionnement robuste où aucune fissure ou rupture ne doit apparaître lors des tests de qualifications.

Les boîtiers étaient initialement en alliage de cuivre et de tungstène ou en Kovar[®]. Ces deux matériaux ont une conductivité thermique respectivement de $220\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ et $17,3\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ [8], ainsi qu'un coefficient de dilatation thermique faible ($6,5\cdot 10^{-6}\text{ K}^{-1}$ et $5,7\cdot 10^{-6}\text{ K}^{-1}$). Le Kovar[®] a notamment la propriété d'être transparent aux rayons X, ce qui permet d'effectuer des contrôles par radiographie. Cependant, leurs masses volumiques sont élevées (respectivement $14840\text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ et $8360\text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ [8]) et ne répondent pas aux exigences croissantes d'allègement de la charge globale.

Afin de concilier les différentes contraintes de dissipation thermique et d'allègement de masse, Thalès Alenia Space a fait le choix de réaliser progressivement les boîtiers en alumine LTCC ou HTCC et en AlSi CE9F. Ces deux matériaux ont des masses volumiques trois fois plus faibles que celle du Kovar[®], respectivement $3600\text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ et $2470\text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$. Plusieurs études [9][10][11] ont été réalisées sur les propriétés thermiques de ces matériaux et ont par ailleurs démontré l'efficacité de la dissipation thermique de boîtiers en AlSi CE9F par rapport à un boîtier classique en Kovar[®]. Il permet une meilleure et plus rapide régulation de la température interne des boîtiers.

Cependant, la robustesse des boîtiers est également un élément essentiel et il existe actuellement peu d'études disponibles sur les caractéristiques mécaniques et la résistance à la rupture de l'AlSi CE9F et de l'alumine. Thalès AleniaSpace a notamment déjà réalisé certaines géométries de boîtier en AlSi CE9F. Les boîtiers ont rompu lors de certains tests de qualification, tels que les chocs mécaniques. Les géométries actuelles, conçues pour une fabrication intégralement en Kovar[®], ne sont alors pas adaptées à ce nouveau matériau. La démarche de dimensionnement des géométries pour une utilisation de ces deux nouveaux matériaux nécessite ainsi de déterminer leurs résistances à la rupture respectives. La thèse s'inscrit dans la démarche de combler cette lacune sur les propriétés des matériaux et de permettre un dimensionnement mécanique des boîtiers.

Ces études préliminaires ont démontré le caractère mécaniquement fragile des deux matériaux. Le premier objectif de la thèse est donc d'étudier la résistance à la rupture de l'AlSi CE9F et de la nuance d'alumine HTCC. Les travaux permettront de constituer un modèle de rupture fragile afin de représenter fidèlement le comportement mécanique. Ils permettront également d'observer les phénomènes physiques mis en jeu lors de la rupture. Les différentes conditions de chargement thermomécanique des boîtiers soulèvent la question de l'impact de l'ambiance thermique sur les différentes propriétés des matériaux. Un des objectifs scientifiques est alors de quantifier expérimentalement les variations des propriétés mécaniques sur la plage de température de qualification, de -55 à 125°C , et d'en déterminer les origines microstructurales.

La démarche de dimensionnement d'un composant en matériau à rupture fragile amène également à la mise en place d'une méthodologie de dimensionnement spécifique et à choisir un critère de rupture en adéquation avec les phénomènes physiques observés. La réalisation de cet objectif industriel amènera finalement à la réalisation de simulations numériques de diverses sollicitations sur un boîtier en intégrant les paramètres des matériaux préalablement identifiés. Cette étude pourra alors amener à émettre quelques propositions sur le dimensionnement d'une structure robuste du composant et sur une ébauche de règles de conception spécifiques à l'AlSi CE9F et à la nuance d'alumine HTCC.

Le premier des cinq chapitres détaille dans un premier temps les propriétés actuellement connues de l'AlSi CE9F et de l'alumine, ainsi que les procédés d'élaboration des matériaux. Dans un second temps, le chapitre présente quelques modèles de rupture en introduisant les notions de probabilité de rupture et d'effets d'échelle spécifiques à ce type de comportement mécanique. Après une comparaison entre les différentes approches, le modèle de Weibull est choisi grâce à son approche macroscopique du phénomène de la rupture et à sa capacité d'adaptation face à des cas complexes. Différents critères à la rupture sont explicités et la contrainte équivalente de Freudenthal est finalement désignée par défaut pour représenter le comportement à la rupture de deux matériaux. Le chapitre se clôt sur les méthodes de détermination des paramètres du modèle de Weibull et sur les méthodes de modélisation numérique de la rupture fragile.

Après la revue bibliographique, le second chapitre présente les différentes méthodes de caractérisation expérimentale. Elles concernent la caractérisation microstructurale par l'observation microscopique et l'analyse optique, les essais mécaniques et la présentation des différentes géométries d'éprouvettes.

Le troisième chapitre porte sur la caractérisation expérimentale des deux matériaux. Des observations de microstructures sont présentées avec une recherche des caractéristiques des grains : tailles, orientations et défauts. Les paramètres de Weibull des deux matériaux sont déterminés à 20°C avec une mise en évidence des effets de volume lors des comparaisons entre les résultats issus des essais de flexion quatre points et trois points. Les descriptions macroscopiques sont ainsi complétées par les observations microscopiques et permettent une meilleure compréhension des phénomènes en jeu. La caractérisation est approfondie pour l'AlSi CE9F, notamment en étudiant l'impact de la température sur la contrainte à la rupture entre -55 et 125°C et sur les évolutions microstructurales. Elle permet de déterminer la dépendance du modèle de rupture fragile du matériau avec les variations de température.

Les données déterminées et collectées dans les trois premiers chapitres sont utilisées dans les modélisations, afin de réaliser les simulations numériques des chapitres suivants.

Le quatrième chapitre explicite la constitution du modèle numérique de rupture fragile avec les hypothèses correspondantes. La sensibilité au maillage est étudiée pour les simulations d'essais de flexion sur éprouvettes normées. Le chapitre détaille ensuite la démarche de validation du critère de rupture à travers la comparaison des simulations et des expériences mettant en jeu des éprouvettes en AlSi CE9F soumises à des chargements mécaniques complexes. Une étude est également menée sur une géométrie réelle d'une pièce en alumine HTCC afin de comprendre les mécanismes en jeu lors de la rupture de ce composant du boîtier.

Le dernier chapitre est consacré à l'étude du boîtier en AlSi CE9F via la réalisation des simulations numériques des chargements thermiques et des chocs mécaniques. Ces modélisations complexes s'appuient sur les résultats expérimentaux du chapitre 3 pour la constitution du modèle de rupture fragile et sur les conclusions des études numériques du quatrième chapitre.

Enfin, le mémoire de thèse se termine sur un bilan des différents résultats apportés par ces travaux, ainsi que sur les perspectives à mener.

CHAPITRE 1	REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	7
1.I	DEUX MATERIAUX A RUPTURE FRAGILE	7
1.I.1	<i>AlSi CE9F, le matériau innovant</i>	7
1.I.1.1	Définitions et généralités	7
1.I.1.2	Procédé et influence des paramètres du procédé sur les propriétés.....	10
1.I.1.3	Propriétés connues de l'AlSi CE9F	13
1.I.2	<i>Alumine cofrittée à haute température (HTCC).....</i>	16
1.I.2.1	Généralités et différences avec des alumines « classiques ».....	16
1.I.2.2	Procédé de fabrication d'un composant en alumine HTCC	16
1.I.2.3	Propriétés connues d'alumines HTCC.....	18
1.II	LA RUPTURE FRAGILE ET LE MODELE DE WEIBULL.....	19
1.II.1	<i>Notion de rupture fragile.....</i>	19
1.II.2	<i>Modèle de Weibull – Théorie et définition</i>	22
1.II.3	<i>Modulations du modèle de Weibull et autres distributions</i>	24
1.II.3.1	Modulations du modèle de Weibull.....	24
1.II.3.2	Le modèle de Batdorf	26
1.II.3.3	Modèles basés sur la fonction de densité de défauts	26
1.II.3.4	Approche fondée sur la contrainte élémentaire multiaxiale.....	28
1.II.3.5	Autres modèles et distributions.....	28
1.II.3.6	Choix d'un modèle de la rupture fragile	29
1.II.4	<i>Volume équivalent et effet d'échelle.....</i>	29
1.II.4.1	Notion d'effets d'échelle et de volume équivalent	29
1.II.4.2	Influence du mode de chargement	32
1.II.4.3	Cas de chargements hétérogènes et multiaxiaux.....	33
1.II.5	<i>Sur la détermination des paramètres du modèle de Weibull.....</i>	36
1.II.5.1	Passage d'un modèle à trois paramètres à deux paramètres.....	36
1.II.5.2	Les méthodes de détermination des paramètres de Weibull	36
1.II.5.3	Influence des estimateurs de probabilités	38
1.II.5.4	Influence du nombre d'éprouvettes sur la détermination des paramètres de Weibull.....	39
1.II.6	<i>Introduction à la modélisation de la rupture fragile.....</i>	40
4.III.4.3	Influence du positionnement sur la probabilité de rupture	169
4.III.4.4	Influence du coefficient de frottement sur la probabilité de rupture	170
4.III.4.5	Influence du module d'élasticité de la phase riche en tungstène.....	171
4.III.4.6	Effet d'une décohésion plan – via sur la probabilité de rupture.....	172
4.III.5	<i>Discussion sur la fenêtre en alumine HTCC</i>	173
4.IV	SYNTHESE SUR LE CHAPITRE	174

Chapitre 1 Revue bibliographique

Ce chapitre est une synthèse bibliographique qui porte dans un premier temps sur les matériaux d'étude de la présente thèse : l'AlSi CE9F et une alumine HTCC. Les généralités et le type de procédé d'obtention des deux matériaux sont décrits, ainsi que leurs microstructures. L'impact de différents paramètres du procédé sur les microstructures et les propriétés est également traité. Un bilan des propriétés thermomécaniques actuellement connues des matériaux est aussi présenté. Les deux matériaux ont la spécificité commune de posséder un comportement mécanique à rupture fragile.

Dans un second temps, la synthèse bibliographique expose une approche statistique décrivant la rupture fragile des matériaux : le modèle de Weibull. Il permet d'estimer la probabilité de rupture d'une pièce sous un chargement défini.

1.I Deux matériaux à rupture fragile

1.I.1 AlSi CE9F, le matériau innovant

1.I.1.1 Définitions et généralités

L'aluminium est le métal le plus abondant de la croûte terrestre. Il n'existe pas à l'état pur sur Terre mais dans les minéraux, principalement sous forme de bauxite [12]. Par sa réactivité, il est toujours associé à d'autres éléments. Par exemple en composant d'alliage pour les métaux ou pour former de l'alumine avec l'oxygène dans les céramiques. Il cristallise en structure cubique face centrée avec un paramètre de maille de 0,404 nm. A l'état pur, il s'agit d'un matériau très ductile. Les dislocations se déplacent aisément dans son réseau cristallin.

Le silicium est un métalloïde de la famille des cristallogènes. Il est l'élément chimique le plus abondant dans la croûte terrestre (25,7% en masse) mais n'existe pas dans la nature sous une forme pure [13][14]. On l'extrait majoritairement des silicates, minéraux dominants de la croûte terrestre. En tant que métalloïde, il est donc un semi-conducteur. Sa conductivité électrique ($2,52 \cdot 10^{-4} \text{ S.m}^{-1}$) est très inférieure à celle des métaux ($37,7 \cdot 10^6 \text{ S.m}^{-1}$ pour l'aluminium par exemple). Il est devenu indispensable, comme le germanium, dans l'industrie de l'électronique : il a permis la création des transistors et des circuits intégrés de 2^{ème} génération. Le silicium cristallise dans une structure de type « diamant », dérivée de la structure cubique face centrée avec un paramètre de maille de 0,357 nm mais avec des atomes de silicium aux sites interstitiels tétraédriques (il y a 8 atomes dans une maille élémentaire de silicium au lieu de 4 pour une maille élémentaire d'aluminium) [15]. La présence des atomes dans les sites interstitiels gêne le mouvement des dislocations dans le cristal, conférant au silicium pur un comportement mécanique fragile.

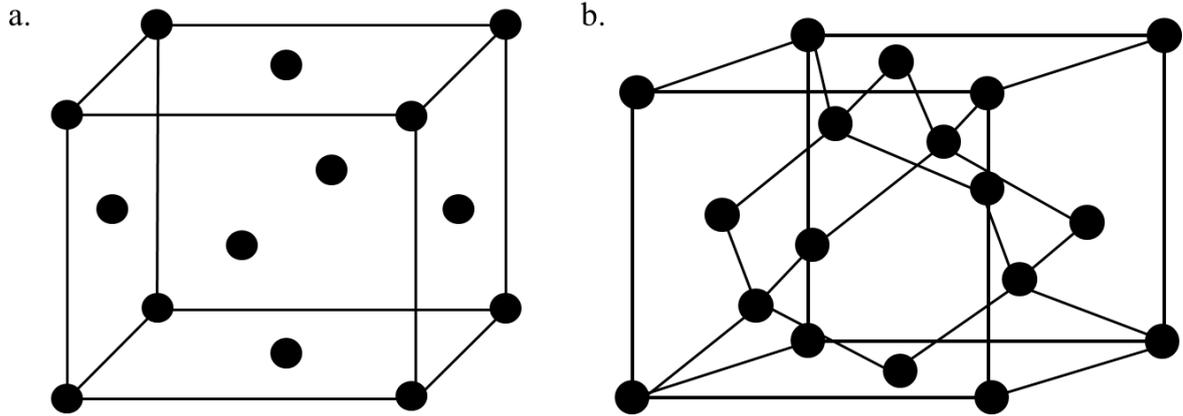


Figure 2 : Schématisation de la structure cristalline cubique face centrée de l'aluminium (a.) et de la structure diamant du silicium (b.)

L'association de ces deux éléments légers (masse volumique de 2698 kg.m^{-3} pour l'aluminium et de 2330 kg.m^{-3} pour le silicium) a permis de créer les alliages AlSi qui peuvent être divisés en deux catégories. La première concerne les séries 4000 des alliages d'aluminium mise en œuvre par fonderie, appelés parfois silumin. La concentration massique de l'élément silicium est majoritairement comprise entre 5% et 25%. Elle peut néanmoins atteindre 50% pour des alliages produits par la métallurgie des poudres. Ses alliages contiennent aussi du cuivre, du magnésium, du manganèse, du titane et d'autres éléments d'alliage, chacun remplissant une fonction.

Le silicium permet de réduire le coefficient de dilatation thermique de l'alliage, augmente le module d'élasticité par rapport à l'aluminium pur. Il améliore également la résistance à l'usure et la limite d'élasticité de l'alliage [16]. Le cuivre et le magnésium sont ajoutés pour augmenter la résistance à la rupture à température ambiante ainsi que la limite d'élasticité [17][18]. Ces alliages sont généralement utilisés dans les applications automobiles. Les différentes propriétés thermomécaniques de ces alliages varient suivant la concentration massique des différents éléments d'alliage.

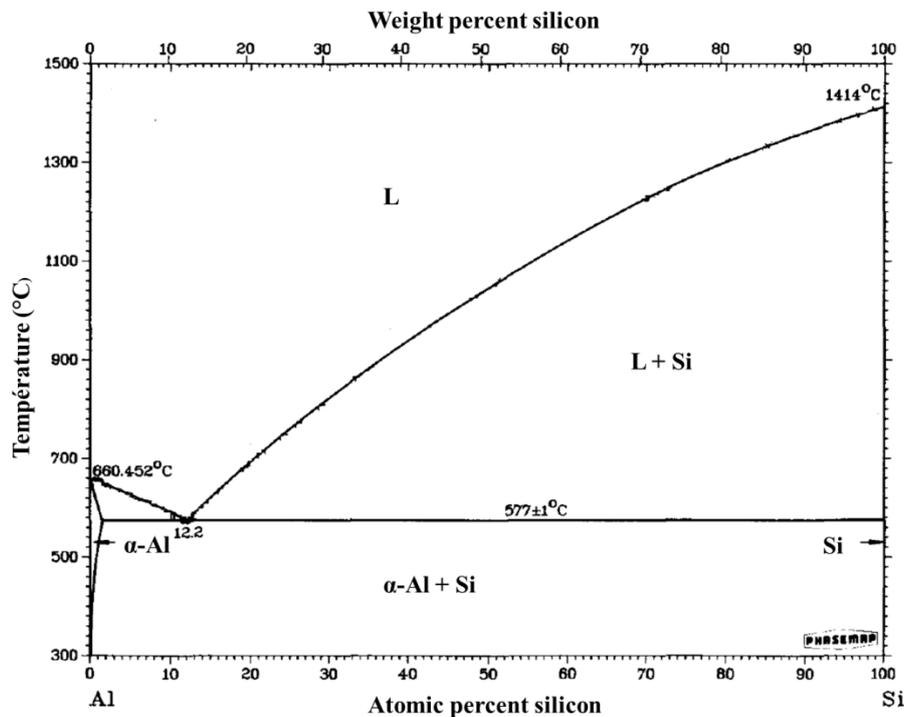


Figure 3 : Diagramme de phases du système binaire aluminium – silicium par Murray et McAlister [19]

La seconde famille d'AlSi est celle des alliages hypereutectiques sans solution solide obtenus par dépôt, donc avec une concentration massique de silicium supérieure à 12%. Sa création est le résultat du projet européen BRITE/EURAM BE-5095-93 [20] avec la collaboration de Sandvik Osprey, Alcatel Space et GEC-Marconi Ltd. L'objectif du projet était de développer des alliages riches en silicium et d'estimer leurs propriétés, notamment thermiques, pour des applications spatiales. Cette seconde famille d'alliages doit répondre aux besoins croissants de densification et d'allègement des équipements spatiaux [21].

Les nuances de cette famille se dénomment CE7F, CE9F, CE11F, CE13F et CE17F. La dénomination « CE » renvoie à la dénomination « Controlled Expansion ». En effet, ces alliages ont un coefficient de dilatation thermique fixé et directement relié aux proportions de silicium et d'aluminium. Il est quasiment constant sur la plage de température d'utilisation des composants électroniques. Avec un coefficient de dilatation de $23,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ pour l'aluminium pur et de $2,2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ pour le silicium pur, les alliages AlSi CE ont un coefficient variant de $7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ à $17 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ avec une concentration massique correspondante de silicium variant de 70% à 27%. Cette particularité de la famille des alliages hypereutectiques permet de choisir pour une application une nuance d'AlSi en fonction d'un coefficient de dilatation. Dans le cas des boîtiers de protection, cela permet d'avoir un matériau ayant un coefficient de dilatation thermique proche de ceux des composants électroniques que les boîtiers protègent.

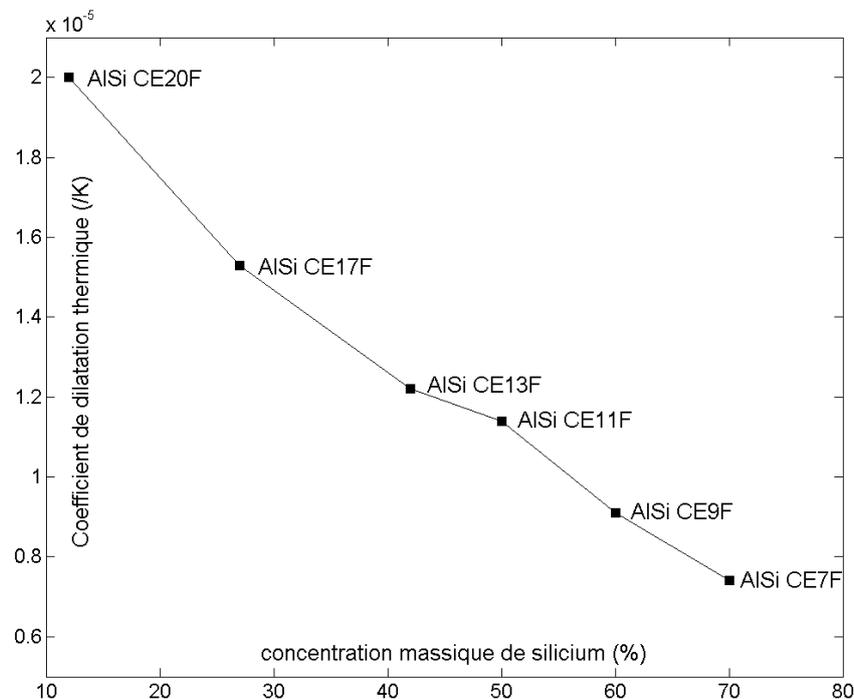


Figure 4 : Représentation du coefficient de dilatation thermique des alliages d'AlSi hypereutectiques en fonction de la concentration massique de silicium

Les compositions riches en silicium permettent aux nuances de cette famille d'avoir un coefficient de dilatation quasi-constant sur une large gamme de températures et une densité plus faible que celle du Kovar®. Ils ont une bonne conduction thermique et sont utilisés comme boîtier de protection, ils permettent d'évacuer la chaleur produites par des composants électroniques [22]. En effet, pour les boîtiers destinés aux composants électroniques spatiaux, on recherche un coefficient de dilatation thermique proche de ceux des composants (de $7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ à $9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), une conductivité thermique supérieure à $100 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ et une masse volumique faible (idéalement inférieure à $3 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$), afin de limiter les coûts lors de la mise en orbite du satellite.

Nuance	CE7F	CE9F	CE11F	CE13F	CE17F
Composition (%pds)	Si-30%Al	Si-40%Al	Al-50%Si	Al-42%Si	Al-25%Si
CTE (10^{-6} K^{-1})	7,2	9,1	11,4	12,2	15,3
Conductivité ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	120	121	132	145	177,4
Module d'Young (GPa)	129,2	118	121,4	101,9	91,8
Résistance en flexion 3pts (MPa)	270	300	300	300	nc
Masse volumique (g.cm^{-3})	2,43	2,47	2,51	2,55	2,6

Tableau 1 : Propriétés des nuances de la famille d'alliages AlSi en fonction de la concentration massique en silicium (données de Osprey Metal Limited [23], nc :non-communicué).

Parmi l'ensemble des nuances de la famille présentées dans le Tableau 1, le CE7F et le CE9F sont les plus adaptés pour la fabrication des boîtiers de protection de composants électroniques embarqués [24]. Leur coefficient de dilatation thermique est en effet le plus proche de celui des composants électroniques.

Un dernier avantage de ces alliages est leur non-toxicité. Il n'y a pas de protocole particulier à mettre en œuvre pour protéger les opérateurs lors de la manipulation des boîtiers de packaging. Cela l'oppose au béryllium, très utilisé dans le domaine spatial car très léger (1848 kg.m^{-3}), mais très toxique (classé cancérigène de catégorie 1 par l'union européenne et soumis au décret CMR 2001-97). Enfin, les deux éléments constituant ces alliages sont des éléments chimiques très abondants, le coût d'extraction de la matière première reste faible.

1.1.1.2 Procédé et influence des paramètres du procédé sur les propriétés

Les alliages AlSi CE sont fabriqués par un procédé d'atomisation et de dépôt breveté par Osprey Metal Limited [25], filiale du groupe Sandvik. Le diagramme d'équilibre thermodynamique aluminium-silicium de la Figure 3 montre une très faible solubilité du silicium dans l'aluminium. Ainsi, pour de hautes concentrations de silicium, deux phases sont distinctement visibles dans la microstructure : la première riche en silicium et la seconde riche en aluminium.

Les poudres de silicium et d'aluminium sont mélangées et fondues par chauffage par induction. Le mélange liquide est ensuite dirigé à travers une buse et est atomisé par un flux gazeux d'azote à haute vitesse, créant des gouttelettes de petites dimensions ($40 \mu\text{m}$ [10]). Ces gouttelettes se condensent dans un premier temps par un second flux d'azote à faible pression puis, dans un second temps, sur un plateau rotatif froid. Le lopin obtenu par dépôt est maintenu sous pression isostatique à une température proche de l'eutectique (577°C), étape dénommée HIP (« hot isostatic pressing »). Les porosités sont alors réduites par cette dernière étape. A la fin du procédé de dépôt, des lopins cylindriques de 60 cm de diamètre sont obtenus.

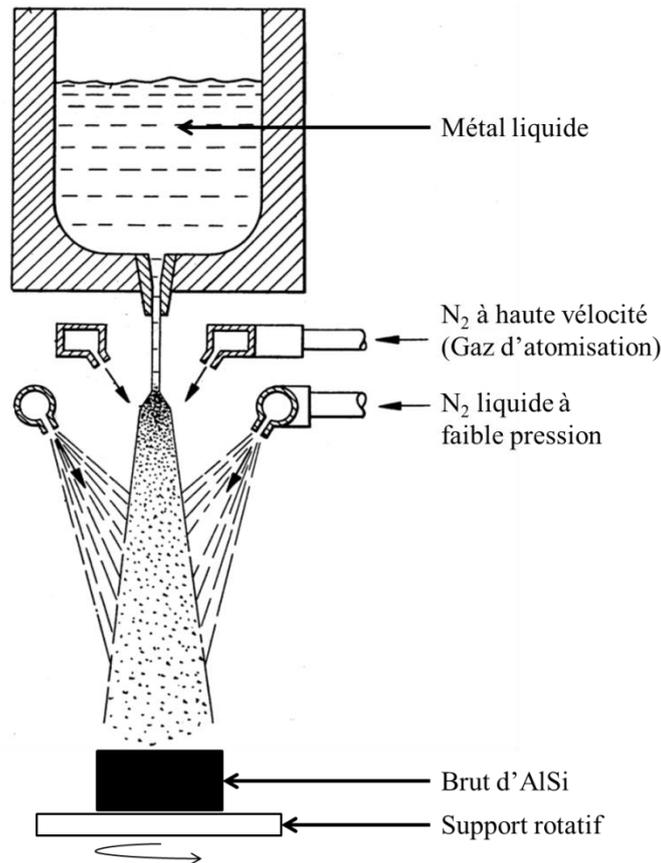


Figure 5 : Schéma des étapes d'atomisation et de dépôt lors de la fabrication de l'AlSi CE9F [25]

La microstructure obtenue pour l'AlSi CE9F se compose de deux phases distinctes [10]. La première est formée de silicium pur avec une structure cristalline de type diamant, parfois regroupé en domaines sphériques. La seconde phase est riche en aluminium, avec une structure cubique face centrée [26].

Hogg et al. [27] ont mis en évidence par EBSD que l'orientation des grains de silicium dans la structure d'un AlSi CE7F fabriqué par atomisation est aléatoire. Aucune texturation n'est observée et les grains de silicium ont une taille moyenne de 5 μm . De plus les auteurs relèvent la présence d'impuretés en très faibles concentrations (telles que le fer, le cuivre, le titane ou le zirconium) dans la phase aluminium. Cette dernière se compose de grains de taille moyenne de 10 μm , sans orientation préférentielle à l'échelle macroscopique. En revanche, les grains d'aluminium peuvent avoir localement une orientation préférentielle, imposée par la structure du domaine de silicium. En effet, la phase silicium se solidifie dans un premier temps et constitue un squelette de silicium contenant une phase liquide d'aluminium. Lorsque cette dernière phase se solidifie, ses grains s'organisent et croissent dans un espace imposé. Certaines orientations de grains sont alors localement facilitées par la géométrie du squelette de silicium.

Pour une même concentration de silicium, la microstructure et les propriétés d'un alliage AlSi diffèrent selon le procédé d'élaboration. Hogg et al. [27] et Wang et al. [11] ont comparé la microstructure d'AlSi contenant 60% pds de silicium obtenus par différents procédés. Il s'agit d'un alliage avec une teneur de silicium légèrement plus élevée de celle de l'AlSi CE9F, mais suffisamment proche pour supposer que des résultats similaires seraient obtenus avec ce dernier matériau.

La microstructure obtenue avec un procédé de fonderie est biphasée et présente une phase de silicium pur et une phase riche en aluminium (Figure 6b). La phase silicium pur se compose de domaines fins de 100 μm de long. La seconde phase se compose d'une structure α d'aluminium et des lamelles Al-Si avec une concentration eutectique [28]. Ces grains allongés, très fragiles, ont été la

limite principale de réalisation de composants avec ces alliages. L'obtention par dépôt d'une microstructure fine a permis une utilisation industrielle des alliages Al-Si hypereutectiques. Des résultats similaires ont été obtenus par Zhai et al [29] avec le procédé de frittage flash (Spark Plasma Sintering). Les éléments chimiques constituent des phases séparées comme précédemment. Cependant, les domaines de silicium sont plus petits (Figure 6c) que ceux visibles sur un alliage de fonderie (Figure 6b) et moins allongés. Leurs géométries peuvent sembler proches de celles obtenues par atomisation mais, dans le plan, des formes plus rectangulaires sont visibles. Il s'agit d'une structure intermédiaire entre celle obtenue par atomisation et celle obtenue par fonderie.

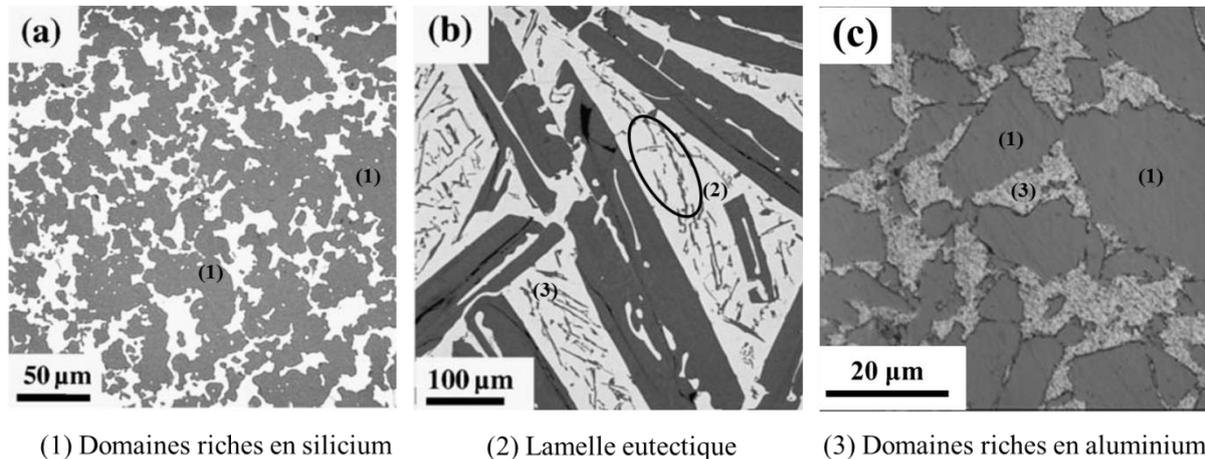


Figure 6 : Comparaison des microstructure d'AlSi CE7F obtenues par atomisation (a.), fonderie [27] (b.) et frittage flash [29] (c.) La phase sombre correspond à des domaines riches en silicium et les phases claires à des domaines riches en aluminium

Ces différences de microstructures obtenues entre les procédés, des domaines fins par dépôt et de forme longue et aciculaire en fonderie, sont aussi visibles pour d'autres nuances de la famille des AlSi hypereutectique. Jia et al. [30] constatent le même phénomène pour une concentration massique de silicium de 50% (AlSi CE11).

Ces différences notables de microstructures obtenues entre les procédés sont dues aux différentes vitesses de refroidissement du mélange Al-Si : elle est plus élevée lors du procédé de dépôt que lors de la fabrication par fonderie. Dans le procédé basé sur l'atomisation, Kun [31] estime la vitesse de refroidissement des gouttelettes de Al-Si de 10^4 à 10^5 °C.s⁻¹. C'est cette vitesse très élevée qui permet d'obtenir une microstructure fine. Par ailleurs, l'ajout de la lettre « F » dans la dénomination industrielle des nuances d'alliages fabriqués par atomisation correspond à « fine microstructure ».

La vitesse de refroidissement n'est pas le seul paramètre qui modifie la structure de l'AlSi CE9F et donc ses propriétés. Les valeurs exactes des paramètres du procédé (vitesse du flux d'azote, distance buse-plateau, pression isostatique, pression d'atomisation, etc...) ne sont pas connues pour cause de confidentialité. Néanmoins, des études ont été réalisées pour estimer l'impact des paramètres du procédé de dépôt sur les propriétés thermomécaniques des matériaux, principalement pour l'AlSi CE7F. Ce dernier ayant une composition et une microstructure très proches de l'AlSi CE9F, les conclusions des études pourront néanmoins être extrapolées à cette dernière nuance.

Le rapport (G/M) entre le flux d'azote gazeux (G) et le flux de métal (M) dans la buse a été étudié par Baiqing [32]. Ce rapport diminue avec l'augmentation du diamètre de la buse et le rapport G/M impacte aussi la taille des gouttelettes de dépôt : plus il est élevé, plus les gouttelettes seront petites et la microstructure fine. Cui [33] a démontré qu'un rapport G/M élevé est nécessaire pour les hautes concentrations de silicium (typiquement pour les nuances d'AlSi CE7 et CE9), afin d'obtenir

une microstructure isotrope et homogène. En effet, les gouttelettes de grandes dimensions refroidissent plus lentement que celles de petites dimensions, impactant alors la taille finale des grains.

Wei [34] s'est intéressé au rapport entre la pression d'atomisation (P) et le flux de métal fondu (P/M) lors du dépôt. Ce paramètre dépend du diamètre de la buse de projection : plus le diamètre est grand, plus le rapport est faible. La pression diminue en effet en augmentant la surface de projection. Le rapport P/M impacte aussi indirectement les propriétés du matériau. Wei a montré que la vitesse de refroidissement augmente avec le rapport P/M. Or la vitesse modifie la taille des gouttelettes et la densité du matériau et impacte donc le comportement thermomécanique. Wei a déterminé que l'intervalle optimal du rapport de pression d'atomisation sur le flux de métal est de 0,209 à 0,231 MPa.min.kg⁻¹. Cela permet d'obtenir une densité supérieure à 95% avant l'étape de pressage isostatique.

L'étape de pressage isostatique a été étudiée par Kun et al. [31][35][36], dans l'objectif de diminuer les porosités. Avec une pression de 200 MPa à 570°C, la densification du matériau est de seulement 90%, c'est-à-dire 10% de porosité alors qu'avec une pression de 700 MPa à 570°C, la porosité diminue à 2%. Bien que l'étude soit réalisée avec une température de 570°C, et pas à la température eutectique de 577°C, les résultats obtenus sont intéressants car ils démontrent l'importance du contrôle de la valeur de la pression lors de de cette étape, afin d'obtenir une densification optimale.

Wei [37] a également étudié l'étape de pressage isostatique à 760°C en considérant différentes vitesses de compression. A cette température, la phase aluminium est liquide. La compression vient petit à petit expulser la phase liquide du centre du lopin atomisé, cette phase liquide venant alors se concentrer sur les bords. Ses travaux montrent l'intérêt du contrôle du temps de maintien lors de l'étape de pressage isostatique. Bien qu'en réalité elle s'effectue à la température de l'eutectique (la phase aluminium est donc un mélange liquide-solide), un temps de maintien long peut créer des hétérogénéités dans le matériau. Le lopin obtenu possède alors une concentration de silicium plus élevée au centre du lopin qu'au bord.

1.1.1.3 Propriétés connues de l'AlSi CE9F

AlSi CE9F est un matériau récent et utilisé essentiellement dans le domaine spatial. Il existe peu de documentations disponibles sur cet alliage en raison de la sensibilité de ses applications. Néanmoins, il existe quelques résultats publiés permettant de connaître certaines propriétés de l'AlSi CE9F.

Adolfi et al. [20] ont réalisé une étude sur les propriétés thermiques et mécaniques de l'AlSi CE9F : sa résistance à la rupture, son comportement en dilatation, les variations de sa capacité et sa conductivité thermique en fonction de la température. Bien qu'elle présente la résistance à la rupture moyenne du matériau en flexion trois points (143 MPa), elle est principalement dédiée aux propriétés thermiques. Il s'agit de l'étude la plus détaillée et actuellement disponible sur l'AlSi CE9F. Ces derniers peuvent être comparés avec ceux de l'étude de Wei et al. [38], assez similaire, réalisée ultérieurement, qui se concentre sur l'AlSi CE7F et sur l'AlSi CE9F. Les deux études portent sur la gamme de température [50°C ; 500°C].

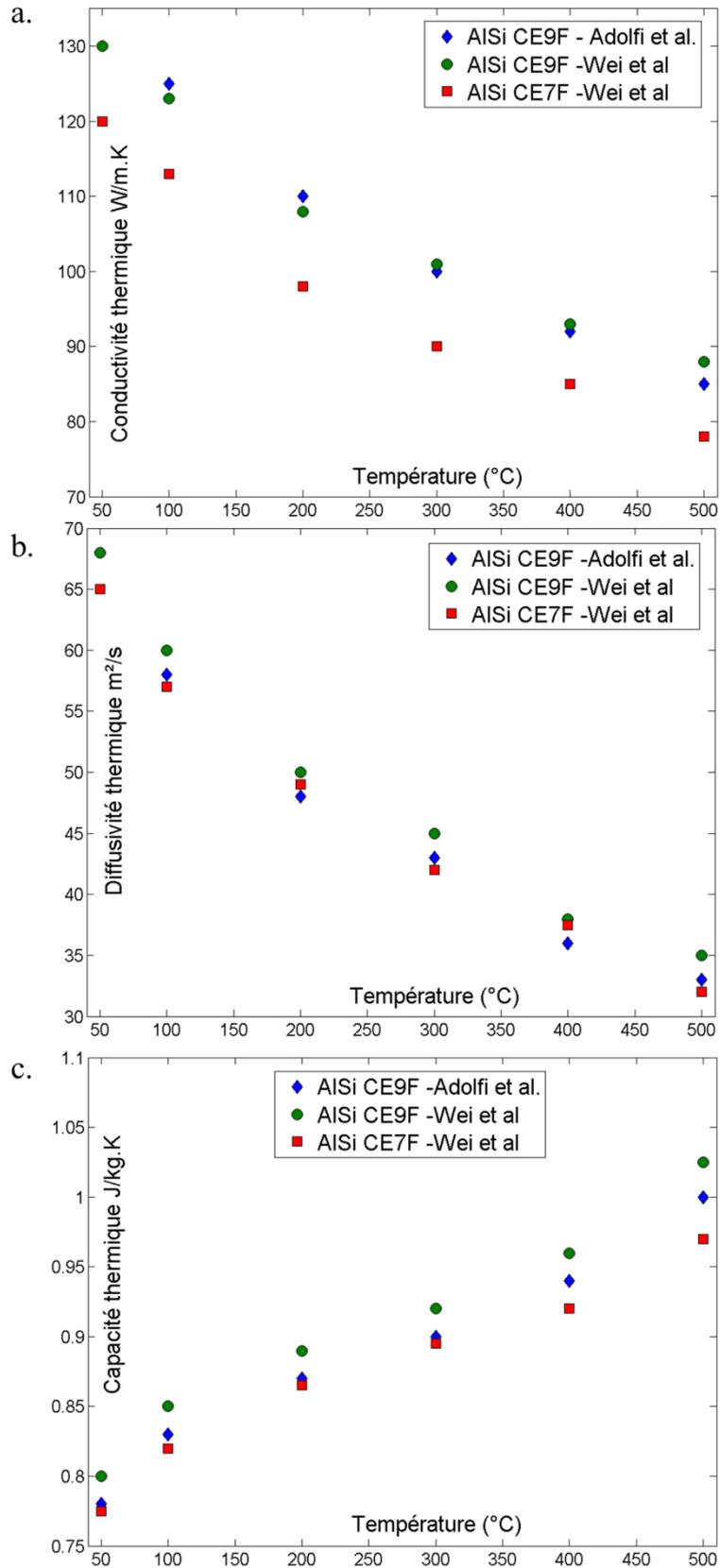


Figure 7 : Comparaison des résultats des études d'Adolfi et de Wei sur les propriétés thermiques de l'AISI CE9F : conductivité thermique (a.), diffusivité thermique (b.) et capacité thermique massique (c.).

Les graphes de la Figure 7 montrent que les deux études produisent des résultats très similaires. Elles démontrent une diminution progressive de la conductivité thermique et de la diffusivité thermique en fonction de la température d'essai. La capacité thermique du matériau augmente fortement entre 50 et 100°C puis augmente de manière quasi-linéaire jusqu'à 300°C.

Ces deux études sont les plus citées pour mettre en avant la haute conductivité thermique de l'AlSi CE9F, nécessaire au bon fonctionnement des composants électroniques. Sur l'ensemble de la plage de températures considérée, la conductivité thermique reste supérieure à celle du Kovar® : plus de 85 W.m⁻¹.K⁻¹ contre 17 W.m⁻¹.K⁻¹ pour le Kovar®. C'est cette haute conductivité qui permet d'éviter la surchauffe des composants électroniques lors de leur utilisation.

Les travaux de Wei et al. [38] observent aussi des résultats similaires pour l'AlSi CE7F avec les mêmes évolutions en fonction de la température et des valeurs sensiblement proches de celles obtenues avec l'AlSi CE9F. Les deux nuances ayant des compositions très proches, les propriétés des deux matériaux sont donc assez similaires.

Du côté des propriétés mécaniques, Del Castillo et al. [26] ont étudié la résistance à la rupture de l'ensemble des nuances de la famille des AlSi CE. L'AlSi CE9F a une résistance moyenne de 210 MPa en flexion quatre points. Les auteurs ont pu mettre en évidence le lien entre la concentration en silicium dans le matériau et sa résistance à la rupture : plus la concentration est élevée, plus la résistance diminue. De plus, les faciès de rupture présentés dans leur étude mettent en évidence le comportement fragile de l'AlSi CE9F. Il est intéressant de constater que Wei et al. obtiennent une résistance à la rupture moyenne de 220 MPa dans leur étude, donc très proche des résultats de Del Castillo. Cependant ils ne précisent pas le protocole d'obtention de ce résultat en termes de type d'essais réalisé (dimensions caractéristiques du banc et des éprouvettes, vitesse d'essai,...). Jacobson et al. [24] mesurent une résistance moyenne à la rupture en flexion trois points de 140 MPa.

	Sandvik [23]	Jacobson [24]	Del Castillo [26]	Wei [38]
Flexion 3 points (MPa)	300	140	nc	nc
Flexion 4 points (MPa)	nc	nc	210	220

Tableau 2 : Valeurs moyennes de la résistance à la rupture en flexion quatre points et trois points de l'AlSi CE9F pour différentes études (nc : non communiqué)

Il n'existe cependant pas d'étude disponible démontrant les influences possibles de la température sur les propriétés mécaniques de l'AlSi CE9F. Dans les applications spatiales, le matériau est soumis à des variations thermiques cycliques et il a été démontré que les propriétés thermiques évoluent en fonction de la température. Un des objectifs de la thèse est de quantifier les variations des propriétés mécaniques en fonction de la température entre -50°C et 130°C. Les travaux de la présente thèse s'attarderont sur l'étude de l'influence des cycles thermiques sur différentes propriétés mécaniques de l'AlSi CE9F.

Il est important de noter que les quelques études [5][27] qui ont analysé le comportement à la rupture de l'AlSi CE9F, ont démontré le caractère fragile du comportement mécanique. Ce type de comportement nécessite une approche particulière qui sera mise en œuvre dans les différents chapitres, dont les bases théoriques sont présentées dans la section 1.II.

1.1.2 Alumine cofrittée à haute température (HTCC)

1.1.2.1 Généralités et différences avec des aluminés « classiques »

L'alumine est une céramique fortement utilisée dans l'industrie et donc bien documentée. Elle est un des produits intermédiaires de la production de l'aluminium. Le procédé Bayer permet d'obtenir de la poudre d'alumine à partir de la bauxite. Ces dernières années ont cependant vu le développement d'autres procédés, tel que le ex-alun, pour obtenir des poudres ultra pures d'alumine [39].

L'alumine cristallise dans une structure ionique stable de type hexagonale compacte avec une densité théorique de $3,987 \text{ g.cm}^{-3}$ et des paramètres de maille $a=0,4759 \text{ nm}$ et $c=1,299 \text{ nm}$ [40]. Les ions O^{2-} forment réellement la structure hexagonale et les ions Al^{3+} occupent les deux tiers des sites octaédriques de telle sorte que la structure soit à l'équilibre électrique [41].

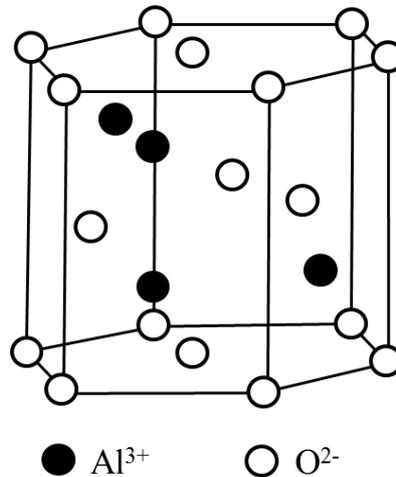


Figure 8 : Structure cristalline hexagonale compacte de l'alumine

La majorité des matériaux à structure ionique ont un comportement fragile, notamment à cause du type de liaison ionique. Des mécanismes de plasticité sont cependant visibles pour certaines nuances d'alumine et pour une température supérieure à 1100°C [42]. Il s'agit souvent de mécanismes contrôlés par une diffusion intergranulaire.

Les composants en alumine cofrittée à haute température sont des systèmes microélectroniques monolithiques. La structure en alumine et le matériau conducteur, assurant la fonction électronique, sont élaborés simultanément. L'alumine est un isolant électrique ce qui permet aux charges électriques de suivre uniquement les pistes conductrices réalisées par sérigraphie, évitant les courts-circuits et les pertes électriques.

Une technologie, développée dans les années 1960 [43], permet de fabriquer des circuits intégrés multicouches pour créer des condensateurs, des inducteurs, des transformateurs, et plus récemment, des circuits hybrides. Les couches sont fabriquées indépendamment les unes des autres. Elles sont ensuite assemblées pour former la structure finale du composant.

1.1.2.2 Procédé de fabrication d'un composant en alumine HTCC

Chaque couche d'alumine est indépendamment fabriquée à partir de poudre d'alumine, d'un solvant le plus souvent organique et de faibles quantités d'agents liants, plastifiants et lubrifiants. La suspension homogène, issue du mélange de ces constituants, est coulée en bande. Cette dernière peut ensuite être découpée pour obtenir les formes et les couches d'aluminés voulues.

Chaque couche d'alumine ainsi formée est poinçonnée pour créer des espaces vides dans sa structure (étape 2 de la Figure 9) .Il s'agit généralement de perçages qui permettront la liaison entre les différentes couches du circuit hybride. Ces espaces sont remplis (étape 3) avec des encres du matériau conducteur du circuit (tungstène, platine, molybdène) pour former des vias. Un circuit conducteur est imprimé par sérigraphie sur chaque couche d'alumine si nécessaire.

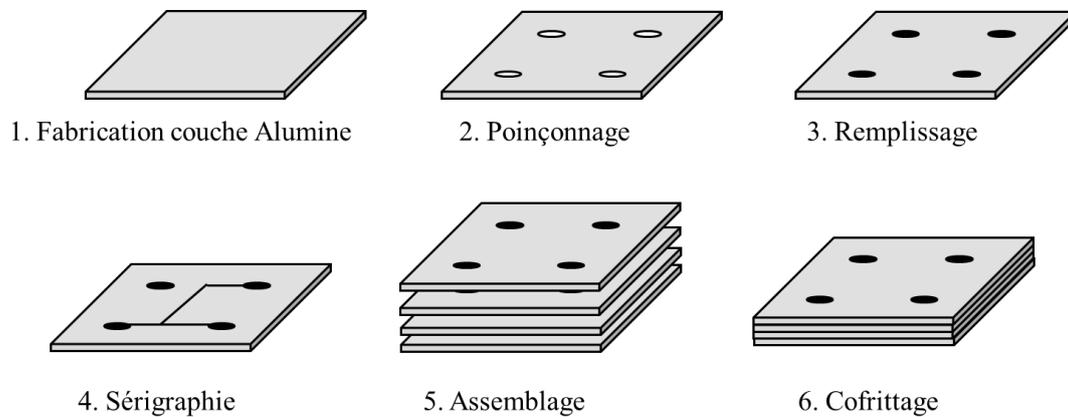


Figure 9 : Schématisation des différentes étapes du procédé de fabrication d'un circuit hybride à base d'alumine HTCC

L'ensemble des couches est assemblé par thermocompression puis cofritté entre 1200°C et 1800°C contre 900°C pour des alumines LTCC (cofrittées à basse température).

Le frittage est obtenu par chauffage en dessous de la température de fusion de l'alumine. L'énergie thermique permet la création de liaisons iono-covalentes entre les grains d'alumine et l'élimination de la porosité par diffusion atomique, donc la densification du matériau. Le phénomène de croissance des grains peut également avoir lieu mais il est important de l'éviter, à minima de le limiter. Pour l'alumine pure, la température de frittage est aux environs de 1500°C.

La diffusion atomique se déroule depuis les régions à haut potentiel chimique vers les régions à bas potentiel. Les premières, sources de matières, sont les surfaces convexes des grains et les joints de grains. Les secondes sont les surfaces concaves, notamment celles des ponts de raccordement. La diffusion opère dans le grain, à la surface du grain et/ou en phase vapeur. Le frittage se déroule en trois étapes [40] [44][45]. Les deux premières amènent à la création et à la croissance de ponts entre les grains, diminuant la porosité de la structure, jusqu'à atteindre une densité relative de 92%.

L'étape finale du frittage a pour objectif d'éliminer ces porosités toujours par diffusion atomique. Mais la croissance des grains concurrence la densification à cause du déplacement des joints de grains. En effet, lorsqu'une porosité se désolidarise d'un joint de grain à cause d'une croissance rapide, la porosité est piégée dans le grain et devient difficilement éliminable.

La diffusion atomique peut être améliorée par l'ajout de constituants dénommés dopants. Ils permettent en particulier de faciliter la diffusion atomique au niveau des joints de grains. Les dopants, en très faibles quantités, correspondent généralement à de la magnésie (MgO), de la silice SiO₂, de la chaux (CaO), de l'oxyde d'yttrium (Y₂O₃) ou de la zircone (ZrO₂) [45][46]. Ils sont ajoutés à la poudre d'alumine et se concentrent au niveau des joints de grain. Ils modifient alors localement les coefficients de diffusion des espèces en présence et peuvent aussi conduire à la formation de phases liquides locales. La vitesse de diffusion est alors augmentée, accélérant et améliorant la densification du matériau. Par exemple, le système Al₂O₃-MgO-SiO₂ possède un eutectique à 1355°C et le système Al₂O₃-CaO-SiO₂ à 1170°C, températures nettement inférieures à la température de fusion de l'alumine (2050°C). Ainsi, l'ajout des dopants mentionnés permet aussi de diminuer la température à laquelle le frittage peut être réalisé et donc de réaliser un gain de coût de production. Après frittage, les grains

d'alumine sont alors entourés par une phase secondaire, le plus souvent amorphe, constituée notamment des différents éléments dopants [45].

Certains dopants, tel que la magnésie [47], permettent aussi de limiter la vitesse de croissance granulaire et donc d'éviter le piégeage des porosités intragranulaires. Cet effet permet d'augmenter la densification du matériau et donc d'améliorer ses propriétés thermomécaniques. Une étude de Seidel et al. [48] démontre le lien direct entre la résistance mécanique de l'alumine et la taille des grains. La contrainte moyenne à la rupture diminue avec l'augmentation de la taille des grains. Le contrôle de la croissance granulaire est un paramètre essentiel afin d'optimiser les performances mécaniques du matériau.

A la fin du procédé, un substrat en alumine constitué d'une structure conductrice en trois dimensions, est obtenu. Il peut y avoir la présence d'une phase amorphe entre les différentes couches d'alumine formée par les éléments dopants et par les éléments du circuit conducteur [49][50].

1.1.2.3 Propriétés connues d'alumines HTCC

Les pièces en alumine ont une haute dureté, un haut module d'élasticité, une bonne résistance à la rupture et des propriétés réfractaires. Les alumines denses ont des modules d'élasticité de l'ordre de 400 GPa, un coefficient de Poisson de 0,25 et une ténacité de $3,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ [51]. Cette dernière est faible et témoigne d'une faible résilience, principalement à cause du blocage du mouvement des dislocations dans cet oxyde à liaisons majoritairement ioniques.

L'alumine est utilisée dans l'industrie de la microélectronique pour son module d'élasticité élevé, la stabilité de ses propriétés thermomécaniques sur une grande plage de température et une valeur de coefficient de dilatation faible. Cela permet de fabriquer des composants rigides, qui se déforment peu sous l'action de la température [52].

Les différentes propriétés de l'alumine non cofrittée sont bien documentées. Cependant, l'étape de cofrittage à haute température peut affecter certaines propriétés. De plus, les constituants en alumine HTCC sont composés de plusieurs couches contrairement à une alumine monolithique. Les propriétés disponibles correspondent souvent à une seule couche d'alumine indépendante sans l'ajout de pistes conductrices. Les données de la littérature ne sont donc pas directement applicables pour la simulation d'un composant en alumine HTCC. Comme il s'agit d'un secteur industriel très compétitif et dont les applications sont sensibles, peu de données sont rendues publiques. Cependant certains fabricants industriels de composants en alumine HTCC communiquent sur les propriétés thermomécaniques du matériau.

Fabricants	Nuance	CTE (10^{-6} K^{-1})	Conductivité ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	Module d'Young (GPa)	Résistance flexion (MPa)	Masse volumique (g.cm^{-3})
Kyocera [53]	A440	7,1 [20-400°C]	14	310	400 (4 points)	3,6
	A443	6,9 [20-400°C]	18	310	460 (4 points)	3,7
AdTech Ceramics [54]	nc	7,2 [20-500°C]	nc	275	443 (4 points)	3,6
Barry [55]	nc	6,5 [25-150°C]	20	350	300 (3 points)	4

Tableau 3 : Propriétés de nuances industrielles d'alumine HTCC (nc : non-communicué).

Le comportement mécanique à rupture fragile de l'alumine monocouche a déjà été prouvé et analysé par de nombreuses études. Par exemple, Seidel et al. [48], Steen et al [56], Hild [41] et Gorjan et al. [57] ont déjà réalisé une analyse statistique de la rupture en accord avec le modèle de Weibull, présenté dans la section 1.II. Ces études ont mis en évidence la dispersion des valeurs de contrainte à la rupture d'une alumine. L'un des objectifs de la présente thèse sera de réaliser une étude similaire mais sur une alumine HTCC à plusieurs couches.

Les investigations les plus récentes sur les aluminés HTCC multicouches ont été réalisées sur leurs propriétés diélectriques. La constante diélectrique ou permittivité relative est une propriété physique sans dimension qui décrit la réponse d'un matériau face à un champ électromagnétique. Pour un matériau isolant idéal la constante doit être élevée, afin de ne pas dissiper le signal à travers la structure. La permittivité doit aussi ne pas varier en fonction de la température ou de la fréquence du signal électromagnétique afin de garantir une stabilité du fonctionnement du composant. Ces études ont été faites afin de déterminer la possibilité d'utiliser les composants en alumine HTCC pour les applications radiofréquences, par exemple pour la fabrication de résonateurs [58].

1.II La rupture fragile et le modèle de Weibull

Les deux matériaux étudiés dans la présente thèse ont un comportement mécanique à rupture fragile. Les méthodes de dimensionnement des composants et les modèles utilisés doivent alors prendre en compte cette caractéristique de comportement. Le caractère probabiliste de la rupture fragile nécessite l'introduction de la notion de probabilité de rupture, associant à un chargement donné une probabilité de rupture du composant. L'objectif de la thèse est de réaliser une démarche de dimensionnement prenant en compte cette notion pour ces matériaux à rupture fragile. Les sections suivantes présentent les principes théoriques nécessaires à l'application de cette méthode.

1.II.1 Notion de rupture fragile

Un matériau idéal cristallin est constitué d'atomes dans un ordre d'empilement parfait et liés entre eux par les liaisons interatomiques. Ces dernières assurent la cohésion de la matière par des forces d'attraction et de répulsion. Un effort appliqué sur le matériau entraîne une déformation qui

modifie la position des atomes au sein de la microstructure. Les atomes peuvent s'éloigner ou se rapprocher. Une fois l'effort retiré, les atomes reviennent à leurs positions initiales. Ce comportement élastique linéaire de la matière peut être modélisé à partir du potentiel d'interaction entre les atomes. La déformation de la liaison est notée ε et la contrainte appliquée σ pour obtenir cette déformation sont reliées par l'Eq. (1).

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (1)$$

Le module d'élasticité E , appelé module d'Young, est une propriété intrinsèque et macroscopique du matériau. Sa valeur dépend du type de liaison entre atomes à l'échelle microscopique et par leur force de cohésion. Lorsque l'effort appliqué dépasse la force de cohésion entre atomes, la rupture apparaît.

Les résistances à la rupture théoriques des matériaux considérés parfaits sont de l'ordre 0,1 à 0,5 fois la valeur du module d'élasticité [59]. Elles sont directement reliées à la rupture des liaisons atomiques. Par exemple, le silicium pur a une résistance théorique à la rupture de 16 GPa et l'alumine haute densité de 47 GPa [51]. Cependant, les expériences de Griffith montrent que la résistance réelle à la rupture est bien plus faible que la valeur théorique. Il constate aussi que la résistance à la rupture de fibres de verre diminue lorsque le diamètre des fibres augmente.

Griffith [60] explique cet écart de résistance à la rupture par la présence de défauts au sein de la microstructure. C'est-à-dire la présence d'éléments perturbant l'ordre parfait de l'empilement des atomes. La contrainte théorique maximale est alors atteinte par concentration de contrainte au voisinage de ces défauts. En effet, par leurs tailles et leurs formes, les défauts modifient localement le champ de contraintes.

Les défauts responsables de la rupture peuvent être volumiques ou surfaciques. Les défauts volumiques se forment généralement lors de l'élaboration du matériau. Il peut s'agir de porosités, d'inclusions par pollution ou d'une région où les grains sont plus gros que la moyenne. Ils peuvent apparaître lors de la préparation de la poudre d'élaboration de la céramique, lors de l'étape de mise en forme, lors de l'étape de frittage ou pendant le refroidissement post-frittage.

Les défauts surfaciques sont principalement dus à l'usinage du matériau, aux sollicitations subies par le matériau ou à réactions chimiques affectant la surface du matériau. Des chocs thermiques peuvent amener à la formation de fissures sur ou proche de la surface sollicitée. Une corrosion par piqûres crée des porosités sur la surface d'une pièce et lors d'une sollicitation mécanique, les fissures auront tendance à s'amorcer à partir de ces porosités.

Griffith modélise ces défauts par une fissure artificielle droite de longueur $2a$. Dans la théorie de l'élasticité linéaire, la contrainte est infinie à l'extrémité de la fissure. Pour résoudre ce point singulier de la théorie, Griffith a mis en œuvre un raisonnement thermodynamique. La fissure se propage lorsque la valeur de la contrainte dépasse localement une contrainte seuil. La propagation de la fissure génère progressivement deux nouvelles surfaces libres, ce qui augmente l'énergie de surface du matériau. L'ouverture de la fracture libère de l'énergie permettant la propagation du front de fissure. Il existe alors une contrainte de résistance à la rupture associée à une taille critique de fissure, pour laquelle la propagation de la fissure devient macroscopique et amène à la rupture totale du matériau.

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{2E\gamma}{\pi a_c}} \quad (2)$$

L'Eq. (2) relie cette contrainte seuil σ_c et la taille critique de la fissure a_c au module d'élasticité du matériau E et à la densité d'énergie de surface du matériau γ .

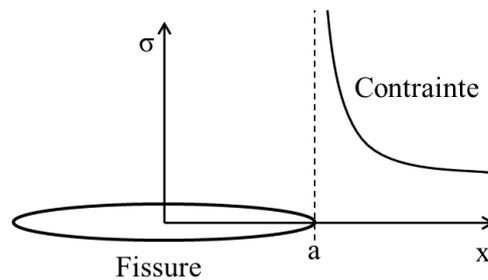


Figure 10 : Représentation de la fissure selon Griffith et champ de contrainte théorique au voisinage d'une fissure selon la théorie de l'élasticité.

Lorsque la rupture macroscopique intervient, elle se propage à une vitesse de l'ordre de la racine carré du rapport du module d'élasticité du matériau sur sa masse volumique, lui conférant un caractère rapide et brutal. Cette vitesse serait d'environ 7000 m.s^{-1} pour l'AlSi CE9F et de 10 km.s^{-1} pour l'alumine.

Irwin a complété les travaux de Griffith en introduisant une zone de plasticité locale en pointe de fissure. En effet, dans le cas d'un matériau ductile, les concentrations de contraintes au bord de la fissure plastifient localement le matériau. L'augmentation de la taille de la zone plastifiée sous l'effet du chargement permet de dissiper une partie de l'énergie de fissuration. La contrainte n'augmente plus proportionnellement en fonction de la déformation mais augmente plus lentement. Irwin a alors partitionné l'énergie de rupture en une énergie stockée par déformation élastique et en une énergie dissipée par la déformation plastique.

Les matériaux céramiques tels que l'alumine, sont des matériaux au comportement parfaitement élastique. La rupture s'effectue dans le domaine élastique sans passer par un état plastique. La fissure se propage de façon intergranulaire ou intragranulaire par des mécanismes de clivage.

La rupture par clivage est la propagation d'une fissure selon un plan cristallographique particulier. La fissure se propage toujours perpendiculairement à la direction de sollicitation en mode I mais peut changer de direction dès qu'elle rencontre un joint de grain. En effet, elle se propage toujours selon le plan cristallographique le plus favorablement orienté par rapport à la sollicitation. C'est-à-dire le plan où l'énergie de liaison est la plus faible. Dans le cas d'une structure cristallographique hexagonale compacte, il s'agit majoritairement du plan $\{0001\}$ [61].

Il existe plusieurs modèles (Cottrel, Curry et Knot, Smith, etc...) pour rendre compte des phénomènes physiques à l'œuvre lors d'une propagation de fissure par clivage avec des estimations de la résistance à la rupture du matériau. Cependant, la majorité de ces modèles ont une approche déterministe de la rupture. Or, lors d'une série d'essais sur un matériau fragile, une dispersion des contraintes à la rupture est observée.

En effet, les défauts, origines de la rupture, sont répartis aléatoirement dans la microstructure du matériau. Leur concentration peut alors varier d'un échantillon à l'autre. Un échantillon possédant plus de défauts aura plus de risque de rompre qu'un échantillon possédant moins de défauts pour un même volume. Par corollaire, une pièce de grandes dimensions a plus de risque de contenir des défauts susceptibles d'amorcer la rupture qu'une pièce de petites dimensions. La première pièce aura donc plus de chance de rompre que la seconde. Il s'agit des effets d'échelles, difficiles à représenter par les modèles déterministes.

Enfin, d'un échantillon à l'autre, la répartition et les orientations des défauts fluctuent. Le défaut le plus critique est celui qui est orienté perpendiculairement à la direction de sollicitation. D'un

chargement à l'autre, la direction de sollicitation change. Le défaut critique n'est pas le même suivant le type de chargement. Le défaut le plus grand n'est donc pas toujours le défaut le plus critique pour le matériau : cela dépend de la direction de sollicitation et de l'orientation du défaut par rapport à celle-ci. On parle alors d'effet du champ de contrainte qui est équivalent aux effets d'échelles.

Toutes les caractéristiques des défauts (types, tailles et orientations) sont alors des variables aléatoires difficiles à quantifier. La contrainte à la rupture d'un matériau sous une sollicitation donnée devient alors une variable statistique. La rupture a alors un caractère aléatoire. Elle devient un événement aléatoire, c'est-à-dire un événement auquel est associée une probabilité de se réaliser dans des circonstances données. La rupture, et donc la contrainte à la rupture, est déterminée par les caractéristiques d'un défaut critique sous un chargement donné.

Les approches statistiques de la rupture cherchent à relier les caractéristiques de la population de défauts et les caractéristiques du champ de contrainte à une probabilité de rupture du matériau. Elles se divisent en deux catégories : les approches à échelle macroscopique et les approches à échelle microscopique qui considèrent les défauts comme des objets physiques.

1.II.2 Modèle de Weibull – Théorie et définition

Cette approche est basée sur la distribution statistique de défauts au sein du matériau et est largement utilisée à la fois dans les laboratoires et par l'industrie pour les études des céramiques à grains fins ou pour les structures. Elle compte trois hypothèses.

Elle repose sur le modèle du maillon le plus faible énoncé par Weibull [62][63]. On considère une structure à une dimension constituée de plusieurs éléments en série (hypothèse n°1), comme une chaîne, chacun contenant un défaut critique pouvant amener à la rupture. Pour que l'ensemble de la chaîne résiste, il faut que chacun des éléments résiste. La probabilité de rupture P de la chaîne s'écrit alors en fonction de la probabilité de rupture de chaque élément P_i et donc dépend de leur résistance respective. La probabilité de rupture d'un élément est indépendante de celle d'un autre élément (hypothèse n°2).

$$1 - P = (1 - P_1)(1 - P_2) \dots (1 - P_N) \quad (3)$$

C'est-à-dire que le défaut le plus « critique » définit la résistance du matériau et sa durée de vie. Ce défaut n'est pas nécessairement le plus grand en taille, cela dépend de la sollicitation subie par le matériau et de l'emplacement du défaut par rapport à la direction de sollicitation.

Dans le cas où tous les maillons de la chaîne ont la même probabilité de rupture (hypothèse n°3), la loi peut se réécrire sous la formulation Eq.(4)-a puis Eq.(4)-b.

$$1 - P = \sum_{i=0}^N (1 - P_i) \quad a. \quad (4)$$

$$\ln(1 - P) = \sum_{i=0}^N \ln(1 - P_i) \quad b.$$

Weibull considère qu'un nombre très élevé de maillons doit être utilisé pour représenter une structure. Le volume d'un maillon étant petit, sa probabilité de rupture P_i est alors faible et tend vers zéro. Le logarithme peut être alors approché par son développement limité à l'ordre 1 et nous aboutissons alors à la formulation de l'Eq. (5)-b.

$$P(\sigma) = 1 - \exp\left[-\sum_{i=0}^N P_i(\sigma)\right] \quad a. \quad (5)$$

$$P(\sigma) = 1 - \exp[-NP_i(\sigma)] \quad b.$$

Le paramètre N correspondant au nombre de maillons peut s'exprimer sous la forme du rapport entre le volume total de la structure V et le volume de référence V_r des maillons. L'expression du rapport entre la probabilité de rupture locale et le volume de référence correspond physiquement à une densité de défauts. Weibull a exprimé cette densité par une loi puissance (Eq. (6) [64]) déterminée de manière empirique.

$$\frac{P_i}{Vr} = \frac{1}{V_0} \left\langle \frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0} \right\rangle^m \quad (6)$$

En appliquant la théorie à une structure à trois dimensions sous un chargement de traction uniaxiale [64], on obtient alors la formulation générale (Eq. (7)) de la distribution statistique de Weibull.

$$P(\sigma, V) = 1 - e\left(-\frac{V}{V_0} \left(\frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0}\right)^m\right) \quad (7)$$

Dans l'Eq. (7), P est la probabilité de rupture totale de la structure pour la contrainte σ , V est le volume de l'éprouvette, m le module de Weibull, σ_u est la contrainte seuil en dessous de laquelle aucune rupture n'est possible, σ_0 le paramètre de forme, et V_0 est volume de référence. Ce dernier est unitaire - $1m^3$ par exemple - il permet d'ajuster la dimension du facteur de forme.

Il s'agit d'une loi d'extremum généralisée. Elle représente par des probabilités des phénomènes de valeurs extrêmes au même titre que les distributions de Fréchet (bornées inférieurement) et Gumbel (non bornées) [65]. Les trois distributions peuvent d'ailleurs être utilisées pour décrire la théorie du maillon le plus faible mais seule la distribution de Weibull est bornée, permettant une cohérence entre le modèle et la réalité physique.

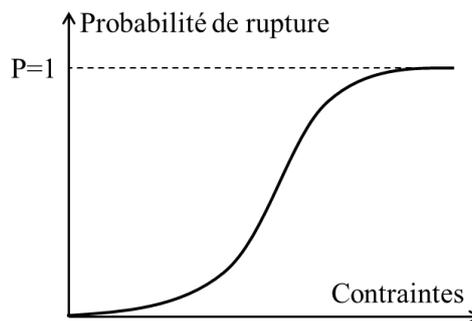


Figure 11 : Représentation graphique de la distribution statistique définie par Weibull [64]

Le paramètre de forme σ_0 n'a pas réellement de sens physique. Il permet dans le cas d'étude sur les matériaux fragiles de positionner la représentation graphique du modèle de Weibull par rapport à l'axe des contraintes. Le module de Weibull m, sans dimension, rend compte de la dispersion des valeurs de contrainte à la rupture. Plus il est élevé, plus la dispersion est faible. Les céramiques ont un module de Weibull compris entre 1 et 20, les composites de l'ordre de 30 et les métaux les plus fragiles ont un module supérieur à 50. Ce paramètre traduit en fait le caractère probabiliste du comportement à la rupture du matériau. Pour des valeurs très élevées de m (au-delà de 50), le matériau

peut être considéré comme ayant un comportement déterministe. Le modèle de Weibull peut être aussi utilisé pour l'étude de la fiabilité d'un produit et sur la durée de vie de pièces [66][67].

Le modèle de Weibull est ainsi statistique et macroscopique. Il reconnaît la présence des défauts au sein de la matière mais ne tient pas compte de leurs caractéristiques dans le calcul du champ de contrainte et de la probabilité de rupture. Les distributions, les orientations ou les natures des défauts sont pourtant des paramètres importants et affectent la durée de vie d'une structure. C'est pourquoi il existe des modulations du modèle de Weibull ou des modifications plus fortes, jusqu'à créer de nouveaux modèles (1.II.3), afin de mieux rendre compte de la réalité physique des phénomènes.

1.II.3 Modulations du modèle de Weibull et autres distributions

1.II.3.1 Modulations du modèle de Weibull

La formule initialement présentée du modèle de Weibull est dite unimodale. C'est-à-dire qu'elle considère l'ensemble des défauts comme appartenant à une unique population. Cependant, ces derniers peuvent être de natures différentes au sein d'une même structure et donc ne pas générer le même risque de rupture. Par exemple, les défauts peuvent être intrinsèques ou extrinsèques. La répartition entre les deux types de défauts dépend du processus de fabrication et de la préparation de la surface des éprouvettes.

Le modèle de Weibull doit alors être adapté pour prendre en compte ces deux populations. Dans le cas des défauts intrinsèques et extrinsèques, il est proposé, lors d'une série d'essais, d'analyser quel type de défaut est à l'origine de la rupture et donc de constituer deux distributions correspondantes à chacun des défauts.

Le premier défaut est alors caractérisé par une distribution de Weibull avec les paramètres m_1 et σ_{01} et le second défaut par sa distribution de Weibull avec les paramètres m_2 et σ_{02} . Les deux distributions sont alors associées par une loi de mélange [68][69] pour obtenir la probabilité globale de rupture (Eq. (8)) du composant, intégrant les deux modes de rupture possibles. L'Eq. (8) introduit le paramètre p , définissant la fraction des valeurs de contrainte appartenant à la première distribution.

$$P(\sigma) = p \left[1 - \exp \left(- \left(\frac{\sigma}{\sigma_{01}} \right)^{m_1} \right) \right] + (1 - p) \left[1 - \exp \left(- \left(\frac{\sigma}{\sigma_{02}} \right)^{m_2} \right) \right] \quad (8)$$

Dans le cas de deux défauts « concurrents », l'une des solutions est de calculer une distribution de Weibull pour chacun des défauts, comme précédemment, puis d'associer les deux distributions pour obtenir la distribution générale du matériau [70].

$$P(\sigma) = 1 - \left[\exp \left(- \left(\frac{\sigma}{\sigma_{01}} \right)^{m_1} \right) \right] \left[\exp \left(- \left(\frac{\sigma}{\sigma_{02}} \right)^{m_2} \right) \right] \quad (9)$$

Cette formule se base sur le principe d'indépendance des actions [71] mais en distinguant les types de défauts susceptibles d'être critiques au sein du matériau. Cette solution peut être appliquée jusqu'à un nombre infini de types de défauts [72].

Une autre méthode dans le cas de défauts concurrents consiste à segmenter la distribution de probabilité de rupture en fonction de l'intensité des contraintes [73]. Par exemple, dans le cas de deux défauts concurrents 1 et 2 :

$$P(\sigma) = \left\{ \begin{array}{ll} 0 & \text{Pour } \sigma < \sigma_{u1} \text{ et } \sigma < \sigma_{u2} \\ 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma - \sigma_{u1}}{\sigma_{01}} \right)^{m_1} \right] & \text{Pour } \sigma > \sigma_{u1} \text{ et } \sigma < \sigma_{u2} \\ 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma - \sigma_{u2}}{\sigma_{02}} \right)^{m_2} \right] & \text{Pour } \sigma < \sigma_{u1} \text{ et } \sigma > \sigma_{u2} \\ 1 - \exp \left[\left(\frac{\sigma - \sigma_{u2}}{\sigma_{02}} \right)^{m_2} \left(\frac{\sigma - \sigma_{u1}}{\sigma_{01}} \right)^{m_1} \right] & \text{Pour } \sigma > \sigma_{u1} \text{ et } \sigma > \sigma_{u2} \end{array} \right\} \quad (10)$$

C'est-à-dire qu'un seul défaut sera critique pour les faibles contraintes mais pour des valeurs plus élevées de chargement, deux défauts seront considérés à parts égales pour déterminer la probabilité de rupture. Dans le cas particulier où la contrainte seuil est nulle pour les deux défauts, on retrouve l'Eq. (9), montrant que les deux approches sont identiques.

Ces trois modulations possibles de la distribution de Weibull offrent des allures de courbes différentes. La Figure 12 représente les différentes distributions pour des paramètres de Weibull suivant $m_1=20$, $\sigma_{01}=200$ MPa, $m_2=10$, $\sigma_{02}=300$ MPa, $p=0,5$. Afin de distinguer les courbes, des contraintes seuils ont été ajoutées pour l'Eq. (10) : $\sigma_{u1}=100$ MPa et $\sigma_{u2}=250$ MPa.

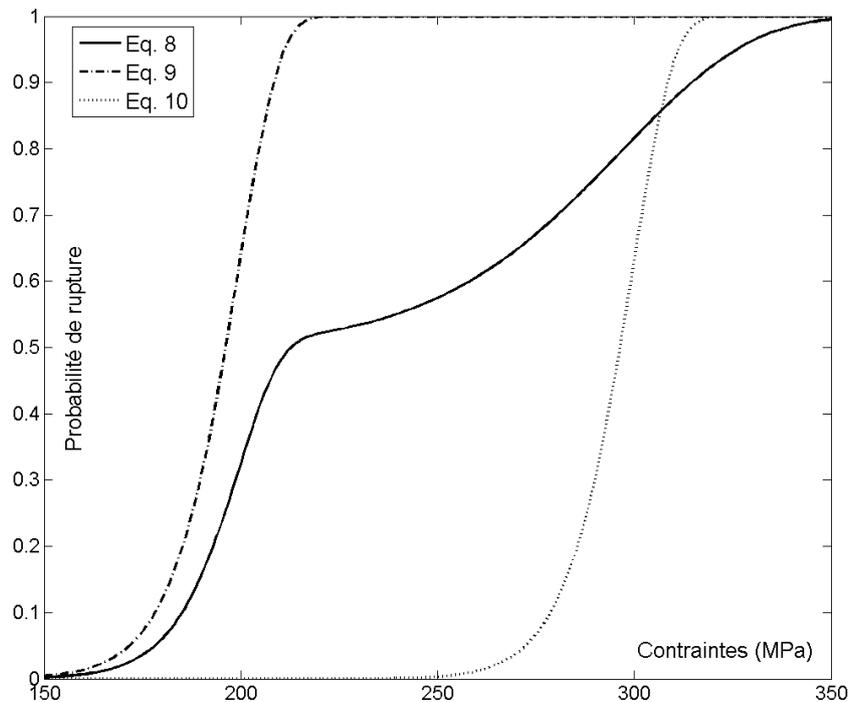


Figure 12 : Représentation graphique des modulations du modèle de Weibull

La loi de mélange de l'Eq. (8) permet de former une courbe de Weibull en « escalier ». Les deux distributions correspondantes à chacun des défauts sont parfaitement visibles et il existe un « saut » des valeurs de contraintes entre les deux distributions. On parle alors de distribution bimodale [74] de Weibull. En prenant en compte un nombre plus élevé de type de défauts, des courbes multimodales de Weibull sont alors obtenues. Ces modulations du modèle de Weibull permettent de mieux rendre compte de la réalité physique de la rupture en s'intéressant à la nature des défauts sans pour autant créer un modèle nécessitant avec des paramètres supplémentaires locaux à déterminer.

1.II.3.2 Le modèle de Batdorf

La principale critique faite au modèle de Weibull est son caractère trop macroscopique [75][76]. Il ne considère pas les propriétés des défauts initiateurs de la rupture. Cette absence de base physique a tenté d'être corrigée par Batdorf [77][78] dans son modèle éponyme.

Les défauts sont définis par des fissures planes et sont indépendants les uns des autres. Ils sont caractérisés par une contrainte critique σ_{cr} correspondant à la contrainte uniaxiale de traction provoquant la croissance brutale en mode I de la fissure.

Le modèle est décrit pour un volume V soumis à un champ de contrainte uniforme Σ par l'Eq. (11). Elle introduit l'angle solide Ω contenant toutes les directions des normales aux fissures auxquelles la contrainte normale est supérieure à la contrainte critique σ_{cr} .

$$P(\Sigma, \sigma_{cr}) = 1 - \exp \left[- \int_V \int_0^\infty \frac{\Omega(\Sigma, \sigma_{cr})}{4\pi} \frac{dN(\sigma_{cr})}{d\sigma_{cr}} d\sigma_{cr} dV \right] \quad (11)$$

Le modèle introduit la fonction de répartition $N(\sigma_c)$ exprimant la densité des fissures possédant une résistance inférieure à la contrainte critique définie. Cette fonction ajoute un sens physique au modèle probabiliste de Weibull en ajoutant la concentration des défauts au sein de la microstructure.

Batdorf a proposé un développement en série de Taylor pour exprimer la fonction de densité de fissure, définie par l'Eq. (12) en supposant une limite inférieure (un équivalent de la contrainte seuil de Weibull 1.II.2) σ_u .

$$N(\sigma_{cr}) = \sum_{j=0}^{\infty} b_j \left(\frac{\sigma_{cr}}{\sigma_u} - 1 \right)^j \text{ si } \sigma_{cr} \geq \sigma_u \quad (12)$$

$$N(\sigma_{cr}) = 0 \text{ si } \sigma_{cr} < \sigma_u$$

Le calcul de l'angle solide est déterminé par l'Eq. (13) avec l'angle θ correspondant à l'angle entre la direction principale de traction (le raisonnement est toujours uniaxial) et la normale à la fissure.

$$\Omega = 2 \int_0^{\sigma_{cr}} 2\pi \sin\theta d\theta \quad (13)$$

Dans le cas particulier d'une traction équitriaxiale, l'angle solide est égal à 2π .

1.II.3.3 Modèles basés sur la fonction de densité de défauts

Le modèle de Batdorf a introduit une fonction densité de défauts. D'autres modèles de rupture fragile ont été développés avec de nouvelles formulations de la densité de défauts $f(a)$ à partir de la taille critique a_1 des défauts et à partir du champ de contrainte. Ils conservent une formulation globale de probabilité de rupture Eq. (14) proche de celle de Weibull.

$$P(a_1, V) = 1 - \exp \left[-V \int_{a_1}^{\infty} f(a) da \right] \quad (14)$$

L'expression de la densité de défauts est déterminée a priori, comme dans la formulation de Batdorf, par une distribution mathématique ou a posteriori par une analyse des défauts du matériau.

Les fonctions de densité de défauts peuvent décrire l'ensemble de la courbe de densité. Par exemple, Calard [79] et Hild [41] ont développé des fonctions Béta exprimées à partir de la longueur maximale de la fissure. Poloniecki [80] propose une expression de la fonction densité de défauts de surface à partir de résultats expérimentaux.

D'autres formulations ne considèrent que la partie supérieure de la courbe de densité correspondant aux défauts les plus grands et donc les plus critiques. C'est notamment le cas de la distribution de Cauchy (Eq. (15)-a) et de De Jayatilaka (Eq. (15)-b [81]) développée à partir de la distribution de Poloniecki. Leurs formulations de la probabilité de rupture ont besoin du facteur critique d'intensité de contrainte du matériau.

$$\begin{aligned} P(\sigma, V) &= 1 - \exp \left[-V \frac{q^\lambda}{\lambda - 1} \left(\frac{Y\sigma}{K_{IC}^2} \right)^{2\lambda-2} \right] & a. \\ P(\sigma, N) &= 1 - \exp \left[-N \frac{c^{\lambda-1}}{\lambda!} \left(\frac{\Pi\sigma^2}{K_{IC}^2} \right)^{\lambda-1} \right] & b. \end{aligned} \quad (15)$$

Contrairement au modèle de Weibull, ces modèles se basent sur la microstructure du matériau et ont donc une réalité physique plus forte. La grande limitation de ces modèles est la détermination de la fonction de densité de défauts suivant le matériau étudié. Il est en effet difficile de déterminer avec précision la répartition des défauts dans un matériau et donc leur concentration. Les défauts peuvent être détectés avant rupture par analyse d'image (pour les défauts de surface) par ultrasons (système par échographie) ou rayons X. Mais il sera alors compliqué de déterminer quelle famille de défauts est responsable de la rupture. Ce dernier point peut être résolu par la réalisation d'essais jusqu'à rupture qui mettront en évidence les caractéristiques des défauts responsables.

Néanmoins, les modèles présentés considèrent les défauts comme des fissures et le caractère critique du défaut est défini par la longueur. Cela est suffisant dans le cas de contrainte uniaxiale, mais dans le cas plus fréquent de chargement multiaxial, l'orientation des défauts devient, en plus de la longueur, un paramètre déterminant pour évaluer l'aspect critique d'un défaut.

Les nombreux travaux de Todinov [82][83] complètent le raisonnement sur les modèles utilisant des fonctions densité de défauts. Il critique fortement le caractère macroscopique du modèle de Weibull et tente de prendre en compte un maximum de paramètres physiques pour le calcul de la probabilité de rupture. Il complexifie les formulations en ajoutant des paramètres pour rendre compte de la variété de types des défauts (porosité, fissure, inclusion) au sein d'un matériau [84]. Il prend aussi en compte l'orientation des défauts par rapport à la direction de sollicitation uniaxiale [85]. Néanmoins, il suppose l'absence d'interaction entre les défauts.

$$P(\sigma) = 1 - \exp \left[-V \sum_{i=1}^M \overline{\lambda}_i(\sigma) F_{cr}(\sigma) \right] \quad (16)$$

L'Eq. (16) est une formulation du modèle proposé par Todinov. La somme de 1 à M rend compte du nombre de types de défauts différents, $\overline{\lambda}_i(\sigma)$ est la densité du défaut ayant un potentiel pour amorcer une rupture sous le chargement σ et $F_{cr}(\sigma)$ la probabilité que le défaut soit critique. L'orientation est prise en compte dans les deux derniers paramètres.

Cependant, comme les modèles précédents, il introduit de nombreux paramètres qui peuvent difficilement être déterminés expérimentalement, d'où une difficulté d'application.

1.II.3.4 Approche fondée sur la contrainte élémentaire multiaxiale

Le modèle de Batdorf se base sur la contrainte élémentaire uniaxiale. Cette dernière est associée à un défaut et permet de quantifier sa sévérité. L'approche consiste à prendre en compte une contrainte élémentaire multiaxiale. Cela permet de considérer une orientation quelconque des défauts par rapport au champ de contrainte. Lamon et Evans [86][76] utilisent la formulation de Cha (cf. Eq. (41) de la section 1.II.4.3), définie à partir du taux de relaxation d'énergie lors de la propagation de la fissure.

La contrainte élémentaire multiaxiale s'écrit en remplaçant la contrainte normale et la contrainte de cisaillement locale par leur expression pour obtenir une formulation en fonction des contraintes principales et des angles ψ et ϕ , définis à la Figure 15. Cela permet de relier le champ local des contraintes au champ macroscopique.

$$\begin{aligned} \sigma_e &= \sigma_I \left[\left(\frac{\sigma_n}{\sigma_I} \right)^4 + 6 \left(\frac{\sigma_n}{\sigma_I} \right)^2 \left(\frac{\tau}{\sigma_I} \right)^2 + \left(\frac{\tau}{\sigma_I} \right)^4 \right]^{1/4} & a. \\ \sigma_e &= \sigma_I F_V \left(\phi, \psi, \frac{\sigma_{II}}{\sigma_I}, \frac{\sigma_{III}}{\sigma_I} \right) & b. \end{aligned} \quad (17)$$

Lamon et Evans reprennent une formulation de la probabilité de rupture à partir d'une fonction de densité de défauts. Cette dernière est définie par l'Eq. (18) et correspond aux valeurs extrêmes d'une fonction densité de Weibull.

$$g(\sigma) d\sigma = \frac{1}{2\pi} \int_0^{\pi/2} \int_0^{2\pi} m \frac{\sigma_e^{m-1}}{\sigma_0^m} d\sigma_e \cos\phi d\phi d\psi \quad (18)$$

En intégrant l'Eq. (17) et l'Eq. (18) à la formulation de l'Eq. (14), on obtient l'expression générale de la probabilité de rupture selon la contrainte élémentaire multiaxiale Eq. (19).

$$P(\sigma, V) = 1 - \exp \left[- \int_V \frac{dV}{V_0} \int_0^\sigma \frac{1}{2\pi} \int_0^{\pi/2} \int_0^{2\pi} m \frac{\sigma_I^{m-1}}{\sigma_0^m} F_V^m \left(\phi, \psi, \frac{\sigma_{II}}{\sigma_I}, \frac{\sigma_{III}}{\sigma_I} \right) d\sigma_I \cos\phi d\phi d\psi \right] \quad (19)$$

L'expression obtenue, plus complexe que le modèle de Weibull, permet de rendre compte de l'orientation des défauts par rapport aux directions de sollicitations. Néanmoins, le modèle suppose de connaître les caractéristiques des défauts afin de prédire correctement le comportement à la rupture d'un matériau étudié.

1.II.3.5 Autres modèles et distributions

Dans les études les plus récentes, on assiste à une généralisation de la formulation du modèle de Weibull. [87][88]. Cette généralisation exprimée par l'Eq. (20) permet en fait de créer tout une série de nouveaux modèles avec des distributions associées : Weibull-Poisson, Rayleigh-Poisson, exponentiel Rayleigh-Poisson, exponentiel-Poisson. Suivant les valeurs données sur les paramètres introduits, la formulation généralisée définit un des modèles.

$$P(\sigma) = [1 - \exp(-(\beta\sigma)^\gamma)]^\alpha \quad (20)$$

Les travaux sur cette formulation générale sont très récents. Elle permet de représenter les modulations déjà présentées dans la section 1.II.3.1, où une distribution bimodale de la fonction de Weibull avait été présentée.

L'existence de cette fonction est principalement reliée à la détermination de panne de machine le long du cycle de vie [89][90]. Le début du fonctionnement d'une machine est caractérisé par une phase de rodage où le taux de pannes est élevé. Il est ensuite assez faible pendant toute une période puis il augmente de nouveau fortement vers la fin de vie de la machine. Les causes des pannes étant multiples, comme les types de défauts, cette formulation permet de rendre compte des différents phénomènes et de constituer une distribution de type « baignoire » : une probabilité de rupture élevée en fonction des heures de fonctionnement dans un premier temps, faible pendant une longue durée puis une nouvelle augmentation jusqu'à 100% de panne.

Néanmoins, ces modèles ne sont pas encore utilisés dans la pratique dans l'industrie. Tout comme les modèles basés sur la fonction densité de défauts, la multiplication du nombre de paramètres rend leur identification difficile. Leur application dans le cas des matériaux fragiles et du dimensionnement de structure n'est pas encore attestée.

1.II.3.6 Choix d'un modèle de la rupture fragile

Les modèles alternatifs au modèle de Weibull cherchent à améliorer le sens physique de ce dernier. En effet, bien qu'il considère l'existence des défauts, il ne s'intéresse pas aux particularités physiques des défauts. Qu'il s'agisse du modèle de Batdorf ou d'un modèle basé sur la fonction densité de défaut, tous les modèles alternatifs cherchent à caractériser le plus précisément possible la réalité physique du matériau. Cependant, ces modèles introduisent de nombreux paramètres supplémentaires parfois difficiles à estimer expérimentalement. Les modèles basés sur la fonction densité de défauts demandent une caractérisation de la concentration de chaque type de défaut dans le matériau. Cela est expérimentalement très difficile à réaliser et de nombreuses hypothèses et approximations doivent être faites pour constituer un modèle représentant correctement l'expérience.

Les modulations du modèle de Weibull (1.II.3.1) permettent aussi de prendre en compte l'existence de plusieurs types de défauts dans la microstructure. Elles permettent donc d'améliorer le sens physique en conservant une formulation plus simple que les modèles alternatifs.

Enfin, notre démarche de dimensionnement des composants embarqués se veut macroscopique, tel qu'est défini le modèle de Weibull. Le modèle de Batdorf et le modèle de la contrainte élémentaire étudient le matériau à l'échelle microscopique et tentent de relier les phénomènes se déroulant à cette échelle avec une probabilité de rupture macroscopique. Bien qu'une étude de la microstructure et qu'une recherche des défauts seront menées, l'objectif industriel de la thèse est de prédire la rupture d'un composant et de proposer des règles de dimensionnement applicables à l'échelle macroscopique. Le modèle de Weibull est alors le plus adapté.

1.II.4 Volume équivalent et effet d'échelle

1.II.4.1 Notion d'effets d'échelle et de volume équivalent

Le volume équivalent est un paramètre qui permet de comparer la probabilité de rupture de composants de tailles et soumis à des champs de contraintes différents. Il correspond au volume V_E d'une éprouvette du matériau étudié qui, soumise à un champ de traction uniforme de contrainte σ_{max} , aura la même probabilité de rupture que la pièce réelle de volume V . Dans le cas d'un champ de contrainte non-uniforme dans la structure, la probabilité de rupture de chaque élément diffère de celle d'un autre élément. La formulation de l'Eq. (5)-a devient une forme intégrale sur l'ensemble du volume de la structure pour donner l'Eq. (21)-a. L'introduction de la contrainte maximale permet d'obtenir l'Eq. (21)-b et de révéler le paramètre du volume équivalent.

$$\begin{aligned}
 P(\sigma, V) &= 1 - \exp \left[\frac{-1}{V_0} \int_V \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m dV \right] & a. \\
 P(\sigma, V) &= 1 - \exp \left[\frac{-1}{V_0} \left(\frac{\sigma_{max}}{\sigma_0} \right)^m \int_V \left(\frac{\sigma}{\sigma_{max}} \right)^m dV \right] & b.
 \end{aligned}
 \tag{21}$$

Le volume équivalent correspond à une intégrale sur le volume réel du composant à partir du rapport entre la valeur locale de la contrainte et la contrainte maximale du champ de chargement imposé sur le composant (Eq. (22)).

$$V_{Eq} = \int_V \left(\frac{\sigma}{\sigma_{max}} \right)^m dV
 \tag{22}$$

Le volume équivalent se calcule uniquement pour des valeurs de contraintes positives ou nulles. En effet, on considère les contraintes de traction comme étant plus critiques pour un matériau fragile que les contraintes de compression. La compression permet de bloquer la croissance des défauts. La résistance en compression est ainsi généralement environ 10 fois supérieure à celle en traction. En pratique, les champs de compression ne sont ainsi pas pris en compte pour le calcul de la probabilité de rupture. En revanche, un essai de compression peut générer localement des contraintes de traction et de cisaillement qui doivent être prises en compte pour le calcul de la probabilité de rupture

Le volume équivalent est ainsi nul pour un champ de contrainte de compression et est toujours inférieur au volume réel du composant pour un champ de contraintes non-uniforme.

Dans le cas de la flexion quatre points, en ne considérant que les composantes de traction/compression, la partie supérieure à la fibre neutre est soumise à des contraintes de compression, sa probabilité de rupture est donc nulle. La probabilité de rupture de l'éprouvette se calcule alors à partir de la zone soumise à une contrainte de traction, dans la partie inférieure à la fibre neutre et compris entre les appuis inférieurs.

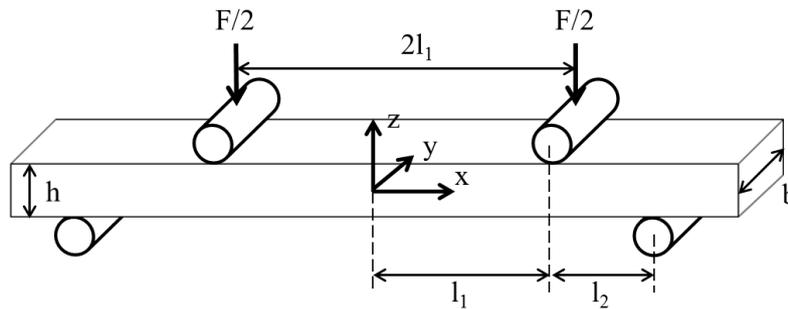


Figure 13 : Représentation d'un essai de flexion quatre points et définition des différents paramètres nécessaires au calcul du volume équivalent.

Le champ de contrainte se calcule analytiquement et est maximal dans la zone comprise entre les appuis supérieurs et en dessous de la fibre neutre. La contrainte est maximale sur la surface inférieure entre les appuis supérieurs et vaut $\sigma_{max} = \frac{Fl_2}{bh^2}$.

$$\sigma(x, y, z) = \sigma_{max} \left(\frac{2z}{h} \right) \text{ si } 0 \leq x \leq l_1 \text{ et } \sigma(x, y, z) = \sigma_{max} \left(\frac{l_2 + l_1 - x}{l_2} \right) \left(\frac{2z}{h} \right) \text{ si } l_1 \leq x \leq l_2 \quad (23)$$

Le volume équivalent de l'éprouvette en flexion quatre points s'exprime alors en combinant l'Eq. (22) et l'Eq. (23).

$$V_{Eq} = 2 \int_0^{h/2} \left(\frac{2z}{h} \right)^m b l_1 dz + 2 \int_0^{h/2} \int_0^{l_2} \left(\frac{l_2 + l_1 - x}{l_2} \right)^m \left(\frac{2z}{h} \right)^m b dx dz \quad (24)$$

Le calcul de l'Eq. (24) permet d'aboutir à l'expression générale du volume équivalent en flexion quatre points et de calculer la probabilité de rupture (Eq. (25)) pour des dimensions quelconques.

$$P(\sigma) = 1 - \exp \left[\frac{-1}{V_0} \left(\frac{\sigma_{max}}{\sigma_0} \right)^m \left(\frac{h b l_1}{(m+1)} + \frac{h b l_2}{(m+1)^2} \right) \right] \quad (25)$$

Il est intéressant de noter que le volume équivalent dépend de la valeur du module de Weibull et de la distance entre appuis.

Cette approche est valide si l'on considère les défauts critiques comme étant présents dans le volume du matériau étudié. En effet, s'ils sont présents uniquement sur la surface du composant considéré (1.II.1), l'approche de la surface équivalente est plus pertinente. Avec la même méthode que le volume équivalent, la surface équivalente se calcule à partir du champ de contrainte de traction sur les surfaces du composant.

L'utilisation du volume équivalent permet de comparer la probabilité de rupture de composants de tailles différentes, traduisant les effets d'échelles. Ces derniers traduisent une particularité des matériaux à rupture fragile : la résistance à la rupture diminue avec l'augmentation du volume du matériau soumis à des contraintes [91]. Ce phénomène s'explique par l'augmentation du nombre de défauts, probablement critiques, pour des structures de grandes dimensions. En effet, s'il y a plus de défauts critiques présents dans la structure, la résistance à la rupture diminue. Par corollaire, une pièce de petite dimension est plus résistante qu'un composant de grande taille pour un même champ de contraintes.

Considérons deux composants constitués du même matériau et de volumes différents tel que $V_1 \leq V_2$. Pour une même probabilité de rupture P, le rapport des contraintes nécessaires à appliquer sur chacun des composants pour atteindre cette probabilité P s'écrit selon l'Eq. (27) en combinant les deux expressions de la probabilité de l'Eq. (26).

$$P(\sigma_1, V_1) = 1 - \exp \left[\frac{-V_1}{V_0} \left(\frac{\sigma_1}{\sigma_0} \right)^m \right] \text{ et } P(\sigma_2, V_2) = 1 - \exp \left[\frac{-V_2}{V_0} \left(\frac{\sigma_2}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (26)$$

$$\frac{\sigma_1}{\sigma_2} = \left(\frac{V_1}{V_2} \right)^{-1/m} \quad (27)$$

Avec un module de Weibull positif et $V_1 \leq V_2$, on en déduit $\sigma_2 \leq \sigma_1$. Le composant de petites dimensions est plus résistant à la rupture que le composant de grandes dimensions. Le paramètre volume équivalent permet de rendre compte de l'effet d'échelle qui affecte les probabilités de rupture.

Les effets d'échelles sont aussi représentés si l'on considère le paramètre de surface équivalente à la place du volume équivalent : une surface de grandes dimensions contient statistiquement plus de défauts critiques qu'une surface de petites dimensions.

1.II.4.2 Influence du mode de chargement

Le volume équivalent permet de rendre compte de l'effet d'échelle causé par la variation de volume en traction uniaxiale mais aussi d'exprimer l'influence du mode de chargement [92][93] sur la probabilité de rupture. En effet, le volume équivalent est calculé à partir du volume du composant soumis à un champ de traction. Suivant le mode de chargement, le volume soumis à une contrainte de traction uniaxiale va varier et de même que la probabilité de rupture.

En suivant la méthode décrite à la section 1.II.4.1, le volume équivalent en flexion trois points peut être calculé via l'Eq. (28) en fonction de L , la distance entre les deux appuis externes.

$$V_{Eq-3pts} = \frac{Lbh}{2(m+1)^2} \quad (28)$$

Les deux volumes équivalents sont reliés pour une même probabilité par les contraintes à la rupture via l'Eq. (29)

$$\frac{\sigma_{3pts}}{\sigma_{4pts}} = \left(\frac{V_{Eq-3pts}}{V_{Eq-4pts}} \right)^{-1/m} \quad (29)$$

Dans le cas particulier d'éprouvettes de mêmes dimensions en quatre points et en trois points et une distance entre appuis externes identique, le volume équivalent en flexion trois points est plus faible qu'en flexion quatre points. Les contraintes à la rupture obtenues en flexion trois points sont plus élevées que celles déterminées en flexion quatre points.

Pour un niveau de contrainte donné, l'Eq. (29) permet alors de prédire la probabilité de rupture en flexion trois points à partir de la probabilité de rupture en flexion quatre points. Il est intéressant de constater que le module de Weibull est nécessaire pour le calcul du volume équivalent mais aussi pour le calcul de la prédiction des contraintes. Ce paramètre du matériau a alors une influence sur le dimensionnement de composants. Considérons deux composants de tailles différentes et soumis à des chargements différents mais dont les volumes équivalents respectifs sont liés par $10V_{eq1} = V_{eq2}$. Le facteur K est défini à partir de l'Eq. (29) tel que $K = \left(\frac{V_{eq1}}{V_{eq2}} \right)^{-1/m}$. Il est alors possible de calculer la variation du facteur, c'est-à-dire l'impact du mode de chargement sur les contraintes à la rupture en fonction du module de Weibull.

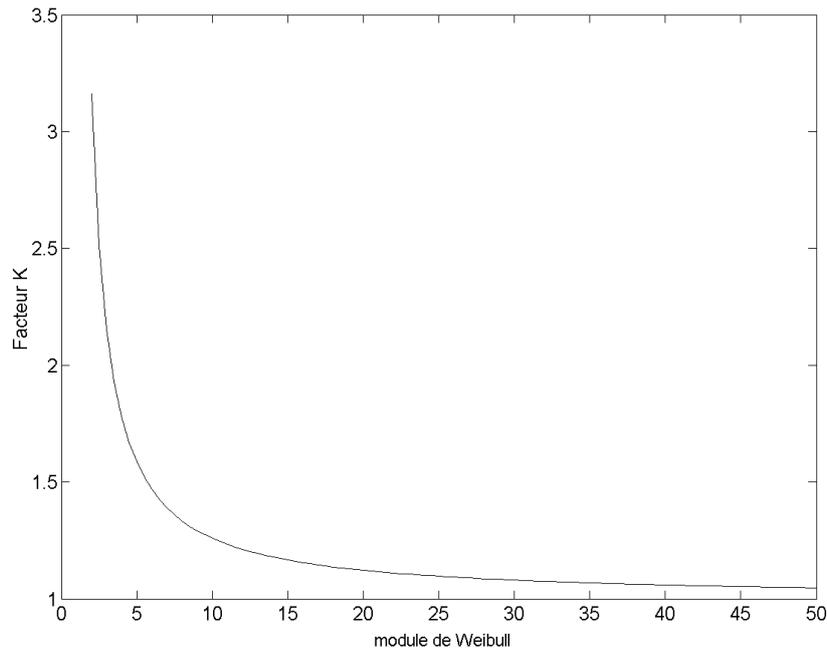


Figure 14 : Influence du module de Weibull sur les effets d'échelle

La Figure 14 permet de constater que, pour des valeurs élevées de m , le facteur K tend vers 1. C'est-à-dire que pour une valeur élevée de m , les contraintes à la rupture seront quasiment égales pour les deux composants. Ce résultat est physiquement cohérent : le module de Weibull rend compte de la dispersion des contraintes à la rupture du matériau et donc du caractère probabiliste de la rupture. Une valeur de m élevée correspond à un matériau à rupture quasi-déterministe et donc les effets d'échelles s'atténuent.

Le même raisonnement sur les prédictions peut être mené en considérant la surface équivalente à la place du volume équivalent, tel que le présentent les travaux de Fischer [94] et de Przybilla [95]. Fischer [94] propose la coque équivalente : un volume de très faible épaisseur dans lequel il considère la présence des défauts critiques. Toutes les approches sont équivalentes et le choix d'une approche est réalisée à partir de la répartition des défauts. Par exemple, si les défauts critiques sont majoritairement en surface de la structure, une approche coque ou surfacique sera pertinente.

Dans le cadre de ce travail, il a été supposé que les défauts critiques sont équitablement répartis dans le volume des structures étudiées. Une approche volumique (donc utilisant le volume équivalent) a été choisie. Il sera nécessaire de mettre en évidence les effets d'échelles pour les deux matériaux. Cela permettra de valider dans un premier temps l'utilisation du modèle de Weibull pour ces matériaux. Dans un second temps, l'utilisation de la notion de volume équivalent permettra de réaliser les prédictions de rupture des composants réels, avec des tailles et des chargements hétérogènes et de les relier avec les probabilités de rupture d'éprouvettes normalisées en chargement uniaxial.

1.II.4.3 Cas de chargements hétérogènes et multiaxiaux

Dans les sections précédentes, la variable contrainte σ était toujours rattachée à un champ de contraintes uniaxial par simplification (cas de la flexion quatre points et de la flexion trois points), notamment pour le calcul du volume équivalent. Le calcul de la probabilité de rupture s'effectue à partir d'une valeur de contrainte (Eq. (21)) et, lors d'un chargement uniaxial, la variable contrainte σ est facilement déterminée. Cependant, dans le cas de chargements biaxiaux ou triaxiaux, la variable contrainte σ ne correspond pas à une direction de sollicitation mais doit représenter l'ensemble des sollicitations qui s'appliquent sur le matériau. Il est alors nécessaire de définir une contrainte équivalente afin de calculer la probabilité de rupture dans le cas de chargement mutiaxiaux.

Une contrainte équivalente a été proposé par Freudenthal [71]. Elle repose sur le principe des actions dépendantes qui est le prolongement de la théorie du maillon le plus faible. En effet, ce principe suppose qu'un seul défaut est suffisant pour que la rupture du composant ait lieu. Cette rupture est par ailleurs indépendante de l'action des autres défauts. Le principe des actions indépendantes poursuit ce raisonnement en considérant que l'action d'une seule contrainte dans une direction est suffisante pour la rupture et qu'elle est indépendante des autres contraintes qui s'exercent.

$$P = 1 - (1 - P_1)(1 - P_2) \dots (1 - P_N) \quad (30)$$

La probabilité de rupture d'un élément s'exprime alors à partir du produit des probabilités de survie obtenues pour chaque valeur positive de contraintes $\sigma_{i,j}$ du tenseur des contraintes appliquées sur l'élément.

$$P_i = 1 - \prod_j \exp \left[\frac{V_i}{V_0} \left(\frac{\sigma_{i,j}}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (31)$$

Le tenseur des contraintes peut être réduit à ses contraintes principales σ_I , σ_{II} et σ_{III} tenant compte des différentes directions de sollicitations. La probabilité de rupture de l'élément i est alors réduite à l'Eq. (32). Si la valeur d'une contrainte principale est négative, la probabilité de rupture associée est considérée comme nulle.

$$P_i = 1 - (1 - P(\sigma_I))(1 - P(\sigma_{II}))(1 - P(\sigma_{III})) \quad (32)$$

L'expression des probabilités de rupture obtenue pour chaque contrainte principale est alors développée pour obtenir l'Eq. (33) et l'Eq. (34).

$$P_i = 1 - \exp \left[\frac{V_i}{V_0} \left(\frac{\sigma_I}{\sigma_0} \right)^m \right] \exp \left[\frac{V_i}{V_0} \left(\frac{\sigma_{II}}{\sigma_0} \right)^m \right] \exp \left[\frac{V_i}{V_0} \left(\frac{\sigma_{III}}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (33)$$

$$P_i = 1 - \exp \left[\frac{V_i}{V_0} \left(\frac{(\sigma_I^m + \sigma_{II}^m + \sigma_{III}^m)^{1/m}}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (34)$$

La contrainte équivalente de Freudenthal s'exprime alors à partir des contraintes principales positives du tenseur des contraintes et du module de Weibull du matériau (Eq. (35)).

$$\sigma_{eq} = (\sigma_I^m + \sigma_{II}^m + \sigma_{III}^m)^{1/m} \quad (35)$$

Il ne s'agit pas de l'unique contrainte équivalente définie pour la rupture fragile. D'autres ont été définies dans le cas de la propagation de fissure à partir de la contrainte normale σ_n au plan de fissure et à la contrainte de cisaillement τ s'exerçant dans le plan de fissure. Ces contraintes équivalentes distinguent le type de défaut : une entaille (fissure de Griffith) ou une cavité ellipsoïdale (« penny-shape » dans la littérature anglaise).

La contrainte normale au plan de fissure et la contrainte de cisaillement sont données par l'Eq. (36) et sont calculées à partir des contraintes principales du tenseur réduit des contraintes et des angles ψ et ϕ . Ces derniers déterminent la position de la normale dans le repère des contraintes principales.

$$\begin{aligned}\sigma_n &= \sigma_I \cos^2 \phi \cos^2 \psi + \sigma_{II} \cos^2 \phi \sin^2 \psi + \sigma_{III} \sin^2 \phi \\ \tau &= \sqrt{\sigma_I^2 \cos^2 \phi \cos^2 \psi + \sigma_{II}^2 \cos^2 \phi \sin^2 \psi + \sigma_{III}^2 \sin^2 \phi - \sigma_n^2}\end{aligned}\quad (36)$$

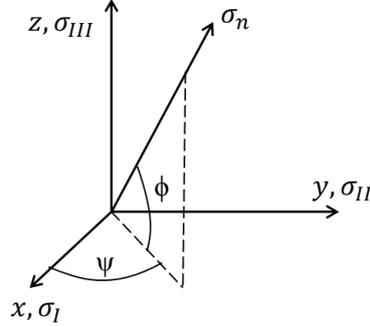


Figure 15 : Définition des angles ψ et ϕ dans le repère élémentaire des contraintes principales

Oh [96] a proposé, dans le cadre du modèle de Batdorf (1.II.3.2), une contrainte équivalente pour les entailles (Eq. (37)) et Paul [97] pour les cavités ellipsoïdales (Eq. (38)).

$$\sigma_{eq,Oh} = \frac{1}{2} \left(\sigma_n + \sqrt{\sigma_n^2 + \tau^2} \right) \quad (37)$$

$$\sigma_{eq,Paul} = \frac{1}{2} \left(\sigma_n + \sqrt{\sigma_n^2 + \frac{\tau^2}{(1 - 0,5\nu)^2}} \right) \quad (38)$$

Batdorf [77] et Kassir [98] ont introduit des contraintes équivalentes assez proches basées sur le taux de restitution d'énergie pour les entailles Eq. (39) et les cavités Eq. (40).

$$\sigma_{eq,Batdorf \text{ et Kassir}} = \sqrt{\sigma_n^2 + \tau^2} \quad (39)$$

$$\sigma_{eq,Batdorf \text{ et Kassir}} = \sqrt{\sigma_n^2 + \frac{\tau^2}{(1 - 0,5\nu)^2}} \quad (40)$$

Chao [99] propose un critère (Eq. (41)) pour extension de fissure non coplanaire avec une amorce sur une entaille ou une cavité.

$$\sigma_{eq,Chao} = (\sigma_n^4 + 6\sigma_n^2\tau^2 + \tau^4)^{1/4} \quad (41)$$

L'analyse des faciès de rupture des matériaux étudiés (3.I.2 et 3.II.2.3) n'a pas permis de révéler les types de défauts probablement responsables de la rupture de l'alumine ou de l'AlSi CE9F. Parmi toutes ces contraintes équivalentes étudiées, la contrainte de Freudenthal a l'avantage de fonctionner à l'échelle macroscopique et de ne pas considérer la structure et les caractéristiques des défauts. Il est donc pertinent de l'utiliser avec l'AlSi CE9F et la nuance d'alumine HTCC.

1.II.5 Sur la détermination des paramètres du modèle de Weibull

1.II.5.1 Passage d'un modèle à trois paramètres à deux paramètres

Le modèle de Weibull s'articule autour de trois paramètres intrinsèques au matériau. Cependant, dans la majorité des cas, la contrainte seuil σ_0 est fixée à zéro. Même pour des valeurs de contraintes appliquées faibles, il existera alors une probabilité de rupture, certes très faible, mais non nulle. Nous considérons qu'une probabilité de rupture nulle en traction n'existe pas. De plus, cette démarche conservative permet d'éliminer un paramètre à identifier lors de l'étape de détermination des paramètres de Weibull.

Cette hypothèse permet de faciliter la détermination des deux autres paramètres : le module de Weibull et le paramètre de forme. Bien que cette hypothèse éloigne le modèle de la réalité physique, Smart [100] montre que cela affecte peu les résultats de détermination des paramètres m et σ_0 pour un grand nombre de valeurs expérimentales. Lu [101] démontre que pour des campagnes d'essais avec un nombre limité d'éprouvettes, un modèle de Weibull à deux paramètres est plus adapté qu'un modèle à trois paramètres. L'incertitude de détermination des valeurs des paramètres est aussi réduite. Enfin, s'il n'y a aucune contrainte seuil, le module de Weibull déterminé est le même quel que soit le type de sollicitation pour un même matériau. A l'inverse, avec une contrainte seuil, les modules de Weibull déterminés en flexion trois points et flexion quatre points peuvent être différents [102].

1.II.5.2 Les méthodes de détermination des paramètres de Weibull

Quatre méthodes sont principalement utilisées pour déterminer les paramètres de la distribution de Weibull d'un matériau à partir de données expérimentales. La détermination correcte des paramètres de la loi de distribution est importante : mal estimés, la rupture peut être sous-estimée pour de faibles valeurs de chargement et donc amener à un mauvais dimensionnement de la structure. Pour simplifier les équations, le paramètre du volume équivalent (cf. 1.II.4) n'est pas utilisé dans les formulations des méthodes. Néanmoins, le volume équivalent doit être pris en compte lors de l'identification des paramètres.

1.II.5.2.1 Régression linéaire :

Il s'agit de la méthode la plus simple à mettre en œuvre [91]. Elle utilise la représentation graphique de la distribution des contraintes à la rupture associée à leurs estimateurs de probabilité respectifs (cf. 1.II.5.3). Il suffit de prendre deux fois le logarithme de la formule de Weibull pour obtenir l'Eq. (42).

$$\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-P}\right)\right) = m\ln(\sigma) - m\ln(\sigma_0) \quad (42)$$

Le module de Weibull correspond graphiquement à la pente de la droite tracée à partir des données expérimentales. Le paramètre de forme se déduit de l'ordonnée à l'origine.

1.II.5.2.2 La régression linéaire pondérée

Elle fut proposée par Bergman [103] qui considérait que tous les points expérimentaux n'ont pas la même importance lors de la détermination des paramètres. Les valeurs expérimentales proches de la moyenne des contraintes à la rupture sont plus importantes que les extrêmes (minimale et maximale). La théorie se base sur l'hypothèse qu'une ligne droite doit minimiser la somme pondérée des carrés des écarts des données, c'est-à-dire chercher le minimum de l'Eq. (43) où W_i est le facteur de pondération pour la $i^{\text{ème}}$ valeur expérimentale. La régression linéaire est donc un cas particulier de cette méthode où tous les W_i sont fixés à 1.

$$k^2 = \sum W_i \left[\ln \left(\ln \left(\frac{1}{1 - P_i} \right) \right) + m \ln(\sigma_0) - m \ln(\sigma_i) \right]^2 \quad (43)$$

Pour trouver le minimum de la fonction k^2 , il faut rechercher les valeurs de m et de σ_0 telles que les dérivées par rapport à m et $-\ln \sigma_0$ soient nulles. Cela amène à l'obtention des équations de l'Eq. (44) avec $X_i = \ln(\sigma_i)$ et $Y_i = \ln(-\ln(1 - P_i))$.

$$\begin{aligned} m &= \frac{\sum W_i \sum X_i Y_i W_i - \sum Y_i W_i \sum X_i W_i}{\sum W_i \sum X_i^2 W_i - (\sum X_i W_i)^2} & a. \\ -m \ln \sigma_0 &= \frac{\sum Y_i W_i - m \sum X_i W_i}{\sum W_i} & b. \end{aligned} \quad (44)$$

Bergman a proposé le calcul du facteur de pondération à partir des estimateurs de probabilité de rupture de valeurs expérimentales décrit par l'Eq. (45). Faucher et Tyson [104] ont proposé une autre formulation du facteur de pondération toujours basée sur les estimateurs de probabilité.

$$W_i = [(1 - P_i) \ln(1 - P_i)]^2 \quad (45)$$

Il est intéressant de noter que les deux méthodes de régression ont besoin des valeurs des estimateurs de probabilités de rupture de la distribution de Weibull pour déterminer les paramètres de cette dernière.

1.II.5.2.3 Méthode des moments

Les moments, en théorie statistique, sont des indicateurs sur la dispersion d'un variable aléatoire réelle. Il s'agit généralement de la moyenne (moment d'ordre 1), de la variance (moment centré d'ordre 2) et du coefficient d'asymétrie (moment centré d'ordre 3). Les moments permettent de déterminer les paramètres de la distribution que suit la variable aléatoire étudiée. Les premiers et seconds moments de la distribution de Weibull sont donnés par la valeur moyenne $\bar{\sigma}$ et par la variance S^2 .

$$\begin{aligned} S^2 &= \sigma_0^2 \left[\Gamma \left(1 + \frac{2}{m} \right) - \Gamma^2 \left(1 + \frac{1}{m} \right) \right] & a. \\ \bar{\sigma} &= \sigma_0 \Gamma \left(1 + \frac{1}{m} \right) & b. \end{aligned} \quad (46)$$

Les deux expressions de l'Eq. (46) des moments de la distribution peuvent s'exprimer à partir des deux paramètres de Weibull et de la fonction $\Gamma(x) = \int_0^{+\infty} t^{x-1} e^{-t} dt$.

$$\begin{aligned} \frac{S}{\bar{\sigma}} &= \frac{\left[\Gamma \left(1 + \frac{2}{m} \right) - \Gamma^2 \left(1 + \frac{1}{m} \right) \right]}{\Gamma \left(1 + \frac{1}{m} \right)} & a. \\ \sigma_0 &= \frac{\bar{\sigma}}{\Gamma \left(1 + \frac{1}{m} \right)} & b. \end{aligned} \quad (47)$$

Le module de Weibull est alors déduit de l'Eq. (47)-a et le paramètre de forme à partir de l'Eq. (47)-b. Cette méthode est rarement utilisée à cause principalement de sa forte dépendance au nombre de valeurs expérimentales disponibles [105].

1.II.5.2.4 Fonction du maximum de vraisemblance

C'est la méthode la plus utilisée et considérée comme étant plus la précise [91][106]. Elle a été développée par Fisher [107] en créant la fonction de vraisemblance d'une distribution statistique. Elle est définie à partir du produit des valeurs de la fonction densité d'une distribution : il s'agit de la dérivée de la distribution par rapport à sa variable aléatoire. L'Eq. (48) donne la formulation de la fonction de vraisemblance L pour la distribution de Weibull à partir des deux paramètres de Weibull et des contraintes expérimentales à la rupture σ_i .

$$L = \prod_{i=1}^n \frac{m}{\sigma_0} \left(\frac{\sigma_i}{\sigma_0} \right)^{m-1} \exp \left[- \left(\frac{\sigma_i}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (48)$$

La méthode de Fisher consiste à chercher le maximum de vraisemblance (problème d'optimisation) entre la distribution expérimentale et la distribution théorique. C'est-à-dire déterminer m et σ_0 tel que la fonction L soit maximale. Pour cela, son logarithme est dérivé (la dérivation d'une somme est plus aisée que celle d'un produit) par rapport au module de Weibull et par rapport au paramètre de forme. Les valeurs des paramètres sont déterminées lorsque les deux dérivées obtenues sont nulles (il s'agit alors d'un maximum).

$$\begin{aligned} \frac{n}{m} - n \frac{\sum_{i=1}^n \sigma_i^m \ln \sigma_i}{\sum_{i=1}^n \sigma_i^m} + \sum_{i=1}^n \ln \sigma_i &= 0 & a. \\ \sigma_0 &= \left(\sum_{i=1}^n \frac{\sigma_i^m}{n} \right)^{1/m} & b. \end{aligned} \quad (49)$$

En réajustant les formulations des dérivées, un système de deux équations à deux inconnues est alors obtenu. Bien que non linéaire, il y a une solution unique pour m car, d'un point de vue physique, le module de Weibull doit être positif. La première équation (49)-a peut être résolue par une méthode itérative (Newton Raphson) via un programme de calcul (Matlab). σ_0 est alors obtenu directement par l'Eq. (49)-b.

1.II.5.3 Influence des estimateurs de probabilités

Après une série d'essais, les valeurs des contraintes à la rupture calculées sont classées par ordre croissant afin d'être représentées graphiquement. A chaque essai est alors attribué une probabilité de rupture P_i , appelée estimateur de la probabilité de rupture. Tous les estimateurs sont biaisés [108][109]. La probabilité estimée dépend de l'estimateur choisi, de la méthode de détermination des paramètres et du nombre de données. Ainsi, le choix de l'estimateur risque de générer des erreurs et donc d'impacter sur la détermination des paramètres de la loi de distribution.

Ces estimateurs ont la forme générale suivante :

$$P_i = \frac{i - \alpha}{n + \beta} \quad (50)$$

Où α et β sont des constantes choisies dans le but de minimiser le biais sur le module de Weibull estimé \hat{m} pour un échantillonnage de n éprouvettes [110]. C'est-à-dire $\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{\hat{m}}{m} = 1$. La littérature propose plusieurs valeurs de α et β mais deux principaux estimateurs sont à considérer. Celui le plus utilisé dans les publications scientifiques actuelles [91][111][112] (Eq. (51)-a) et l'estimateur le plus biaisé (Eq. (51)-b), autrefois utilisé mais qui génère le plus d'erreurs lors de l'identification des paramètres de Weibull [112].

$$\begin{aligned} P_i &= \frac{i - 0.5}{n} & a. \\ P_i &= \frac{i}{n + 1} & b. \end{aligned} \quad (51)$$

Bergman [108] et Trustrum [91] considère que l'estimateur de l'Eq. (51)-a génère peu d'erreur d'estimation et peut être considéré comme un estimateur correct. Le choix de l'estimateur le moins biaisé possible est important car il conduit à des erreurs de calcul lors de la détermination des paramètres de Weibull et donc à une mauvaise modélisation du comportement du matériau.

L'intérêt de la méthode du maximum de vraisemblance par rapport aux méthodes de la régression linéaire est qu'elle s'affranchit de cette erreur. En effet, les estimateurs de probabilités ne sont pas utilisés dans la détermination des paramètres de Weibull.

1.II.5.4 Influence du nombre d'éprouvettes sur la détermination des paramètres de Weibull

Le choix d'une méthode de détermination adéquate est essentiel pour obtenir une estimation correcte des paramètres de Weibull. Néanmoins, à partir de simulations de type Monte-Carlo, Wu et al [113], Bergman [111], Nohut et Serkan [114] et Bermejo et al. [115] ont démontré pour différents couples de valeurs de paramètres de Weibull que le nombre d'éprouvettes influence la précision lors de la détermination des paramètres de Weibull. Des valeurs de contrainte en rupture ont été générées suivant une distribution de Weibull connue (m_0 et σ_0^{th}). Ensuite, les résultats ont été analysés par les méthodes de détermination des paramètres (maximum de vraisemblance ou régression linéaire avec l'estimateur de l'Eq. (51)-a). Des écarts entre les paramètres calculés pour un nombre défini d'éprouvettes (m et σ_0) et les paramètres théoriques (m^{th} et σ_0^{th}) ont été relevés. Bergman [111] a montré que cet écart est d'autant plus grand que le nombre d'éprouvettes est petit.

Xu [116] et Wu et al. [113] ont mis en évidence qu'à partir de 60 valeurs expérimentales, l'erreur d'estimation du module de Weibull est inférieure à 2,5% pour la méthode du maximum de vraisemblance et de l'ordre de 5% pour 30 valeurs avec la même méthode.

Plusieurs auteurs [112][113][117][118] considèrent, à partir de ces travaux, que 30 valeurs de contraintes couplées avec la méthode du maximum de vraisemblance sont suffisantes pour obtenir une estimation correcte des paramètres de la distribution de Weibull. Xu [116] affirme qu'en dessous de 20 valeurs expérimentales, les paramètres déterminés ont peu de crédit. Les auteurs affirment notamment que le module de Weibull est surestimé par la méthode du maximum de vraisemblance. Les études ont permis de mettre au point une table de correction (à partir des données de la Figure 16) de l'estimation du module de Weibull disponible dans la norme NF 843-1 [119]. Cette table permet de corriger l'erreur de surestimation.

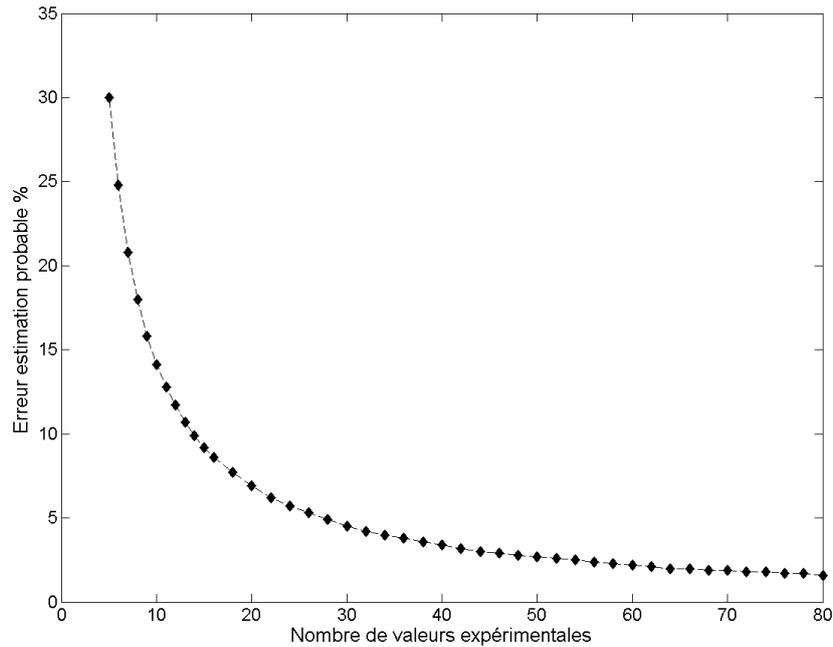


Figure 16 : Erreur d'estimation du module de Weibull en fonction du nombre d'éprouvettes avec la méthode du maximum de vraisemblance [116]

Avec la méthode du maximum de vraisemblance, le module de Weibull est obtenu en premier et permet le calcul du paramètre de forme. C'est pourquoi les études s'attardent en priorité sur la détermination du module de Weibull car une erreur sur son estimation se répercutera ensuite sur le paramètre de forme.

1.II.6 Introduction à la modélisation de la rupture fragile

De nombreux logiciels de calcul de la probabilité de rupture de structures ont été mis au point. Le logiciel le plus connu par les industriels est Weibull⁺⁺®. Il permet de déterminer les paramètres de Weibull à partir d'une distribution de valeurs expérimentales d'une variable définie. Il peut s'agir des valeurs de contraintes à la rupture ou du temps de fonctionnement avant rupture d'un produit. Il est essentiellement dédié à l'ingénierie de fiabilité.

D'autres logiciels sont spécifiquement dédiés à l'étude de la prédiction de rupture de structures mécaniques. Ils sont principalement basés sur le modèle de Batdorf ou sur le modèle de Weibull et sur la méthode des éléments finis. Le calcul de la probabilité de rupture est réalisé en post-traitement. Le problème thermomécanique est modélisé puis simulé. Le champ de contrainte obtenu est ensuite analysé par le modèle de rupture fragile choisi pour calculer la probabilité de rupture de la structure. Il existe plusieurs logiciels dont certains développés en laboratoire, par exemple : CERAM et CARES/LIFE.

Le logiciel CERAM [76] est construit sur le modèle de la contrainte élémentaire multiaxiale. Il intègre aussi le modèle de Weibull et permet de réaliser des comparaisons entre les deux distributions pour un même problème mécanique. Il est uniquement dédié à la prédiction de la rupture. La détermination des paramètres de Weibull doit être réalisée a priori par l'une des méthodes de la section 1.II.5.

CARES/LIFE [120] utilise le modèle de Weibull et celui de Batdorf pour calculer la fiabilité d'une structure. Le logiciel inclut la méthode du maximum de vraisemblance pour déterminer les paramètres de la distribution statistique. Il utilise le critère de la contrainte principale maximale et le principe d'indépendance des actions.

Il est possible d'ajouter à des codes de calculs existants (Abaqus[®], Nastran, etc..) et n'intégrant pas le calcul de la probabilité de rupture, des sous-programmes effectuant un travail similaire aux logiciels spécifiquement dédiés à l'analyse de la probabilité de rupture. L'avantage des sous-programmes est la liberté de choix. En effet, alors que les logiciels dédiés imposent un ou des modèles, cette méthode permet de créer un programme à partir d'un modèle désiré. Le choix d'un critère de contrainte équivalente et d'une approche volumique ou surfacique est aussi possible. Ce type de démarche est souvent disponible et explicitée dans les mémoires de thèse.

Par exemple, Hild [41] a mis en place, dans un premier temps, une approche locale de la rupture fragile, couplée avec des phénomènes d'endommagement. Il a pu identifier, à partir de retours d'expérience industriels, la taille des défauts lors de la rupture d'une structure. Cela lui a permis de créer un modèle basé sur un défaut représentatif de forme sphérique. L'auteur a ensuite pu étudier l'influence de la concentration des défauts sur la probabilité de rupture, à la fois leur nombre dans un volume donné et les effets de la concentration de défauts dans une partie du matériau.

Dans un second temps, Hild s'est consacré au calcul de la probabilité de rupture d'une structure à partir du modèle de Weibull et d'un modèle basé sur une fonction de densité de défauts qu'il a proposée à partir de ses résultats expérimentaux (fonction bêta de la section 1.II.3.3). Les deux modèles sont utilisés avec le critère de la contrainte principale maximale. Il a étudié l'influence des différents paramètres de sa fonction de densité de défaut sur la probabilité de rupture et des effets de volume.

Deschaux-Beaume [121] a réalisé des simulations par la méthode des éléments finis en utilisant le logiciel POLLUX[®] pour le cas de céramiques à base de nitrure de silicium utilisées pour des outils de matricage isotherme. Le modèle de Weibull a été utilisé avec le critère de la contrainte principale maximale dans un premier temps, puis avec celui de la contrainte équivalente de Freudenthal. Les résultats obtenus étaient sensiblement les mêmes pour les deux critères. Le modèle a été validé par comparaison avec des essais expérimentaux. L'auteur a aussi montré que le nombre d'éléments du modèle impactait la valeur de la probabilité de rupture de la structure modélisée. A noter que la modélisation reposait sur le principe de la surface équivalente donc sur une approche surfacique de la rupture.

Nazaret [92] a intégré au code de calcul Abaqus[®] des sous-programmes de calcul de la probabilité de rupture d'une structure basé sur le modèle de Weibull et sur la contrainte équivalente de Freudenthal. Le modèle avait été notamment utilisé dans le cadre du dimensionnement de matrices en céramique. Les effets de volume avaient été étudiés, ainsi que l'impact sur la probabilité de rupture du type d'éléments choisis pour la modélisation. Il avait démontré que le type d'interpolation, linéaire ou quadratique, pour des problèmes mécaniques à deux dimensions, influe sur la valeur de la probabilité de rupture. L'erreur sur l'estimation de la probabilité de rupture était plus faible avec des éléments à interpolation quadratique qu'avec des éléments à interpolation linéaire.

CHAPITRE 2	METHODES DE CARACTERISATION DES MATERIAUX.....	45
2.I	CARACTERISATION PAR ANALYSE STATISTIQUE DE LA RESISTANCE A LA RUPTURE.....	45
2.I.1	<i>Essais de flexion quatre points.....</i>	45
2.I.2	<i>Essais de flexion trois points.....</i>	47
2.I.3	<i>Campagnes d'essais de flexion quatre points à -50°C et à 130°C.....</i>	48
2.I.4	<i>Détermination des paramètres de Weibull.....</i>	49
2.I.5	<i>Essais sur éprouvettes technologiques.....</i>	52
2.I.5.1	<i>Flexion quatre points sur éprouvettes percées.....</i>	53
2.I.5.2	<i>Flexion sur éprouvettes vissées avec effort de serrage imposé.....</i>	53
2.I.5.3	<i>Flexion quatre points sur éprouvettes « en T ».....</i>	54
2.I.5.4	<i>Triaxialité et champs hétérogènes.....</i>	55
2.II	CARACTERISATION DES PROPRIETES ELASTIQUES.....	56
2.II.1	<i>Résonance acoustique.....</i>	56
2.II.2	<i>Essais de DMA (Dynamic mechanical analysis).....</i>	58
2.II.3	<i>Essais dilatométriques et détermination du coefficient de dilatation thermique (CTE).....</i>	59
2.II.4	<i>Nano-indentation de Berkovich et mesure locale du module d'élasticité.....</i>	60
2.III	CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE.....	61
2.III.1	<i>Observations au microscope électronique à balayage (MEB).....</i>	61
2.III.2	<i>Analyse par diffraction des rayons X (DRX) et détermination des contraintes internes....</i>	64
2.III.2.1	<i>Identification de phases par analyse DRX.....</i>	64
2.III.2.2	<i>Détermination des contraintes internes.....</i>	65
2.III.2.3	<i>Détermination de la microdéformation et de la taille de cristallite.....</i>	68
2.III.3	<i>Analyse par EBSD (Electron BackScattered Diffraction).....</i>	69
2.III.4	<i>Méthode des Intercepts.....</i>	70

Chapitre 2 Méthodes de caractérisation des matériaux

Ce chapitre est destiné à présenter l'ensemble des techniques de caractérisation utilisées dans le cadre de ce travail. Les méthodes de caractérisation thermomécanique sont exposées dans un premier temps, notamment les modes opératoires des essais de flexion et les géométries des éprouvettes. Ces moyens permettent de déterminer les propriétés élastiques, le coefficient de dilatation, la contrainte à la rupture et les paramètres de Weibull des matériaux étudiés, dans la gamme de températures d'utilisation. Dans un deuxième temps, les méthodes de caractérisation de la microstructure et de son évolution sont détaillées : la microscopie électronique à balayage, la diffraction des rayons X, les mesures des contraintes résiduelles et l'EBSD. L'objectif de ces caractérisations est de mettre en évidence les relations microstructures-propriétés, notamment pour l'AlSi CE9F.

2.I Caractérisation par analyse statistique de la résistance à la rupture

2.I.1 Essais de flexion quatre points

Il est difficile de caractériser le comportement de matériaux à rupture fragile ainsi que leurs propriétés mécaniques par une analyse déterministe à cause de la grande dispersion des contraintes à la rupture généralement observées sur ce type de matériau. Une analyse statistique est alors nécessaire. Dans le cadre de la présente étude, la théorie de Weibull a été choisie. La flexion 4 quatre points a notamment été mise en œuvre pour caractériser le comportement fragile du matériau et de permettre de déterminer les paramètres de Weibull, caractérisant le comportement fragile du matériau étudié.

L'ensemble des campagnes d'essais de flexion quatre points a été réalisé sur une machine électromécanique Instron de modèle 5800R avec une cellule de force de 30kN. Un montage articulé de flexion quatre points/trois points de la société Discaptelec a été utilisé. (Figure 17).

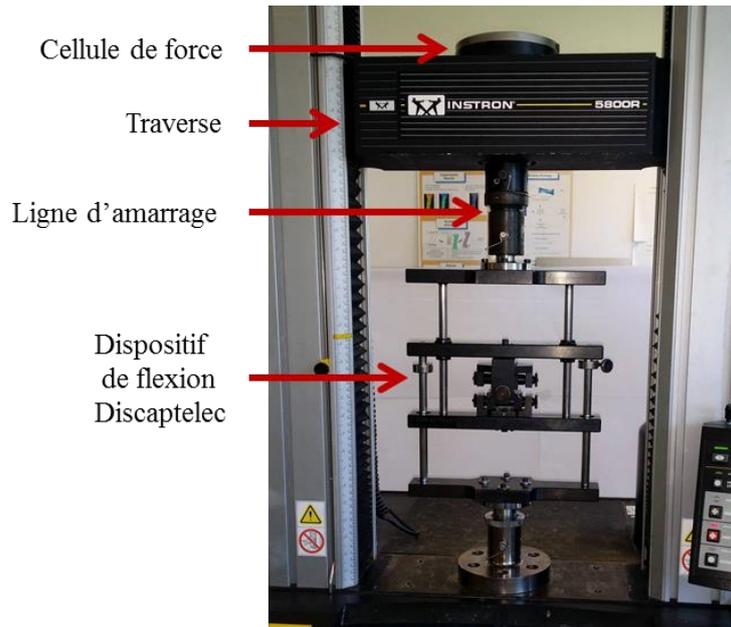


Figure 17 : Photographie de la machine d'essai Instron 5800R avec le dispositif de flexion quatre points

Ce montage répond à la norme NF 843-1 [119]. Tous les appuis cylindriques doivent être parallèles afin de limiter les sollicitations de torsion dans l'éprouvette. Enfin, les cylindres sont reliés à l'ensemble du montage par une liaison pivot, leur laissant un degré de liberté dans la direction longitudinale de l'éprouvette, toujours dans l'optique de réduire les sollicitations de torsion.

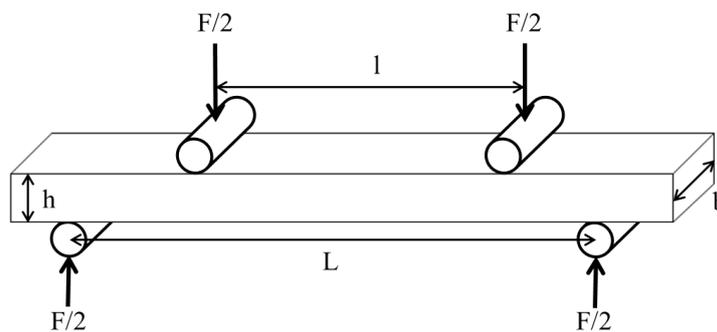


Figure 18 : Schéma général de l'essai de flexion quatre points

Les géométries parallélépipédiques des éprouvettes sont alors imposées par le montage et deux tailles sont possibles pour l'étude des matériaux :

- Eprouvettes de petites dimensions $25 \times 2,5 \times 2 \text{ mm}^3$
- Eprouvettes de grandes dimensions $45 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$

Elles sont découpées par scie rotative diamantée à partir de plaque de brut d'AlSi CE9F avec une précision de 0,01 mm.

Les distances entre les appuis internes et externes sont alors fixées en fonction de la géométrie utilisée. La distance L caractérisant l'espace entre les deux appuis inférieurs (Figure 18) est égale à 20 mm et la distance entre les appuis supérieurs l à 10 mm dans le cas d'essais sur les éprouvettes de petites dimensions. Dans le deuxième cas avec les éprouvettes de grandes dimensions, L est fixé à 40 mm et l à 20 mm avec une précision de $\pm 0,5 \text{ mm}$.

Après avoir assuré l'orthogonalité de l'éprouvette par rapport aux appuis, l'essai est lancé avec une vitesse de déplacement de la traverse de $0,5 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$. L'objectif est d'obtenir la rupture entre 5 à 15 secondes après le début de la mise en charge. La cellule de force de la machine d'essai mesure alors l'effort avec un échantillonnage de 100 Hz et une incertitude de $\pm 5 \text{ N}$. La valeur d'un effort à la rupture d'une éprouvette est rejetée, c'est-à-dire considérée comme invalide, si la rupture a lieu à l'extérieur des appuis supérieurs comme schématisé sur la Figure 19.

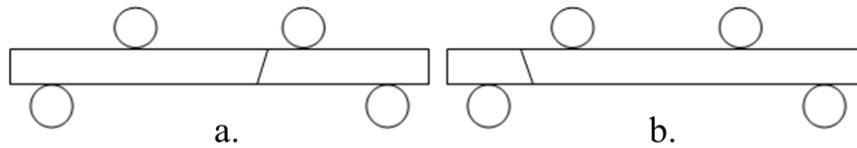


Figure 19 : Schémas d'une rupture retenue (a.) et d'une rupture rejetée (b.)

Les résultats des campagnes seront analysés dans le cadre de la théorie de l'élasticité des poutres. La contrainte à la rupture sera déterminée par l'Eq. (52) avec b la largeur de l'éprouvette, h son épaisseur, F l'effort à la rupture relevé, L la distance entre les appuis inférieurs et l la distance entre les appuis supérieurs.

$$\sigma = \frac{3F(L - l)}{2bh^2} \quad (52)$$

Ainsi, pour chaque campagne d'essais, une distribution des contraintes à la rupture sera obtenue avec une incertitude maximale de $\pm 2 \text{ MPa}$ (principalement due à l'incertitude de mesure de l'effort), afin de déterminer les paramètres de Weibull des différents matériaux. A noter que la déformation de l'échantillon n'est pas mesurée lors des essais de flexion. En revanche, il est possible de calculer la flèche en fonction de la géométrie de l'éprouvette (b et h), de l'effort à la rupture F , du module d'Young du matériau E et des distances inter appuis (L et l) selon l'Eq. (53).

$$f = \frac{F}{E} \frac{1}{8bh^3} (L - l)(2L^2 + 2Ll + l^2) \quad (53)$$

2.I.2 Essais de flexion trois points

Les campagnes d'essais de flexion trois points sont aussi réalisées selon la norme NF 843-1. Le montage de la société Discaptelec permet aussi de réaliser la flexion pour les deux géométries d'éprouvettes normalisées.

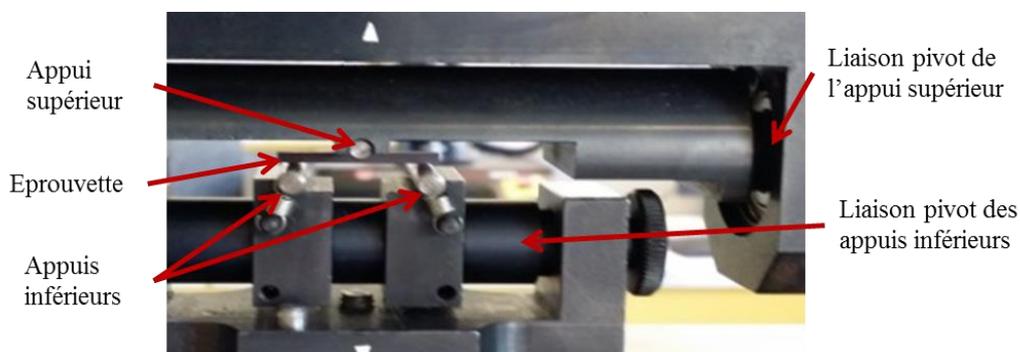


Figure 20 : Photographie du dispositif de flexion trois points

De la même manière que pour les campagnes de flexion quatre points, la cellule de force relève l'effort exercé sur les éprouvettes et le déplacement de la traverse du montage. La contrainte à la rupture en flexion trois points (Figure 21) est alors calculée via l'Eq. (54).

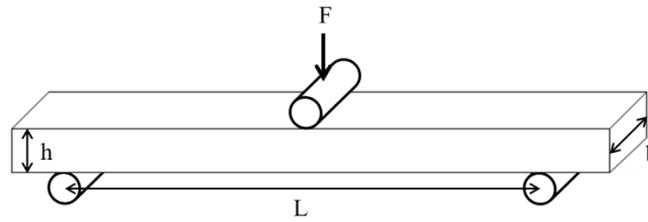


Figure 21 : Schéma général de l'essai de flexion trois points.

$$\sigma_{max} = \frac{3FL}{2bh^2} \quad (54)$$

Pour chaque campagne d'essais, une distribution des contraintes à la rupture est obtenue avec une incertitude maximale de 7 MPa. Les paramètres de Weibull peuvent être aussi déterminés à partir des résultats de ce type d'essai et être comparés avec ceux déterminés en flexion quatre points afin de mettre en évidence les effets de volume. Deux tailles d'éprouvettes ont été utilisées pour la flexion trois points élaborées avec le même protocole d'usinage et les mêmes tolérances que les éprouvettes de flexion quatre points.

- Eprouvettes de petites dimensions : $25 \times 2,5 \times 2 \text{ mm}^3$, les appuis inférieurs sont alors distants de 20 mm.
- Eprouvettes de grandes dimensions : $45 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$, la distance L est alors fixée à 40 mm.

2.1.3 Campagnes d'essais de flexion quatre points à -50°C et à 130°C

Des campagnes d'essais de flexion quatre points à -50°C et à 130°C ont été effectuées pour déterminer l'influence de la température sur les propriétés mécaniques de l'AlSi CE9F, notamment sur les paramètres de Weibull. Les essais ont été réalisés sur une machine de traction hydraulique MTS 810-50kN avec le dispositif Discaptelec précédemment décrit.

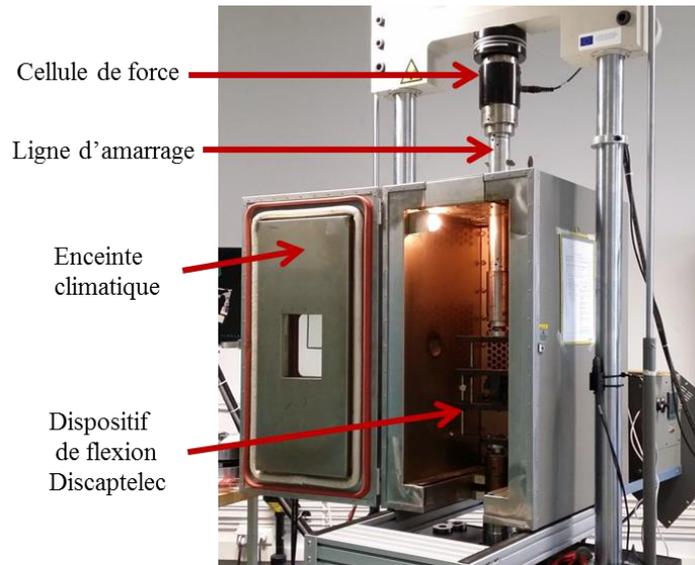


Figure 22 : Photographie du montage de flexion quatre points dans l'enceinte climatique

Le montage de flexion est placé à l'intérieur d'une enceinte thermique MTS (gamme de température [-50°C, 300°C]). Pour les essais de flexion quatre points à -50°C, un flux d'azote gazeux vient refroidir l'ensemble dispositif/éprouvettes sans échangeur thermique.

Pour chaque campagne, les éprouvettes sont préalablement placées dans l'enceinte mais hors du dispositif afin qu'elles soient à la température de 130°C ou de -50°C. La température d'essai est mesurée à l'aide d'un thermocouple soudé sur un fragment d'éprouvette d'AlSi CE9F provenant des essais à 20°C. Ce dernier est placé juste à proximité des appuis inférieurs du dispositif de flexion afin de fournir une mesure de la température aussi proche que possible de celle de l'éprouvette testée, sans avoir à instrumenter chaque éprouvette.

Avant de démarrer l'essai de flexion, qui dure entre 5 et 15 secondes, la stabilisation de la température donnée par le thermocouple doit être attendue afin de s'assurer que l'essai de flexion est bien réalisé à la température désirée.

L'essai de flexion se déroule par la suite de la même manière que ceux réalisés à température ambiante. Les résultats sont ensuite dépouillés de la même manière.

2.I.4 Détermination des paramètres de Weibull

Il a été présenté dans la section 1.II.5 différentes méthodes pour déterminer les paramètres de Weibull à partir d'une distribution expérimentale de valeurs de contraintes à la rupture. L'étude bibliographique a permis de mettre en évidence que la méthode du maximum de vraisemblance est la plus précise.

Basée sur la fonction de densité de la distribution de Weibull, deux équations non-linéaires sont obtenues pour déterminer les paramètres.

$$\frac{n}{m} - n \frac{\sum_{i=1}^n \sigma_i^m \ln \sigma_i}{\sum_{i=1}^n \sigma_i^m} + \sum_{i=1}^n \ln \sigma_i = 0 \quad (55)$$

$$\sigma_0 = \left(\text{Veq} \sum_{i=1}^n \frac{\sigma_i^m}{n} \right)^{1/m} \quad (56)$$

L'Eq. (55) admet une solution unique. Mathématiquement, l'équation admet deux solutions de signes opposés mais le module de Weibull m doit être positif pour garder son sens physique. Mais l'Eq. (55) ne peut être résolue que de manière approximative via des itérations. Dans le cadre de ces travaux, la méthode de résolution de Newton-Raphson a été utilisée. Elle permet de résoudre une équation non-linéaire à partir de sa fonction dérivée.

Soit une fonction $f(x)$, dérivable sur son intervalle de définition, ici sur les nombres réels positifs et x appartenant à cet intervalle. Nous cherchons α tel que $f(\alpha) = 0$, c'est-à-dire la position de l'intersection entre la représentation graphique de la fonction et l'axe des abscisses, tel que le présente la Figure 23.

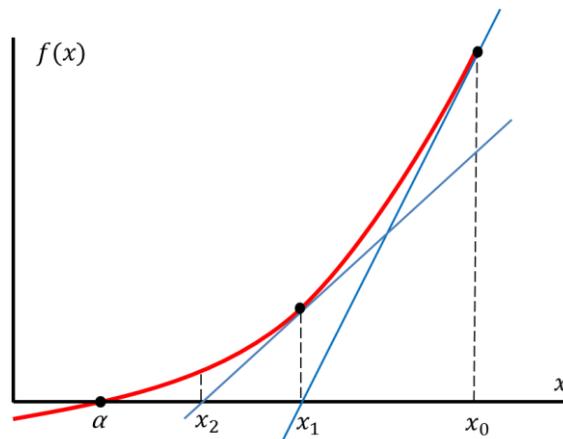


Figure 23 : Représentation graphique de la méthode de Newton-Raphson

Un point d'initialisation est arbitrairement choisi. Les valeurs du module de Weibull sont généralement comprises entre 1 et 50, la valeur du point d'initialisation se situe donc dans cet intervalle afin de diminuer le nombre d'itérations. La valeur de la tangente de la fonction à ce point d'initialisation est calculée. Une valeur de x_k correspondant à l'intersection de la tangente avec l'axe des abscisses est déterminée par l'Eq. (57), équation générale d'une tangente à une courbe.

$$f(x_k) + f'(x_k)(x - x_k) = 0 \quad (57)$$

Cette valeur déterminée devient alors le nouveau point d'initialisation pour calculer à nouveau la tangente. Une suite est donc construite où chaque nouvelle valeur de x_k tend vers la valeur de α . La suite est donc convergente.

$$x_{k+1} = x_k - \frac{f(x_k)}{f'(x_k)} \quad (58)$$

Bien que convergente, la suite n'atteindra pas la valeur exacte de α en un nombre fini d'itérations. Il faut alors définir une précision acceptable de détermination : l'erreur $|x_{k+1} - x_k|$. Si la valeur de l'erreur atteint la valeur de précision définie initialement, alors le calcul s'arrête. Le dernier x_k calculé est alors la valeur retenue de α . Une erreur de 10^{-8} a été arbitrairement choisie. Le calcul réalise en moyenne 6 itérations avant d'atteindre cette valeur d'erreur.

Une fois la valeur de m estimée, l'Eq. (56) permet de déterminer le facteur d'échelle en prenant en compte les effets de volume par le calcul du volume équivalent (V_{eq} dans l'Eq. (56) dont la valeur dépend du module de Weibull calculé).

Cependant, la méthode du maximum de vraisemblance est une méthode de résolution d'une fonction continue à partir de valeurs expérimentales et donc discrètes. Il y a donc une différence entre les valeurs déterminées des paramètres et leurs valeurs réelles (1.II.5.4). Cette différence, aussi appelée biais d'estimation, peut être rectifiée par des tables. Ces dernières sont disponibles dans la norme NF 843-5 [122] et ont été réalisées grâce à des simulations de Monte-Carlo. Une valeur corrective b est donc apportée à pour rectifier la valeur du module de Weibull déterminée \hat{m} .

$$m = \hat{m}b \quad (59)$$

De plus, afin de s'assurer de la validité des paramètres calculés, le test statistique d'indépendance du χ^2 (noté χ^2) est utilisé selon l'Eq. (60). Il permet de comparer les valeurs des contraintes théoriques obtenues avec les paramètres de Weibull déterminés à partir des valeurs expérimentales.

$$\chi^2 = \sum_{i=1}^n \frac{(\sigma_{Théorique,i} - \sigma_{Experimentale,i})^2}{\sigma_{Théorique,i}} \quad (60)$$

La valeur du χ^2 obtenue est confrontée à une valeur critique disponible dans des tables [123]. Si χ^2 est supérieur à la valeur critique de la table dépendant du nombre de valeurs expérimentales et de l'intervalle de confiance désiré alors la distribution théorique supposée et les valeurs expérimentales sont indépendantes. Ce test a l'intérêt d'être simple à mettre en place dans un code de calcul. Il permet alors d'estimer les différences entre plusieurs résolutions.

Un programme fonctionnant dans l'environnement Matlab a alors été codé pour déterminer les paramètres de Weibull avec la méthode du maximum de vraisemblance en utilisant la méthode de Newton-Raphson et en intégrant directement dans le code les tables de correction du biais ainsi que le test statistique du χ^2 .

Cette méthode de détermination de paramètres de Weibull a été éprouvée sur plusieurs distributions de contrainte à la rupture disponibles dans la littérature et comparée avec la méthode de régression linéaire, très utilisée (Tableau 4). Les différentes méthodes sont comparées à l'aide du χ^2 . Les résultats obtenus montrent que plus la valeur de ce paramètre est faible, plus l'estimation des paramètres de Weibull est juste.

Cas de la littérature		Régression linéaire	Maximum de Vraisemblance sans correction	Maximum de Vraisemblance avec correction
Cas d'une silice vitreuse Zyarock® [92] 16 valeurs	m	14,67	16,79	15,25
	σ_0 (MPa)	20,50	20,49	20,44
	χ^2	0,25	0,15	0,09
Cas d'un ZrO ₂ -TiB ₂ [106] 22 valeurs	m	8,82	7,01	6,57
	σ_0 (MPa)	1198	1174	1170
	χ^2	3	0,6	0,5
Cas d'un verre [116] 30 valeurs	m	10,85	10,69	10,32
	σ_0 (MPa)	64,71	64,64	64,62
	χ^2	0,44	0,39	0,32

Tableau 4 : Comparaison des valeurs des paramètres de Weibull identifiés selon les méthodes de la régression linéaire et du maximum de vraisemblance sans et avec correction du biais

Les résultats du Tableau 4 démontrent la pertinence de l'utilisation du maximum de vraisemblance au lieu de la régression linéaire en raison des valeurs du test χ^2 du plus faible avec la première méthode, mais aussi la nécessité des facteurs correctifs afin d'affiner l'estimation des paramètres de Weibull.

2.I.5 Essais sur éprouvettes technologiques

Plusieurs campagnes d'essais sur des éprouvettes dénommées technologiques ont été réalisées. Leurs géométries, particulières par rapport à des éprouvettes normées, représentent des formes spécifiques à des zones de boîtiers destinés à accueillir des dispositifs électroniques spatiaux. Ces éprouvettes ont pour mission de remplir deux objectifs.

L'objectif scientifique est de vérifier le critère de la contrainte équivalente à la rupture. En effet, pour les cas de flexion quatre points et trois points, il est possible de négliger les composantes du tenseur des contraintes autres que la composante de traction/compression associée au moment de flexion. Le chargement peut être considéré alors uniaxial pour lequel il n'est pas utile d'avoir recours à une contrainte équivalente. Dans le cas de champs de contraintes multiaxiaux, conséquence de singularités géométriques (trou et congés par exemple), le chapitre bibliographique (1.II.4.3) a permis de mettre en valeur différentes contraintes équivalentes pour le calcul de la probabilité de rupture. Pour la présente étude, la formulation proposée par Freudenthal a été choisie. Ces essais permettront de conforter ce choix.

L'objectif industriel est de caractériser par des sollicitations mécaniques la résistance de certaines géométries spécifiques des boîtiers sans passer par une campagne d'essai sur un boîtier réel.

Plusieurs formes ont alors été retenues avec une sollicitation correspondante. Elles permettent de caractériser la résistance de zones critiques du boîtier, notamment les pattes de fixations.

2.1.5.1 Flexion quatre points sur éprouvettes percées

Il s'agit d'une éprouvette de flexion ayant des dimensions proches d'une patte de fixation de boîtier. A cause des variations de température et des différences de dilatations entre le boîtier et son support créant un effet bilame, elles sont fortement sollicitées en traction et en compression. Il s'agit de caractériser la résistance du matériau avec un perçage, en considérant des dimensions correspondantes à la fixation du boîtier, sous la sollicitation la plus critique, c'est-à-dire en flexion. Afin de réellement caractériser l'effet du perçage sur la résistance à la rupture, ce dernier est placé au centre de l'éprouvette, là où les contraintes sont maximales. Une concentration de contrainte au niveau du perçage, avec un plan de rupture, est donc attendue.

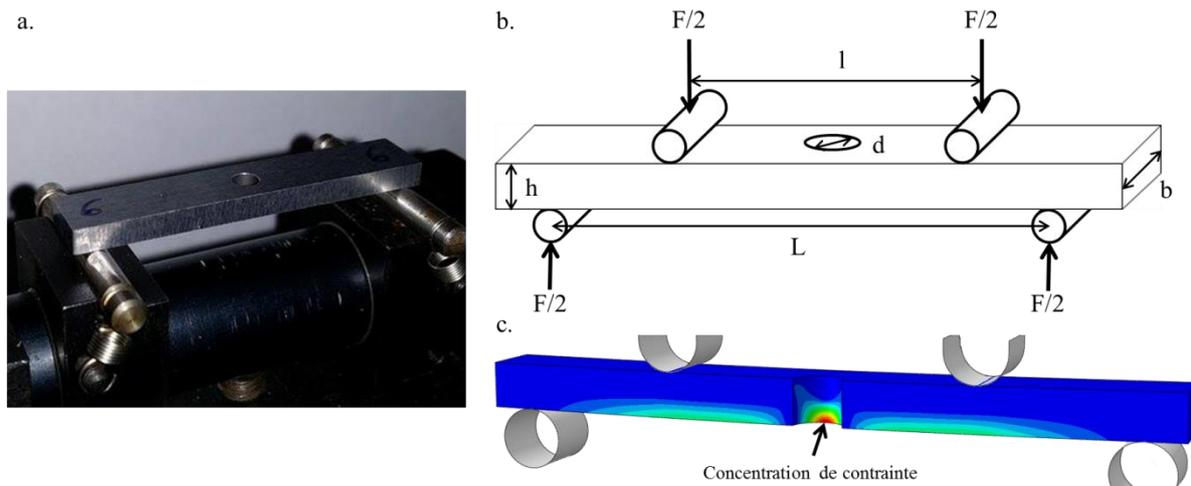


Figure 24 : Photographie de l'éprouvette technologique (a.), représentation schématique de la flexion quatre points sur éprouvette avec perçage central (b.) et représentation d'une coupe dans le sens longitudinal du champ de contrainte équivalente de Freudenthal calculé par Abaqus® (c.)

Les dimensions retenues sur la Figure 24 sont une épaisseur h de 3 mm, une largeur b de 8,2 mm et un diamètre du perçage d égal à 3,2 mm, avec une distance entre les appuis supérieurs l de 20 mm et inférieurs L de 40 mm. Les éprouvettes sont découpées à partir de plaques d'AlSi par scie diamantée.

2.1.5.2 Flexion sur éprouvettes vissées avec effort de serrage imposé

Cette campagne d'essai est une variante de la flexion des éprouvettes percées mais avec l'ajout de contraintes de compression. Le boîtier est maintenu sur son support par des vis au niveau des pattes de fixation avec un effort de serrage imposé. Ce dernier génère des contraintes de compression en plus des composantes issues de la sollicitation subie par le boîtier. Le champ de contrainte au niveau des pattes de fixation est alors complexe. L'objectif de cette campagne est de reproduire le champ de contrainte dû au serrage des vis, en imposant un effort de serrage connu et d'amplitude égale à celui présent sur les boîtiers. La présence du perçage et du couple de serrage de la vis créent alors un champ de contrainte complexe (compression et cisaillement) au niveau du perçage que la contrainte équivalente doit pouvoir reproduire.

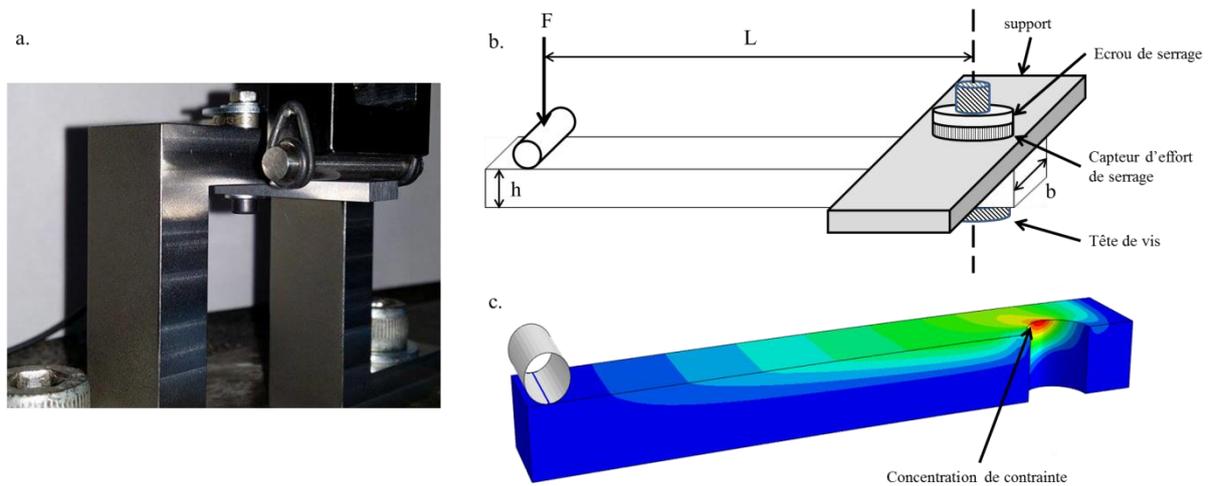


Figure 25 : Photographie de l'éprouvette technologique (a.), représentation schématique de l'essai de flexion sur éprouvette avec couple de serrage imposé (b.) et représentation en coupe du champ de contrainte équivalente de Freudenthal (c.) calculé par Abaqus® (la vis, le capteur et le support ne sont pas représentés par souci de lecture)

La distance L sur la Figure 25 définit la distance entre l'axe de la vis de serrage et le point d'application de l'effort. Elle est fixée à 25 mm. L'éprouvette possède des dimensions proches de celles de l'éprouvette avec un perçage central (cf. 2.I.5.1) : une largeur b de 8,2 mm, une épaisseur h de 3 mm mais est plus courte (longueur totale de 35 mm). Le perçage est positionné à 4,1 mm de l'extrémité libre de l'éprouvette (Figure 25). Les éprouvettes sont découpées à partir de plaques brutes d'AlSi par scie diamantée.

2.1.5.3 Flexion quatre points sur éprouvettes « en T »

Les campagnes précédentes (flexion quatre points et éprouvettes percées) permettent de caractériser la résistance du fond et des pattes de fixation du boîtier. Cependant, le boîtier est aussi constitué d'éléments verticaux. L'interface entre les murs et le fond, le rayon de raccordement, sera aussi fortement sollicitée par les variations de température. Un champ de contraintes multiaxial est attendu dans la zone proche du rayon de raccordement du « T » avec le reste de l'éprouvette.

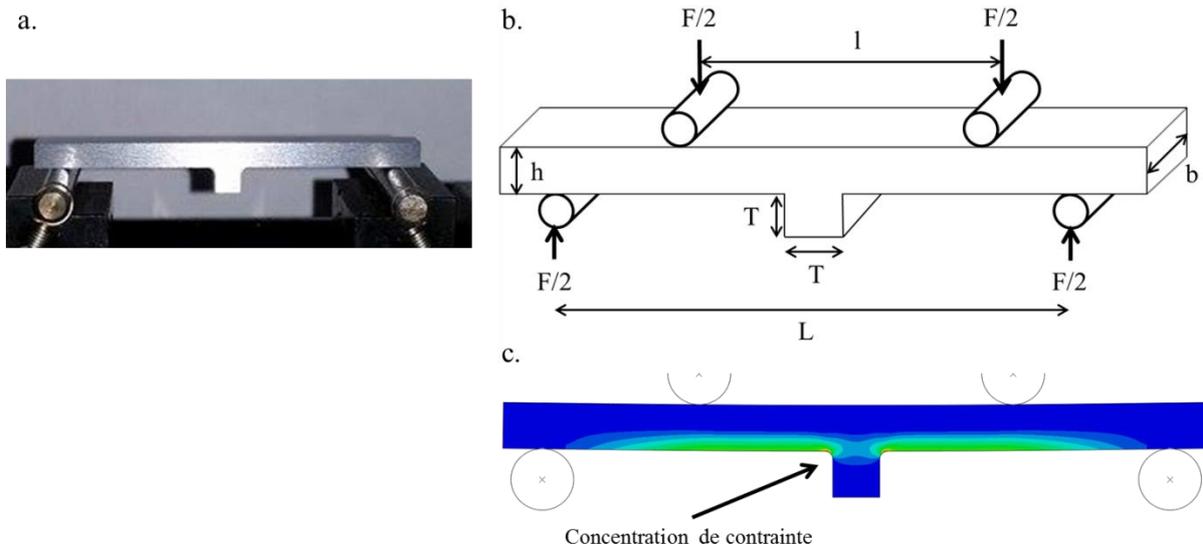


Figure 26 : Photographie de l'éprouvette technologique (a.), représentation schématique de l'essai de flexion quatre points sur éprouvette en « T » (b.) et représentation en coupe du champ de contrainte équivalente de Freudenthal (c.) calculé par Abaqus®.

Les dimensions données sur la Figure 26 sont une épaisseur \$h\$ de 3 mm, une largeur \$b\$ de 4 mm et une dimension \$T\$, hauteur ainsi que largeur du mur, de 3mm, avec une distance entre les appuis supérieurs, \$l\$ de 20 mm et inférieurs \$L\$ de 40 mm. Il s'agit en fait d'une éprouvette de flexion quatre points normée avec ajout d'un mur. Le rayon de raccordement entre le mur et le reste de la géométrie est de 1mm, afin de correspondre aux rayons présents sur les géométries réelles de boîtiers. L'usinage du \$T\$ de l'éprouvette est réalisé par fraisage à partir d'un brut d'AlSi. Les éprouvettes sont par la suite découpées par scie diamantée aux dimensions désirées.

2.1.5.4 Triaxialité et champs hétérogènes

L'aspect multiaxial du champ de contrainte peut être caractérisé par le taux de triaxialité défini à partir de la contrainte isostatique et de la contrainte équivalente de Von Mises.

$$\eta = \frac{\frac{1}{3} \text{tr}(\bar{\sigma})}{\sqrt{\frac{3}{2} (\bar{\sigma} - \frac{1}{3} \text{tr}(\bar{\sigma})) : (\bar{\sigma} - \frac{1}{3} \text{tr}(\bar{\sigma}))}} \quad (61)$$

Lorsque le taux de triaxialité est égal à 0,33 ou -0,33 (cas d'une flexion quatre points ou trois points), le champ de contraintes est parfaitement uniaxial. En revanche, lorsque le cisaillement prédomine dans le champ de contraintes, les valeurs de taux sont comprises entre -0,33 et 0,33. Pour un taux de triaxialité de 0, il y a uniquement du cisaillement. Enfin, pour des valeurs de taux supérieures à 0,33 (ou inférieures à -0,33), le champ de contraintes est multiaxial avec une présence de cisaillement. Plus la valeur du taux de triaxialité est élevée en valeur absolue, plus le cisaillement devient faible devant les contraintes isostatiques. Le taux de triaxialité a été calculé pour l'ensemble des éprouvettes technologiques et les valeurs extrêmes sont représentées dans le Tableau 5.

Eprouvette	percée	vissée	En T
Taux de triaxialité	De -0,4 à 1,2	De -0,7 à 1	De -0,5 à 0,8
Taux de triaxialité au point de contrainte équivalente maximale	0,34	0,34	0,4

Tableau 5 : Variation du taux de triaxialité des éprouvettes technologiques

Le Tableau 5 présente la variation du taux de triaxialité pour chacune des éprouvettes technologiques. Les valeurs maximales et minimales de chacun des essais diffèrent et elles permettent de constater que chaque essai possède un champ de contraintes hétérogène et différent d'une forme à l'autre. Les représentations graphiques du taux de triaxialité sont explicitées dans le chapitre 4 et diffèrent d'un champ uniaxial. Les sollicitations en compression sont représentées par des taux négatifs, importantes dans le cas de l'éprouvette vissée. Les valeurs absolues du taux sont majoritairement inférieures à 1, montrant la présence non négligeable de contraintes de cisaillement dans les éprouvettes.

Le Tableau 5 démontre alors le caractère multiaxial des essais et la nécessité d'utiliser une contrainte équivalente. Comme le choix de la contrainte équivalente de Freudenthal est arbitraire, il est nécessaire de valider son utilisation en confrontant les résultats de simulations avec les résultats expérimentaux. La mise en œuvre et le calcul de la contrainte équivalente par simulation sont explicités dans le chapitre 4.

2.II Caractérisation des propriétés élastiques

2.II.1 Résonance acoustique

La résonance acoustique est une méthode de mesure non-destructive. Elle permet de déterminer le module d'Young et le coefficient de Poisson d'un échantillon avec une grande répétabilité. La mesure repose sur les principes de propagation d'une onde élastique dans un milieu continu. L'échantillon est sollicité par une impulsion et sa réponse sonore est enregistrée par l'intermédiaire d'un microphone. Les fréquences sonores enregistrées sont analysées par transformées de Fourier et assimilées aux fréquences propres de l'échantillon. A noter que la méthode et le montage RFDA de la société IMCE utilisés suivent la norme ASTM E1876-09 : le microphone couvre une gamme allant de 20 Hz à 50 kHz, l'énergie d'impact peut être réglée et le support isole l'échantillon de toute vibration extérieure. Enfin, il faut réaliser au moins successivement 5 mesures de fréquence avec moins d'un pourcent de variation pour calculer la valeur du module d'Young.

L'échantillon est analysé sous deux configurations présentées sur la Figure 27. La première favorise un mode de flexion pure particulièrement sensible au module d'Young. La seconde favorise un mode de torsion plus sensible au module de Coulomb et donnant accès au coefficient de Poisson. La mesure du module d'Young, nécessitant de connaître le coefficient de Poisson, elle doit ainsi être affinée itérativement.

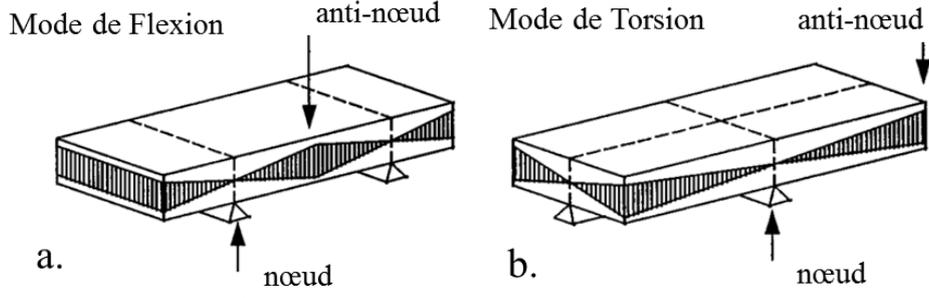


Figure 27: Schématisation des modes de flexion (a.) et de torsion (b.) pour la résonance acoustique [124]

A partir de la fréquence propre du premier mode de flexion, le module d'Young peut être obtenu via l'Eq. (62):

$$E = 0,9465 \left(\frac{m(f_r)^2}{b} \right) \left(\frac{L^3}{h^3} \right) T_1 \quad (62)$$

Avec f_r la fréquence propre du premier mode, L la longueur de l'échantillon, b la largeur de l'échantillon, h l'épaisseur et T_1 une constante se calculant à partir d'un coefficient de Poisson estimé a priori, Eq. (63) [124][125].

$$T_1 = 1 + 6,585(1 + 0,0752\nu + 0,8109\nu^2) \left(\frac{h}{L} \right)^2 - 0,868 \left(\frac{h}{L} \right)^4 - \left[\frac{8,340(1 + 0,2023\nu + 2,173\nu^2) \left(\frac{h}{L} \right)^4}{1 + 6,338(1 + 0,1408\nu + 1,536\nu^2) \left(\frac{h}{L} \right)^2} \right] \quad (63)$$

h est l'épaisseur de l'échantillon et ν , le coefficient de Poisson. Dans un premier temps, une valeur de 0,275 est arbitrairement affectée au coefficient de Poisson. Il s'agit d'une hypothèse permettant de déterminer le module d'élasticité. Une première valeur du module d'Young est obtenue à partir de l'Eq. (62) et de l'Eq. (63). La sensibilité du module d'Young à la valeur du coefficient de Poisson est faible par rapport à celle de l'épaisseur de l'échantillon. Ainsi, une valeur de 0.275 ou de 0.3 pour le coefficient de Poisson affectera peu la valeur obtenue de module d'Young [125].

Avec la fréquence propre du premier mode en torsion f_t , nous obtenons le module de Coulomb avec l'Eq. (64).

$$G = \frac{4Lmf_t^2}{bh} \left(\frac{B}{1+A} \right) \quad (64)$$

Les coefficients A et B sont déterminés par les formulations de l'Eq. (65).

$$A = \frac{0,5062 - 0,8776\left(\frac{b}{h}\right) + 0,3504\left(\frac{b}{h}\right)^2 - 0,0078\left(\frac{b}{h}\right)^3}{12,03\left(\frac{b}{h}\right) + 9,892\left(\frac{b}{h}\right)^2} \quad (65)$$

$$B = \frac{\frac{h}{b} + \frac{b}{h}}{4\left(\frac{h}{b}\right) - 2,52\left(\frac{h}{b}\right)^2 + 0,21\left(\frac{h}{b}\right)^6}$$

Avec le module de Coulomb calculé et le module d'Young estimé, une première estimation du coefficient de Poisson peut être réalisée par l'Eq. (66).

$$\nu = \frac{E}{2G} - 1 \quad (66)$$

Le module d'Young est à nouveau calculé avec la nouvelle valeur du coefficient de Poisson puis de nouveau par itération jusqu'à tendre vers des valeurs fixes. Les équations Eq. (62), Eq. (63) et Eq. (65) ont été obtenues expérimentalement par ajustement pour déterminer les valeurs des coefficients [124][125].

A noter qu'il est aussi possible de relever le premier mode de flexion, c'est-à-dire la fréquence propre de la flexion, lors de l'essai de torsion. Cela dépend de la géométrie de l'échantillon. En effet, un échantillon long, large et fin est le cas idéal comme 50x20x2 mm³ utilisé pour l'AlSi CE9F dans le mode de torsion. Ce mode de sollicitation permet de calculer le module d'Young et le coefficient de Poisson en même temps, sans poser une hypothèse préalable sur la valeur de ν . Cependant, les dimensions de la majorité des échantillons (45x4x3 mm³) des matériaux étudiés, des éprouvettes longues et fines, ne permettent pas de mesurer les deux paramètres en un seul essai acoustique de torsion.

La majorité des mesures ont été effectuées à température ambiante sur un dispositif hors enceinte thermique. Cependant, quelques éprouvettes ont été sollicitées dans un four, avec une vitesse de chauffe de 1°C.min⁻¹ jusqu'à 130°C et une fréquence de mesure de 0.016 Hz, afin de déterminer la variation du module d'Young en fonction de la température de l'échantillon.

2.II.2 Essais de DMA (Dynamic mechanical analysis)

L'analyse mécanique dynamique, plus couramment appelée DMA d'après son nom anglophone, est une méthode d'analyse non-destructive permettant de caractériser certaines propriétés mécaniques d'un matériau en fonction de la température. Elle est principalement utilisée pour les polymères car elle permet de mesurer :

- Le module complexe E^* en flexion
- Le module complexe G^* en cisaillement
- La viscosité complexe η^*
- La température de transition vitreuse

Dans le cadre de ce travail, seule la détermination du module d'Young est considérée, l'objectif étant de caractériser l'impact de la température sur les propriétés élastiques des matériaux. Le dispositif de DMA a été utilisé en complément de la résonance acoustique afin d'effectuer des mesures en dessous de la température ambiante.

L'échantillon est soumis à une sollicitation mécanique, ici en flexion trois points avec une distance entre appuis de 40 mm, avec une vibration forcée, c'est-à-dire une amplitude imposée, sous

une certaine fréquence, nécessairement hors fréquence de résonance. L'effort dynamique s'exerçant sur les appuis de flexion est alors enregistré. Les essais ont été réalisés dans les laboratoires du CNES. Ces derniers possèdent différents dispositifs de DMA, notamment le DMA 242C de Netzsch, destiné à des éprouvettes de petite taille et permettant de descendre jusqu'à -150°C par flux d'azote. Les éprouvettes sont découpées par scie diamantée aux dimensions de $45 \times 3 \times 0,88 \text{ mm}^3$. Elles ont été sollicitées sous une amplitude de $50 \mu\text{m}$, une fréquence de 10 Hz et une vitesse de chauffe de $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

Dans le cas d'un matériau à rupture fragile, un comportement purement élastique linéaire est considéré. La loi de Hooke est alors appliquée afin de relier la contrainte, calculée à partir de l'effort enregistré, avec la déformation, obtenue avec l'amplitude imposée. A la fin de l'essai, une représentation de la variation du module d'Young en fonction de la température est obtenue.

Cette méthode de mesure non-destructive nécessite de connaître préalablement la fréquence propre de l'échantillon dans le type de sollicitation considéré (3172 Hz avec l'AlSi CE9F en flexion quatre points ou 3087 Hz en flexion trois points). En effet, si la fréquence de vibration forcée est proche de la fréquence de résonance, les résultats seront difficilement exploitables.

De plus, selon le type de sollicitation choisi et la fréquence imposée, les valeurs même du module d'Young en fonction de la température vont différer. En revanche, le type de variation de la propriété mécanique en fonction de la température sera peu impacté.

2.II.3 Essais dilatométriques et détermination du coefficient de dilatation thermique (CTE)

La dilatométrie est une méthode de caractérisation permettant de déterminer le comportement dilatométrique d'un matériau sur une plage de température. Il s'agit en fait de mesurer les variations de longueur d'une éprouvette en fonction de la température.

La méthode permet notamment de mettre en évidence les températures de transformation de phases, le caractère réversible ou non-réversible de certaines transformations et de déterminer le coefficient de dilatation et ses éventuelles variations.



Figure 28 : Photographie de l'appareil de dilatométrie du CNES

Les études ont été réalisées au sein du CNES qui possède un dilatomètre Netzsch DIL 402E permettant de descendre jusqu'à -100°C . Un capteur de déplacement LVDT hors enceinte thermique vient appuyer sur l'échantillon via une tige en alumine. Les déplacements de cette dernière permettent de remonter à l'allongement de l'échantillon et donc à la déformation du matériau en fonction de la température. L'ensemble des essais a été réalisé de -60°C à 130°C , sur des éprouvettes de dimensions $45 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$, avec une vitesse de chauffe de $5^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$. La déformation est donc mesurée dans le sens long de l'éprouvette.

2.II.4 Nano-indentation de Berkovich et mesure locale du module d'élasticité

La nano-indentation est une méthode récente que les méthodes de mesure de dureté conventionnelle, fonctionnant sur le même principe que les essais de dureté classiques mais permettant en plus de caractériser le module d'élasticité [126] de la zone indentée. Le principe repose sur la caractérisation de la résistance d'un matériau à la pénétration par un objet. Dans le cas d'un matériau biphasé comme l'AlSi CE9F, la méthode a pour objectif de mesurer la dureté et le module d'Young de chacune des phases. En effet l'indenteur est suffisamment petit pour cibler une seule phase. L'échantillon doit être préalablement poli miroir (préparation PP de la section 2.III.1) et le parallélisme entre la surface observée et la surface d'appui de l'échantillon doit être assuré. Un indenteur de Berkovich (développé en 1992), à géométrie pyramidale à base triangulaire avec des dimensions normées, est utilisé.

La charge appliquée et la profondeur de pénétration de la pointe de l'indenteur sont mesurées lors des deux phases d'un essai de nanoindentation. La première est une phase de charge où l'indenteur pénètre avec une vitesse de $400 \text{ mN}\cdot\text{min}^{-1}$ l'échantillon étudié jusqu'à atteindre une profondeur maximale fixée préalablement à 500 nm . Le déchargement constitue la deuxième phase : l'indenteur remonte à jusqu'à atteindre une charge nulle. En raison de la déformation appliquée à l'échantillon par la charge de la première phase, l'indenteur ne revient pas à la position initiale. Le résultat final des mesures est une courbe charge-déplacement, permettant de définir différents paramètres : la charge maximale, la profondeur maximale d'indentation, la profondeur après la deuxième phase.

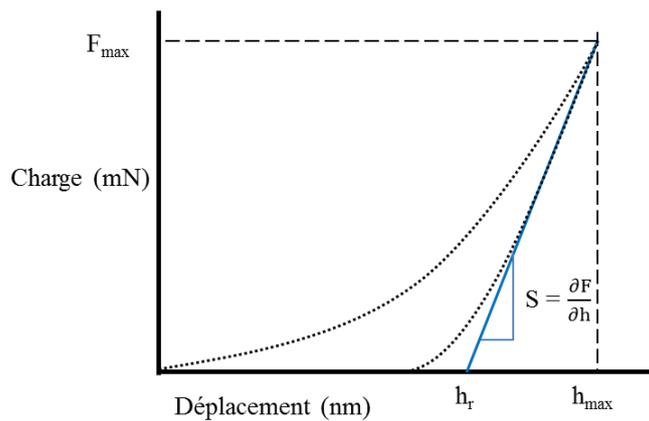


Figure 29 : Courbe charge-déplacement d'un essai de nanoindentation

Un paramètre supplémentaire, noté $S = \frac{\partial F}{\partial h}$ sur la Figure 29, est défini graphiquement. Il s'agit de la pente de la tangente à la courbe de décharge au point de coordonnées (h_{\max}, F_{\max}) . Ce paramètre est relié par l'Eq. (67) à la surface de l'empreinte de l'indenteur A_c et au module réduit E_r .

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c} \quad (67)$$

Le module réduit est relié aux propriétés d'élasticité de l'indenteur (le module d'Young $E_{\text{indenteur}}$ de l'indenteur et le coefficient de Poisson $\nu_{\text{indenteur}}$ de l'indenteur qui sont connus), ainsi qu'aux propriétés d'élasticité de la phase étudiée.

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_{\text{indenteur}}}{E_{\text{indenteur}}} + \frac{1 - \nu^2}{E} \quad (68)$$

En utilisant l'Eq. (67) et l'Eq. (68) et en effectuant une hypothèse sur la valeur du coefficient de Poisson de la phase étudiée, le module d'Young peut alors être estimé localement.

L'estimation de la dureté est réalisée uniquement à partir de la surface de l'empreinte de l'indenteur et de la charge maximale appliquée :

$$H = \frac{F_{\text{max}}}{A_c} \quad (69)$$

2.III Caractérisation microstructurale

2.III.1 Observations au microscope électronique à balayage (MEB)

Afin d'observer la microstructure des matériaux étudiés, un microscope électronique à balayage (MEB) de marque FEI de type NovaNanoSEM450 avec un filament de tungstène NSFEG (avec décélération de faisceau) a été utilisé. L'échantillon est bombardé par un faisceau d'électrons (appelé aussi faisceau d'électrons primaires) qui, en réponse, réémet des particules et des rayonnements : électrons secondaires, électrons rétrodiffusés, électrons d'Auger et rayons X. Ces éléments, analysés par un capteur adapté, apportent diverses informations sur le matériau.

Les électrons secondaires permettent une analyse topographique de l'échantillon étudié. En effet, l'interaction entre les électrons primaires et les atomes de l'échantillon éjecte des électrons, dits secondaires, provenant des bandes de conduction supérieures de faible énergie des atomes. En raison de leur faible énergie, seuls les électrons secondaires proches de la surface seront recueillis par le détecteur et ils apporteront donc des informations sur la topographie de l'échantillon. Les images MEB avec le sigle (ETD) sont réalisées avec ce type d'électrons.

Les électrons rétrodiffusés (Back-scattered electrons en anglais soit BSD sur les images) sont des électrons primaires provenant du faisceau, qui ont interagi avec le noyau des atomes du matériau étudié. Ils sont réémis avec peu de perte d'énergie. Les électrons rétrodiffusés peuvent être récupérés par le détecteur permettant ainsi une analyse en profondeur de l'échantillon. De plus, plus le noyau d'un atome est lourd (donc numéro atomique élevé), plus les électrons primaires réagissent avec ce dernier, et inversement. Les images réalisées avec les électrons rétrodiffusés permettent alors une analyse qualitative de la composition chimique de l'échantillon : les zones claires sont composées d'atomes lourds et les zones sombres, d'atomes légers.

Les électrons d'Auger sont le résultat de l'interaction entre un électron primaire et un électron d'un atome. Cependant, à l'inverse des électrons secondaires, l'électron primaire éjecte un électron d'une couche atomique profonde (donc à haute énergie). L'atome est alors excité et doit revenir à un état stable. Pour cela, il émet une fluorescence ou un électron d'Auger. Ce dernier est un électron d'une couche supérieure (donc à faible énergie) éjecté à cause de l'énergie d'excitation et peut être recueilli par un capteur Auger. Ce type d'électron apporte des informations uniquement sur la composition de la surface de l'échantillon. Ils n'ont pas été utilisés dans le cadre des travaux de thèse.

Enfin, les rayons X sont le résultat de l'ionisation des atomes par l'impact des électrons primaires. Ils permettent une analyse chimique par identification des atomes ayant émis les photons X détectés et une quantification relative des éléments présents dans l'échantillon étudié.

Plusieurs types d'observation des matériaux, après préparation des échantillons, ont été effectués :

- Les faciès de rupture, résultant des essais destructifs de flexion quatre points et trois points, observés principalement avec le détecteur d'électrons secondaires. L'objectif est la recherche des défauts pouvant être à l'origine de la rupture des matériaux et de comprendre les modes de rupture (inter ou transgranulaires par exemple) mis en œuvre.
- Les échantillons avec une préparation, analysés à la fois avec les électrons secondaires et les électrons rétrodiffusés, permettent une analyse de la composition chimique des échantillons et d'observer l'organisation de la microstructure.

Les échantillons, hors faciès, doivent être préalablement préparés afin de permettre une observation précise de la microstructure et de la composition des différentes phases. Ils sont alors enrobés à chaud (180°C et 180 bar) dans une résine carbonée, conductrice pour évacuer les charges du faisceau d'électrons primaires.

Les échantillons enrobés sont ensuite polis par des disques constitués de grains en carbure de silicium dans un premier temps avec une granulométrie décroissante (les disques sont caractérisés par le nombre de grain au mm² et ce dernier augmente avec les étapes de polissage) selon la procédure présentée dans le Tableau 6 sur une polisseuse semi-automatique Phoenix 4000. A noter que l'échantillon est placé dans un support lui-même en rotation (complémentaire ou contraire) par rapport aux disques. Dans un second temps, l'échantillon est poli miroir avec des disques de feutre avec une suspension diamantée. Les suspensions diamantées polycristallines (de marque Buehler), avec une taille décroissante des particules de diamants en suspension, permettent un polissage dit miroir et donc des observations microscopiques.

Disque	Lubrifiant	Sens de rotation de l'échantillon par rapport au disque	Vitesse de rotation (tr.min ⁻¹)	Force d'appui (N)	temps
SiC 180	Eau	Complémentaire	150	20	1 min 30
SiC 320	Eau	Complémentaire	150	20	1 min 30
SiC 600	Eau	Complémentaire	150	20	2 min
SiC 1200	Eau	Complémentaire	150	20	3 min
Disque feutre Suspension diamantée 6µm	N/A	Complémentaire	150	8	5 min
Disque feutre Suspension diamantée 3µm	N/A	Complémentaire	150	8	5 min
Disque feutre Suspension diamantée 1µm	N/A	Contraire	150	8	1 min 40

Tableau 6 : Procédure de préparation des échantillons pour observation au microscope électronique à balayage

Après l'étape de polissage miroir, plusieurs finalisations sont ensuite effectuées en fonction de l'utilisation ultérieure de l'échantillon. Des dénominations simples ont été attribuées à chacune d'entre elles pour la suite de l'étude.

- Préparation PP : Préparation uniquement polie miroir. Seul le processus de polissage du Tableau 6 est réalisé sur ces échantillons. Les phases aluminium et silicium sont distinctement visibles et cette préparation permettra la quantification relative de chacun des éléments.
- Préparation AK : Attaque au réactif de Keller. En plus de la préparation PP, l'échantillon subit une attaque au réactif de Keller (acide nitrique, acide chlorhydrique et acide fluorhydrique) pendant dix secondes. Ce réactif est couramment utilisé afin de révéler les grains d'aluminium. A cause de la dangerosité des différents constituants de ce réactif, il s'agit de la seule préparation à réaliser sous hotte aspirante.
- Préparation S : Polissage complémentaire à la silice colloïdale. La préparation PP permet de révéler les domaines de chacun des éléments. Un polissage complémentaire avec un disque imbibé de silice colloïdale pendant 10 min avec une charge de 6 N permet de révéler les grains de silicium.
- Préparation SO : Polissage complémentaire à la silice colloïdale et eau oxygénée. Il s'agit d'une alternative à la préparation S avec le même objectif. Le mélange est légèrement

basique par la présence de l'eau oxygénée. Il y a alors une réaction chimique, beaucoup plus légère que celle au réactif de Keller.

2.III.2 Analyse par diffraction des rayons X (DRX) et détermination des contraintes internes

2.III.2.1 Identification de phases par analyse DRX

La diffraction des rayons X est une méthode non-destructive d'analyse physico-chimique adaptée à l'étude des matériaux cristallisés tels que les minéraux, les métaux, céramiques et polymères semi-cristallins. Elle permet d'identifier les phases cristallines et leurs concentrations relatives dans un échantillon polycristallin. Ce dernier ne requiert pas de préparation particulière : les matériaux étant supposés homogènes, les mêmes résultats doivent être obtenus quelle que soit la direction d'observation. Dans le cadre de ce travail, la quantification des phases cristallines par DRX a été effectuée sur des éprouvettes de flexion quatre points ($45 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$) ou sur une plaque d'AlSi CE9F ($50 \times 20 \times 2 \text{ mm}^3$) avec donc des surfaces planes. L'hypothèse est faite que les grains sont suffisamment petits pour que le volume étudié de l'échantillon soit considéré comme homogène (un nombre suffisant de grains est analysé pour que toutes les orientations de grains soient présentes). De plus, le matériau est non texturé (sans orientation préférentielle des grains).

L'échantillon est bombardé de rayons X sous un angle imposé qui varie lors de la mesure dans un intervalle prédéfini (de 20° à 130°) sur un appareil Philips X-PERT avec un pas de $0,0167^\circ$. Ces rayons provoquent une excitation des électrons (un déplacement du nuage électronique) des atomes du matériau étudié. En réponse, les oscillations du nuage d'électrons réémettent avec la même fréquence l'onde électromagnétique : il s'agit du phénomène de la diffusion de Rayleigh.

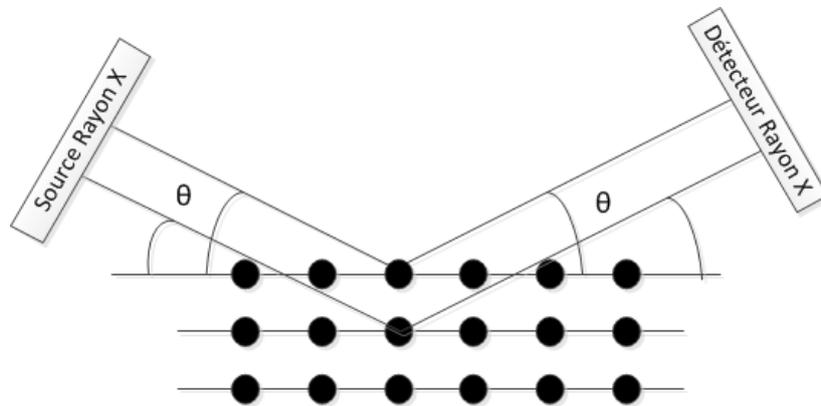


Figure 30 : Schématisation d'un essai de DRX

Grâce à l'organisation périodique des atomes dans un cristal, la diffusion de l'onde sera beaucoup plus intense pour certains angles θ , correspondant à une famille de plans cristallins $\{hkl\}$. En effet, une famille est définie par ses indices de Miller h, k et l . Les familles des structures cristallines des différentes phases sont alors identifiées en considérant la loi de Bragg, Eq. (70).

$$2d_{Inter}\sin\theta = n\lambda_{Cu} \quad (70)$$

Avec d_{Inter} la distance interréticulaire ; θ l'angle de Bragg ; n l'ordre de la diffraction et λ la longueur d'onde des rayons X émis par l'anticathode de mesure réalisée ici en cuivre ($\lambda = 0,154184 \text{ nm}$). Le tracé de l'intensité du signal mesuré en fonction de l'angle 2θ constitue le spectre de diffraction du matériau. Il est constitué de pics dont l'angle 2θ permet de déterminer les éléments

chimiques présents dans le matériau. Les intensités de ces pics permettent aussi une approximation de la concentration de chacun des éléments. Le traitement des diffractogrammes obtenus est réalisé sur le logiciel « X'Pert high Score » de la société PANalytical. La surface analysée sur chaque échantillon est de $17,4 \times 4 \text{ mm}^2$.

2.III.2.2 Détermination des contraintes internes

La DRX permet aussi de déterminer les contraintes internes dans un échantillon via la « méthode des $\sin^2\psi$ ». En effet, un champ de contrainte (de traction, compression ou cisaillement) déforme la structure cristallographique, notamment la distance interréticulaire d'une même famille de plans cristallins. Déterminer la déformation et donc la variation de cette distance par rapport au matériau non contraint permet de déduire les contraintes présentes dans le cristal. Le principe de la mesure est de quantifier les différences d'angle 2θ à partir d'un seul pic de diffraction par rapport à l'angle 2θ de référence.

Pour les mesures sur l'AlSi CE9F, une famille de plans $\{hkl\}$ de la phase d'aluminium a été choisie. Il s'agit de la $\{222\}$ avec une position de référence du pic de la famille cristalline à $156,7^\circ$. Une anticathode de chrome ($\lambda = 0,2085 \text{ nm}$) a été utilisée. Le choix de la famille cristalline étudiée et de l'anticathode utilisée a été réalisé de sorte que l'intensité des rayons X diffractés soit optimale (rapport intensité/bruit maximal). Aucune famille de plans de la phase silicium n'a pu être étudiée pour l'analyse des contraintes internes car les anticathodes à disposition ne permettaient pas un bon rapport intensité/bruit.

Le décalage entre la position du pic de diffraction de la famille $\{222\}$ de l'aluminium sans contrainte et la position du même pic pour le matériau étudié est mesuré et défini par la différence d'angle de Bragg $\Delta\theta_{hkl}$. La déformation de la distance interréticulaire de la famille de plan est alors déterminée par l'équation Eq. (71).

$$\varepsilon_{hkl} = -\frac{1}{2} \cotan(\theta_{hkl}) * \Delta 2\theta_{hkl} \quad (71)$$

La loi de Hooke nous permet de relier contraintes résiduelles et déformations. Pour un état de contraintes triaxiales, la mesure est réalisée selon plusieurs angles [127] représentés sur la Figure 31 :

- L'angle ψ est l'angle d'inclinaison du vecteur d'incidence par rapport à la normale de la surface de l'échantillon,
- L'angle ϕ est l'angle de rotation autour de la normale à l'échantillon, dans le repère de ce dernier.

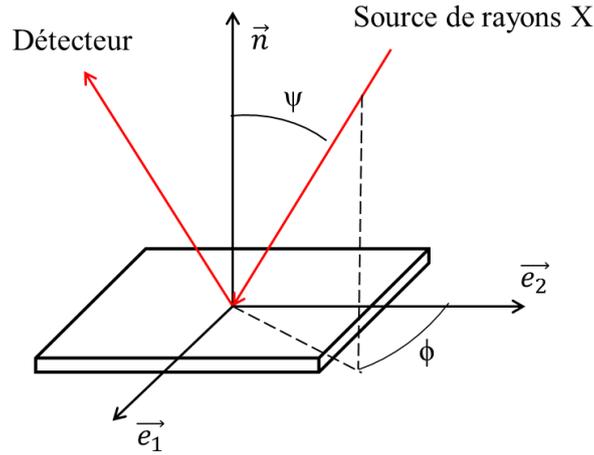


Figure 31 : Représentation schématique d'une diffraction par rayon X avec la définition des angles ψ et ϕ par rapport au repère (\vec{e}_1, \vec{e}_2) de l'échantillon étudié.

L'équation Eq. (72) est alors obtenue, correspondant à la loi des $\sin^2\psi$ [128] définie par Macherauch.

$$\begin{aligned} \varepsilon_{hkl}^{\phi\psi} = & \frac{1}{2} S_{2,hkl} (\sigma_{11} \cos^2\phi + \sigma_{12} \sin(2\phi) + \sigma_{22} \sin^2\phi) \sin^2\psi \\ & + \frac{1}{2} S_{2,hkl} (\sigma_{13} \cos\phi \sin(2\psi) + \sigma_{23} \sin\phi \sin(2\psi) + \sigma_{33} \cos^2\psi) + S_{1,hkl} (\sigma_{11} \\ & + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \end{aligned} \quad (72)$$

$S_{1,hkl}$ et $S_{2,hkl}$ sont les constantes élastiques radiocristallographiques pour la famille de plans $\{hkl\}$ de la phase analysée. Pour la famille $\{222\}$ de l'aluminium, $S_{1,222}$ est égale à $-4,7 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$ et $S_{2,222}$ est égale à $36 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$. Les paramètres σ_{ij} définissent le tenseur des contraintes internes de la phase étudiée.

La loi des $\sin^2\psi$ est vraie si les hypothèses suivantes sont validées :

- Le matériau polycristallin peut être considéré comme homogène, continu et isotrope dans le volume étudié,
- Les déformations et contraintes sont purement élastiques,
- L'état des contraintes est uniforme dans le volume étudié.

D'un point de vue expérimental, les essais de diffraction sont réalisés pour un seul angle ϕ ($\phi=0$ en raison des dimensions $45 \times 4 \times \text{mm}^3$ des échantillons permettant une mesure correcte uniquement dans le sens longitudinal) et pour neuf valeurs fixes de ψ ($-36,271^\circ$, -30° , $-22,786^\circ$, $-12,921^\circ$, 0° , $18,435^\circ$, $26,565^\circ$, $33,211^\circ$ et $39,323^\circ$ arbitrairement choisies). Nous obtenons alors neuf valeurs de déformations de plans pour la famille de plans cristallins choisie. L'analyse des contraintes résiduelles ne s'effectue que sur un pic de diffraction avec un angle de Bragg élevé. L'équation des $\sin^2\psi$ devient alors l'Eq. (73).

$$\varepsilon_{hkl}^{\phi\psi} = \frac{1}{2} S_{2,hkl} \sigma_{11} \sin^2\psi + \frac{1}{2} S_{2,hkl} (\sigma_{13} \sin(2\psi) + \sigma_{33} \cos^2\psi) + S_{1,hkl} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \quad (73)$$

La déformation mesurée $\varepsilon_{hkl}^{\phi\psi}$ est par la suite tracée en fonction des $\sin^2\psi$. L'analyse de cette courbe permet de calculer les contraintes internes : une interpolation elliptique définie par l'Eq (73) est réalisée par la méthode des moindres carrés (ellipse plus ou moins allongée selon la contrainte de cisaillement). Les valeurs des contraintes sont alors les paramètres d'ajustement de l'interpolation. Deux hypothèses supplémentaires sont apportées. σ_{33} est supposée nulle car la profondeur étudiée est très faible (la pénétration des rayons X est peu importante, environ 11 μm pour l'aluminium), une surface libre est donc caractérisée. Enfin, la seconde hypothèse suppose que σ_{11} est égale à σ_{22} . A noter que, dans le cas d'une contrainte uniaxiale, la courbe devient une droite et la valeur de sa pente est proportionnelle à la valeur de la contrainte résiduelle.

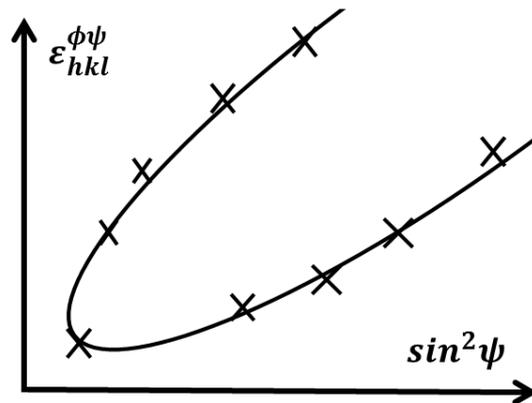


Figure 32 : Représentation graphique de la loi des $\sin^2\psi$ pour déterminer les contraintes résiduelles

La Figure 32 représente la courbe caractéristique de type ellipsoïde obtenue dans le cas d'un champ de contrainte triaxial dans un matériau isotrope. Si le matériau était texturé, c'est-à-dire qu'il présentait une direction préférentielle des grains ou qu'il possédait une variation de sa composition dans la zone étudiée, la courbe des $\sin^2\psi$ aurait une toute autre forme [129], présentée à la Figure 33.

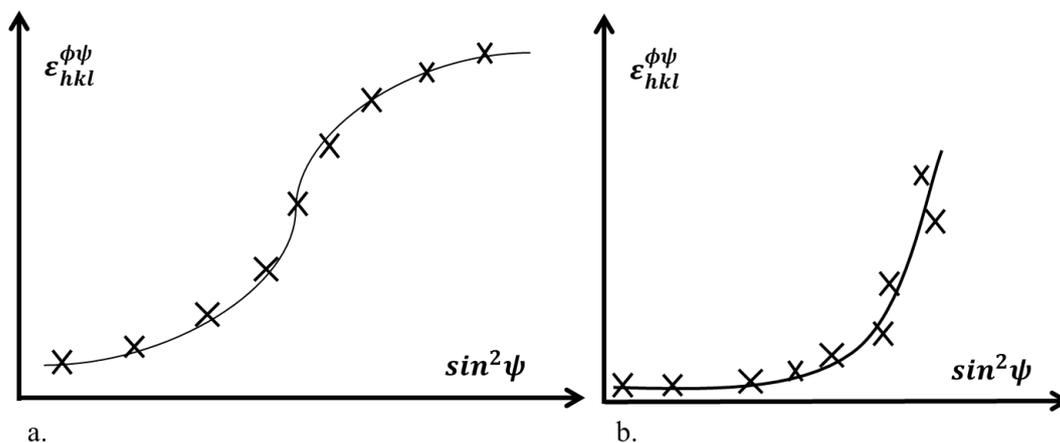


Figure 33 : exemple de la loi des $\sin^2\psi$ dans le cas d'un matériau texturé (a.) et avec une variation de la composition (b.)

A noter que les courbes de la Figure 32 et de la Figure 33 sont des représentations idéales des cas présentés, sachant que si le matériau est texturé ou qu'il présente une variation de sa composition, les hypothèses formulées précédemment ne sont plus valides. Leurs formes dans des cas expérimentaux, et donc réels, sont beaucoup plus variables et parfois difficilement exploitables.

Dans le cas de matériaux polyphasés, les contraintes internes sont mesurées uniquement phase par phase. En effet, comme l'analyse ne s'effectue que sur un pic et que chaque phase possède ses

propres pics, les phases ne peuvent qu'être analysées séparément. Une discontinuité du champ de contrainte à l'interface entre les phases peut être observée car seules les déformations sont directement mesurées et les contraintes calculées. Déterminer les contraintes internes dans un matériau biphasé, comme dans le cas de l'AlSi CE9F, est donc difficile et l'analyse des résultats doit toujours prendre en compte que l'on mesure phase après phase et jamais l'ensemble macroscopique.

2.III.2.3 Détermination de la microdéformation et de la taille de cristallite

Les spectres de diffraction peuvent être analysés par la loi de Williamson-Hall (Eq. (74)) [130][131]. Elle permet de déterminer à partir de l'angle de Bragg θ , de la longueur d'onde de l'anticathode λ , du facteur de forme K (ici d'une valeur de 1) et de la largeur intégrale β des pics de diffraction, la taille moyenne de cristallites D ainsi que la microdéformation moyenne ε des cristaux de chacune des phases. La méthode de Williamson-Hall suppose que les distributions d'intensité induites par la taille de cristallite et la microdéformation correspondent à des fonctions de Cauchy. Le produit de convolution de deux fonctions de Cauchy étant également une fonction de Cauchy, cela permet de dissocier l'influence de la taille des cristaux de celle de la distorsion cristallographique. La largeur intégrale est alors la somme des largeurs élémentaires induites par les deux effets. La formulation est par ailleurs pertinente uniquement pour une taille moyenne de cristallites inférieures à 1 μm .

$$\beta \cos \theta = 4\varepsilon \sin \theta + \frac{K\lambda}{D} \quad (74)$$

La formule permet de réaliser une étude comparative entre les différents lots d'éprouvettes sans pour autant amener à une détermination absolue des valeurs des paramètres physiques. En effet, la largeur intégrale est en partie due à l'instrumentation. Par exemple, l'ouverture angulaire du détecteur n'est pas infiniment fine. La largeur de la fente conduit à un élargissement des pics de diffraction. La part instrumentale n'a pas été déterminée lors des travaux. Seule des études comparatives ont été menées.

Les résultats expérimentaux issus de l'analyse des pics de diffraction, largeur intégrale et angle de Bragg, sont traités graphiquement (Figure 34). Si la loi est valide pour l'échantillon, il est possible d'interpoler la répartition graphique des résultats par une droite. La pente donne alors la valeur de la microdéformation de l'échantillon analysé et l'ordonnée à l'origine, l'estimation de la taille moyenne des cristallites de l'échantillon.

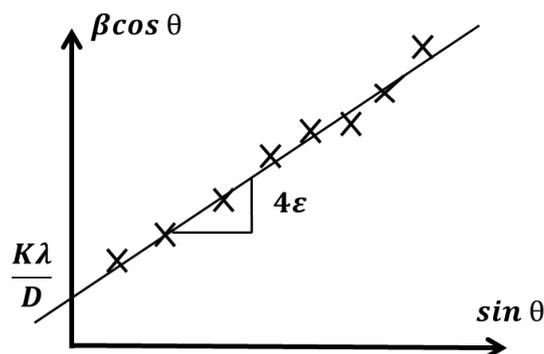


Figure 34 : Représentation graphique de loi de Williamson-Hall. Chaque croix correspond à un pic de diffraction.

Une pente faible permet d'affirmer que l'échantillon contient peu de microdéformations. Si la droite passe par l'origine, cela signifie que la taille des cristaux est suffisamment élevée pour ne pas influencer sur l'élargissement des pics de diffraction.

Il existe des variantes de cette méthode, notamment celle de Langford [132] qui suggère une décomposition en distributions gaussienne et lorentzienne des largeurs intégrales des pics de diffraction.

2.III.3 Analyse par EBSD (Electron BackScattered Diffraction)

L'EBS est une méthode d'analyse non destructive de la microstructure cristallographique de matériaux cristallins. Elle permet de révéler les grains d'un matériau ainsi que de déterminer leurs orientations cristallines. Son fonctionnement est proche d'un MEB classique : un faisceau d'électrons bombarde l'échantillon et les électrons réémis sont analysés. Un écran phosphorescent est ajouté pour capter les électrons rétrodiffusés (backscattered) diffractés par les familles de plans cristallins pour former le diagramme EBSD.

L'échantillon est placé dans une chambre sous vide avec un angle de 70° par rapport à l'horizontale (alors qu'il est parfaitement à plat pour un MEB classique). Cela permet de maximiser le nombre d'électrons analysés. En effet, l'écran fluorescent est placé à 90° du faisceau d'électrons incident. Des études [133] ont permis de démontrer que cette inclinaison de 70° est optimale et favorise le rendement de la rétrodiffusion. Cet angle permet une optimisation du rapport signal/bruit.

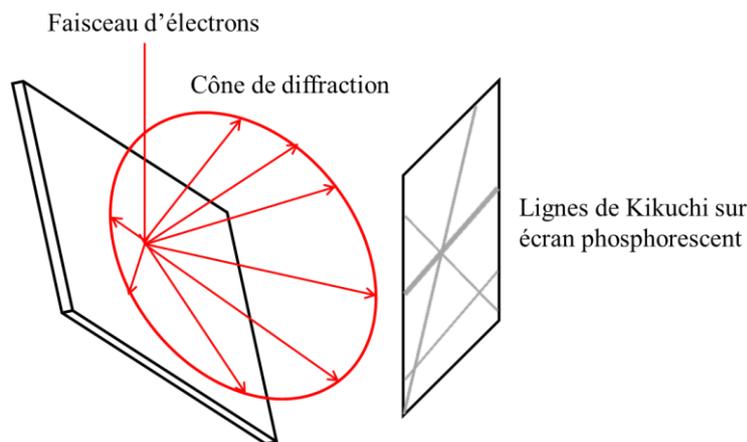


Figure 35 : Schéma de fonctionnement d'une observation en EBSD

Une partie des électrons frappant l'échantillon est diffractée en fonction des différentes familles de plans $\{hkl\}$. Ces électrons rétrodiffusés, diffractés par une famille de plans cristallins, sont alors en condition de Bragg, c'est-à-dire qu'ils répondent à l'Eq. (70). Ces électrons forment alors deux cônes très ouverts de diffraction. L'intersection entre l'écran phosphorescent et les cônes forme alors des lignes droites sur l'écran : l'ensemble de ces lignes forme le diagramme de Kikuchi [134][135]. Ce dernier est formé de différentes bandes d'orientations et d'épaisseurs variables. Chaque ligne correspond à un plan de diffraction du réseau et donc à une famille de plans cristallins.

Les bandes de Kikuchi sont ensuite indexées automatiquement par ordinateur. C'est-à-dire que les orientations des plans cristallins de la zone visée par le faisceau d'électrons sont déterminées et affectées sur une cartographie. Il faut préalablement définir les phases présentes dans le matériau et leur structure cristallographique.

Au final, deux cartographies sont obtenues pour un polycristal : la première contient la distribution des familles de plans cristallins $\{hkl\}$ et la seconde les directions $\langle uvw \rangle$ des plans. L'étude associée des deux cartographies permet alors de définir les grains de la microstructure, notamment leurs tailles, et leurs orientations cristallographiques. L'orientation des cristaux est définie à partir des angles d'Euler qui expriment les rotations du cristal par rapport au repère de l'échantillon analysé. L'étude des directions permet particulièrement de caractériser la texturation du matériau.

2.III.4 Méthode des Intercepts

Il s'agit d'une méthode permettant d'estimer la taille moyenne des grains d'une microstructure. Des lignes droites fines sont tracées sur une image de microstructure avec au minimum une centaine de grains présents. Habituellement, 5 lignes horizontales et 5 lignes verticales sont tracées. La méthode est encadrée par la norme ASTM E112.

Le nombre d'intersections entre les lignes et les joints de grains est comptabilisé. Si une ligne coupe la réunion de trois grains, alors l'intersection compte pour 1.5. Dans le cas où la ligne coupe une porosité ou la limite de la phase cristalline étudiée, l'intersection compte alors pour 1. La longueur totale des lignes droites est calculée en additionnant toutes les longueurs. La longueur des lignes qui traverse un pore est soustraite au total précédent puis il est divisé par le nombre d'intersections relevées. La valeur obtenue est alors une estimation de la taille des grains sur l'image analysée.

$$\text{Taille moyenne estimée des grains} = \frac{\text{Longueurs lignes} - \text{Longueurs pores}}{\text{Nombre d'intersections}} \quad (75)$$

Cette méthode sera utilisée pour estimer la taille des grains des matériaux, particulièrement ceux de l'AlSi. Il existe une version alternative où il s'agit alors de tracer trois cercles au minimum 10 fois plus grand que la taille moyenne estimée des grains. Les centres des cercles sont placés de manière aléatoire. Les intersections sont comptabilisées de la même manière que précédemment et le calcul de la taille des grains s'effectue à partir de la somme des périmètres des cercles, en retirant les circonférences qui traversent des pores.

CHAPITRE 3 ETUDE MICROSTRUCTURALE ET MECANIQUE DES MATERIAUX ETUDIES

..... **73**

3.I CARACTERISATION DE L'ALUMINE HTCC 73

3.I.1 Propriétés thermoélastiques de l'alumine HTCC 74

3.I.2 Etude détaillée de la microstructure d'Alumine HTCC 74

3.I.3 Analyse probabiliste de la rupture de l'alumine HTCC à température ambiante..... 77

3.I.3.1 Rupture en flexion quatre points à 20°C d'éprouvettes de dimensions 25×2,5×2 mm³..... 77

3.I.3.2 Rupture en flexion quatre points à 20°C d'éprouvettes de dimensions 45×4×3 mm³..... 80

3.I.3.3 Rupture en flexion trois points à 20°C d'éprouvettes de dimensions 25×2,5×3 mm³ 83

3.I.3.4 Identification globale des paramètres de Weibull pour l'alumine HTCC 85

3.II CARACTERISATION DU MATERIAU ALSi CE9F 88

3.II.1 Propriétés thermoélastiques de l'AlSi CE9F 88

3.II.1.1 Mesure et analyse des variations du module d'Young de l'AlSi CE9F entre -50°C et 130°C..... 88

3.II.1.2 Mesure du coefficient de dilatation entre -50°C et 130°C 89

3.II.2 Microstructure de l'AlSi CE9F 91

3.II.2.1 Un matériau homogène et isotrope 91

3.II.2.2 Etude des grains de silicium et d'aluminium 96

3.II.2.3 Etude des faciès de rupture 101

3.II.2.4 Nanoindentation et caractérisation des phases silicium et aluminium 103

3.II.3 Analyse probabiliste de la rupture de l'AlSi CE9F..... 106

3.II.3.1 Campagne de flexion quatre points à 20°C..... 106

3.II.3.2 Rupture en flexion trois points à 20°C et mise en évidence des effets de volume 108

3.II.3.3 Influence de la température sur les paramètres de Weibull entre -50°C et 130°C 110

3.II.3.4 Détermination finale de paramètres de Weibull 112

3.II.4 Influence de cycles thermiques sur les propriétés mécaniques de l'AlSi CE9F..... 113

3.II.4.1 Evolution du module d'élasticité en fonction du nombre de cycles thermiques 113

3.II.4.2 Impact des cycles thermiques sur les paramètres de Weibull 114

3.II.4.3 Evolution des contraintes internes en fonction du nombre de cycles thermiques 117

3.II.4.4 Influence des cycles thermiques sur la microstructure de l'AlSi CE9F 118

3.II.5 Discussion sur l'influence de la température sur le comportement de l'AlSi 123

3.III SYNTHÈSE SUR LE CHAPITRE..... 124

Chapitre 3 Etude microstructurale et mécanique des matériaux étudiés

Ce chapitre détaille l'ensemble des caractérisations expérimentales effectuées sur les matériaux de l'étude : l'alumine HTCC et l'AlSi CE9F. Le chapitre est divisé en deux parties correspondant chacune à un matériau. Chaque matériau a été analysé sous trois aspects.

Le premier est la caractérisation de propriétés thermoélastiques (module d'Young et coefficient de dilatation thermique) sur la plage de température de fonctionnement des composants spatiaux. Le second est une étude de la microstructure du matériau avec recherche des impuretés et détermination des caractéristiques des grains (tailles et orientations). L'analyse microstructurale apporte des informations sur les phénomènes se déroulant à l'échelle microscopique et impactant le comportement mécanique macroscopique du matériau. Elle affine la compréhension des phénomènes physiques en jeu et explique de manière plus approfondie le comportement du matériau. Le troisième aspect concerne une analyse statistique de Weibull conduite sur les deux matériaux pour déterminer les paramètres de Weibull nécessaires à la construction de modèle numérique de la rupture fragile. La connaissance des paramètres de Weibull et la détermination des effets de volume permettent de prédire les probabilités de rupture de composants embarqués (cf. 1.II.4.2).

Etant le matériau novateur, les études sur l'AlSi CE9F ont été plus approfondies. Il s'agit notamment de déterminer l'influence de la température, par variation monotone et par cycles thermiques, sur ses différentes propriétés. Cela s'inscrit dans la démarche de constituer des modèles numériques précis pour l'AlSi CE9F et rendant compte au mieux de son comportement thermomécanique.

3.I Caractérisation de l'alumine HTCC

Un des objectifs de la thèse est de comprendre les causes de la rupture d'un composant embarqué : l'interface entrées/sorties d'un boîtier, dénommée fenêtre. Elle est constituée d'alumine HTCC et de plusieurs pistes conductrices traversantes permettant de transmettre des signaux électriques. Afin de dimensionner le composant et constituer les modèles numériques de la fenêtre, il est nécessaire de déterminer les propriétés thermoélastiques. Selon la littérature (1.I.2.1), l'alumine possède un comportement mécanique à rupture fragile. Il a aussi été choisi d'analyser le comportement fragile à la rupture de l'alumine par l'analyse statistique de Weibull. Les paramètres du Weibull obtenus seront alors intégrés aux modèles numériques. L'alumine est un matériau dont les propriétés varient peu en fonction de la température (1.I.2.1). L'étude de l'impact de cette dernière sur l'ensemble des propriétés du matériau n'a donc pas été menée.

3.I.1 Propriétés thermoélastiques de l'alumine HTCC

Cette section présente la détermination du module d'Young à 20°C et du coefficient de dilatation thermique de l'alumine sur la plage de température [-50°C ; 130°C]. Les valeurs obtenues permettront de constituer le modèle numérique de la fenêtre HTCC (Chapitre 5).

La mesure du module d'élasticité par la résonance acoustique a uniquement été réalisée à 20°C sur des éprouvettes de 45×4×3 mm³. L'hypothèse a été faite que le module d'Young de l'alumine sur la plage de température étudiée est constant. Les dimensions des échantillons disponibles n'ont pas permis de déterminer le coefficient de Poisson du matériau. Une valeur de 0,3 sera considérée. Les mesures permettent de déterminer une valeur moyenne du module d'Young sur les éprouvettes de grandes dimensions de 330 GPa avec une variabilité de ±3 GPa.

Des essais de dilatation ont été effectués au CNES pour déterminer l'ordre de grandeur du coefficient de dilatation de l'alumine HTCC et donc permettre d'enrichir les modèles numériques. Des éprouvettes de 45×4×3 mm³ d'alumine HTCC ont été utilisées avec une vitesse de chauffe de 5°C.min⁻¹.

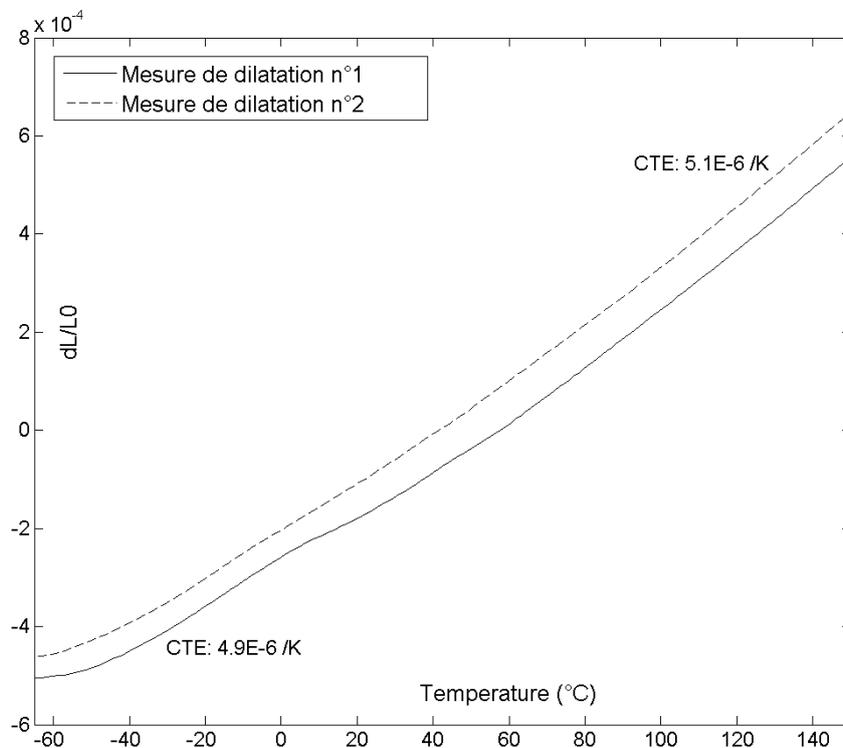


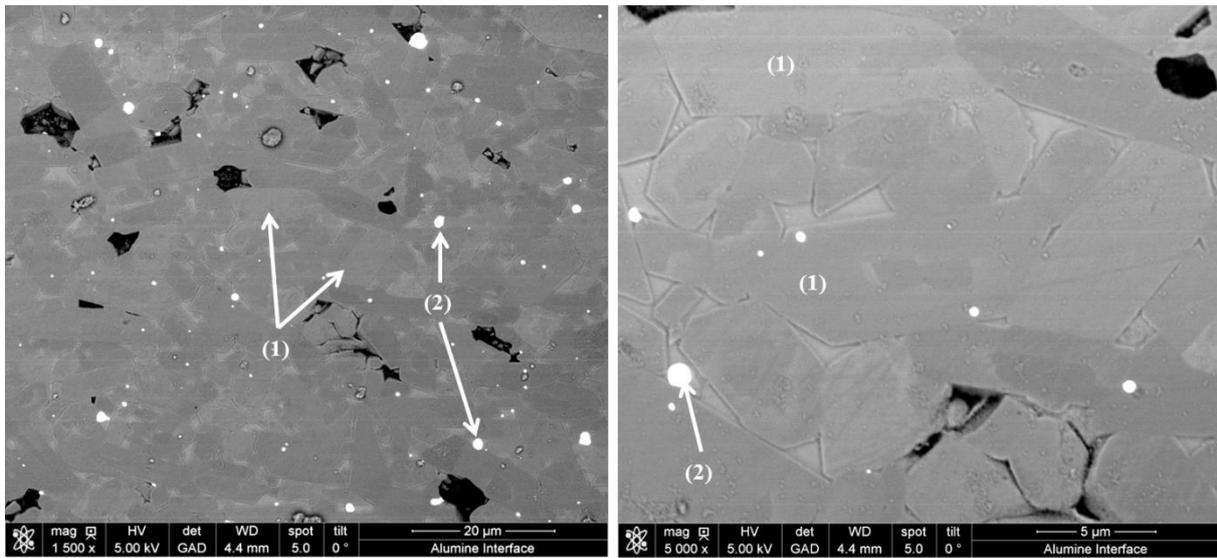
Figure 36 : Résultats de l'essai de dilatation thermique sur l'alumine HTCC

La variation est quasi-linéaire, signe que le matériau ne subit pas de transformation importante. La courbe de la Figure 36 permet de déterminer un coefficient de dilatation constant entre -40°C et 130°C et estimé à $4,9 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ et à $5,1 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ pour les deux éprouvettes.

3.I.2 Etude détaillée de la microstructure d'Alumine HTCC

La microstructure de l'alumine HTCC a été analysée à partir de fragments d'éprouvettes d'essais de flexion (3.I.3) avec un microscope électronique à balayage. Les échantillons ont été réalisés avec la préparation PP (2.III.1). Comme le matériau n'est pas électriquement conducteur, les observations ont été effectuées sous vide partiel pour éviter au maximum les concentrations de charges

du faisceau d'électron primaire. Cependant, les différents clichés réalisés possèdent quelques lignes de charges horizontales, plus ou moins marquées, malgré le vide partiel.



(1) Grains d'alumine

(2) Impuretés riches en tungstène

Figure 37 : Observations MEB (électrons rétrodiffusés) de la microstructure de l'alumine HTCC

Les premières observations (Figure 37) permettent de constater la forme allongée des grains d'alumine avec une taille variant de 1 µm à 20 µm et une taille moyenne de 5 µm, déterminée par la méthode des intercepts (2.III.4), ainsi que la présence de porosités. Les clichés révèlent, par analyse EDX, la présence d'impuretés riches en tungstène (zones les plus claires sur la Figure 37). Une analyse cartographique par EDX d'images complètes permet de mettre en évidence la présence de nombreux éléments autres que l'alumine au sein de la microstructure. Les compositions sont données en pourcentages massiques.

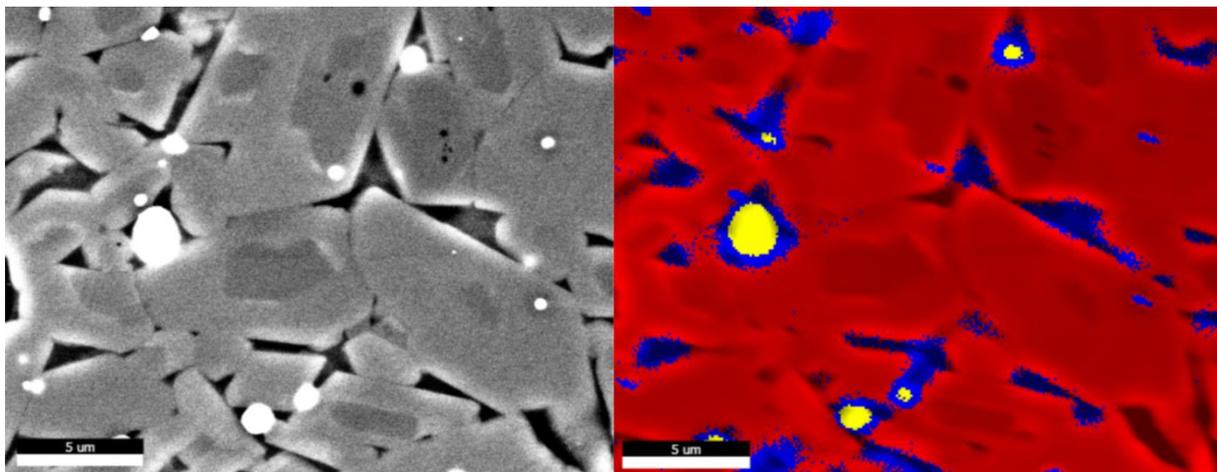


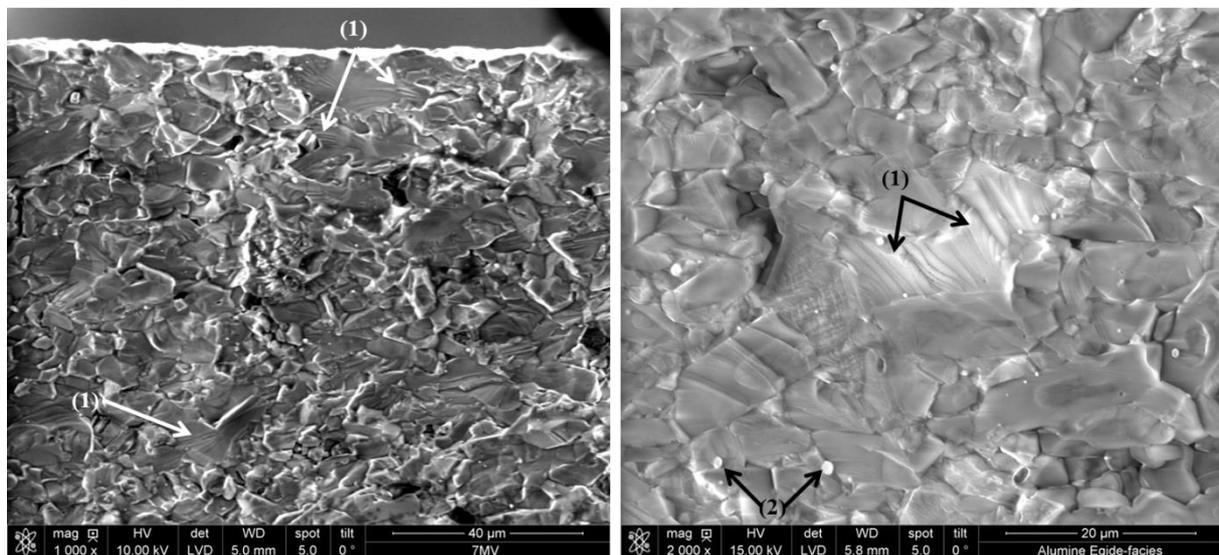
Figure 38 : Cartographie par EDX de la composition d'une image d'alumine HTCC

Les zones de couleur jaune sur la Figure 38 correspondent à des régions riches en tungstène et en silicium (5%). Les zones rouge clair, correspondant aux limites des grains, contiennent du calcium (0,5%), du chrome (1,5%), du magnésium (0,6%) et de l'alumine (97%). Les zones rouge sombres, au centre des grains, sont constituées uniquement d'alumine. Enfin, les zones bleues, correspondant à un espace entre les grains visibles au premier plan et donnant des informations sur les grains situés au

second plan, renvoient une composition d'alumine (90%), de silicium (5%), de calcium (3%), de chrome (1%) et de magnésium (1%).

La présence de ces différents éléments en plus de l'alumine s'explique probablement par le procédé de fabrication de l'alumine. Les impuretés riches en tungstène, très compactes et séparées des grains, sont potentiellement des résidus issus des billes en carbure de tungstène utilisées lors du broyage de l'alumine. Le silicium, le calcium, le chrome et le magnésium sont situés sur le pourtour des grains. Il s'agit probablement d'éléments ajoutés avant frittage dans la poudre d'alumine. Leur présence permet d'abaisser localement la température de fusion et permet d'obtenir à l'échelle locale une phase liquide facilitant la diffusion de matière pendant l'étape de frittage. La revue bibliographique (1.I.2.2) avait démontré que CaO et SiO₂ augmentent la vitesse de diffusion et que MgO inhibe la croissance des grains.

Des observations de faciès de rupture d'éprouvettes de flexion ont été réalisées afin de confirmer l'aspect fragile du comportement du matériau et de tenter d'identifier des défauts susceptibles d'amorcer la rupture.



(1) Marches de clivage

(2) Impuretés riches en tungstène

Figure 39 : Observations MEB (électrons secondaires sous vide partiel) de faciès de rupture en flexion d'alumine HTCC

Les images au MEB des faciès telles que celles de la Figure 39 présentent des marches de clivage témoignant d'une rupture intragranulaire : la fissure s'est propagée au sein du cristal. Elles sont reconnaissables par un ensemble de lignes parallèles visibles dans un grain. Ces lignes correspondent aux plans les plus faibles de la structure cristalline du grain. La présence des marches de clivage est signe d'une rupture fragile, confortant la décision d'utiliser le modèle de Weibull pour l'alumine HTCC. Le très grand nombre de marches de clivage et l'absence d'identification d'un défaut semblant amorcer la rupture présentent une rupture assez chaotique dans le plan de fissuration. Bien que la présence des porosités soit attestée (Figure 39), les fissures ne semblent pas trouver leurs origines au voisinage des porosités. Elles ne correspondent probablement pas au « défaut critique » au sens de la théorie de Weibull (1.II.2). Cependant, les particules riches en tungstène, souvent proches des zones contenant les marches de clivage, peuvent être une origine possible à l'amorce des ruptures, donc un candidat potentiel correspondant au « défaut critique ». La différence de propriétés élastiques à l'échelle locale peut amener à la création de concentration de contraintes et amorcer une fissuration.

3.I.3 Analyse probabiliste de la rupture de l'alumine HTCC à température ambiante

Le processus d'identification des paramètres des Weibull d'un matériau à partir d'essais de flexion quatre points a été présenté dans les sections 1.II.5.2 et 2.I.4. En effet, chaque série d'essais, à une température donnée, mène à l'obtention d'une distribution de contraintes à la rupture. Ces dernières, via la méthode du maximum de vraisemblance, permettent d'identifier le module de Weibull dans un premier temps puis le paramètre d'échelle. Il est aussi nécessaire de valider les paramètres obtenus en utilisant la notion de volume équivalent de la théorie de la rupture fragile. En effet, quelle que soit la taille des éprouvettes et le type de sollicitation (quatre points ou trois points), les mêmes paramètres de Weibull doivent être obtenus pour toutes les campagnes d'essais. Ainsi, la comparaison des différentes valeurs, déterminées selon les séries d'essais permettra de valider le modèle de Weibull et par la suite d'affiner l'identification.

3.I.3.1 Rupture en flexion quatre points à 20°C d'éprouvettes de dimensions 25×2,5×2 mm³

Comme expliqué dans la section 2.I.1, les campagnes de flexion quatre points sont toutes réalisées selon la norme NF 843-1, avec une vitesse de déplacement de traverse de 0.5 mm/min. Il est intéressant de noter que les éprouvettes d'alumine HTCC sont constituées de couches cofrittées dont les limites sont visibles à l'œil nu. Il y a donc deux directions possibles de sollicitation des éprouvettes : les couches peuvent être placées verticalement ou horizontalement. C'est la dernière configuration qui a été retenue pour toutes les campagnes d'essais (Figure 40). Elle correspond à l'orientation des couches au sein la fenêtre en alumine HTCC.

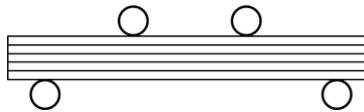


Figure 40 : Orientation des couches d'alumine HTCC lors des essais de flexion

Seul le déplacement de la traverse et la valeur de l'effort appliqué sont mesurés. Les courbes permettent de constater la présence d'un domaine de mise en position des appuis puis une évolution quasi-linéaire de l'effort en fonction du déplacement.

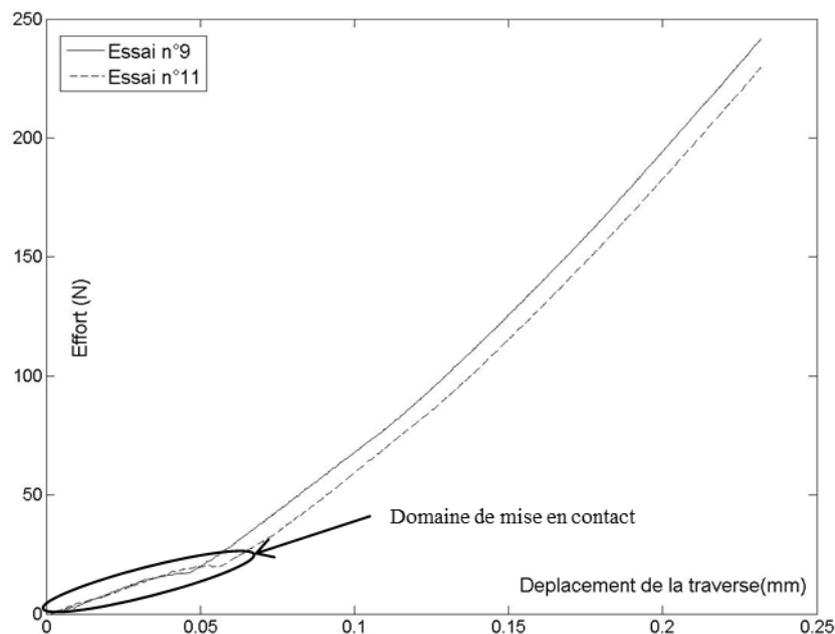


Figure 41 : Exemples de courbes de flexion quatre points avec le domaine de mise en position des rouleaux.

Le contact initial entre l'éprouvette et les rouleaux supérieurs n'est pas parfait. Il y a un temps d'ajustement dû notamment aux mouvements des différentes liaisons pivots du montage. En pratique, un des appuis supérieurs entre en contact avec l'éprouvette puis le second. Les efforts ne sont pas donc uniformément répartis initialement entre les deux rouleaux supérieurs : le premier en contact applique un effort plus important sur l'éprouvette que le second. L'ajustement de cette asymétrie se traduit graphiquement (Figure 41) par une pente fluctuante pour les faibles déplacements, à cause des variations locales d'efforts visibles sur la Figure 41.

Trente éprouvettes d'alumine HTCC ont été testées pour cette série d'essais. Toutes ont rompu entre les rouleaux d'appuis supérieurs, rupture attendue pour ce type de sollicitation mécanique, et donc retenues pour l'analyse statistique de Weibull. La moyenne des contraintes à la rupture est de 383 MPa, avec une valeur minimale de 291 MPa et une valeur maximale de 461 MPa. Une forte dispersion des valeurs de contraintes à la rupture est relevée, caractérisée par un écart-type de 39 MPa. La Figure 42 représente la distribution de ces contraintes en fonction du numéro d'éprouvette. La dispersion des valeurs est plus grande que l'incertitude de mesure de la méthode (2 MPa), montrant qu'il existe une large distribution des contraintes à la rupture de l'alumine HTCC et renforçant le caractère probabiliste de la rupture.

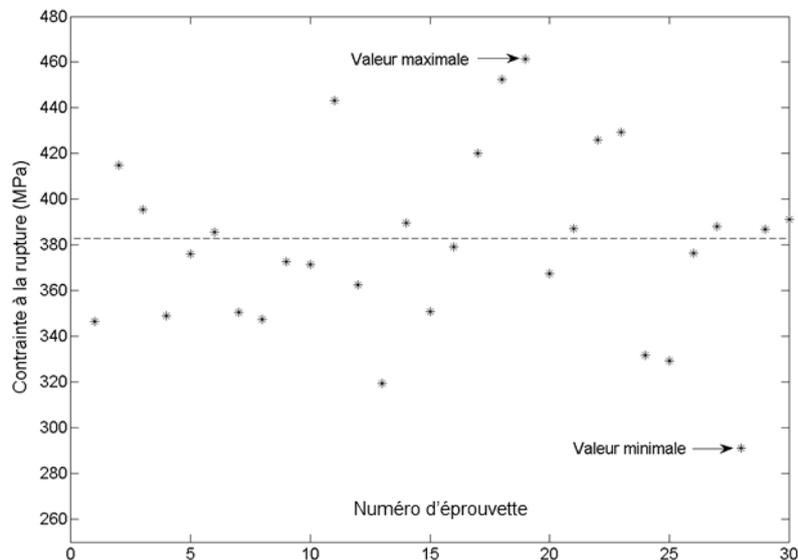


Figure 42 : Distribution des contraintes à la rupture pour les éprouvettes $25 \times 2,5 \times 2 \text{ mm}^3$ d'alumine HTCC en flexion quatre points à 20°C

La distribution de contraintes à la rupture est traitée par la méthode du maximum de vraisemblance pour obtenir les paramètres de Weibull suivant :

$$m(4\text{pts}, 25 \times 2,5 \times 2 \text{ mm}^3) = 9,84$$

$$\sigma_0(4\text{pts}, 25 \times 2,5 \times 2 \text{ mm}^3) = 435 \text{ MPa}$$

Le test statistique du Khi^2 est effectué pour comparer les deux distributions et s'assurer de la pertinence des valeurs de paramètres obtenues. Les contraintes à la rupture sont donc calculées selon l'Eq. (76) avec le module de Weibull et le paramètre de forme précédemment identifiés.

$$\sigma_{theorique} = \sigma_0 \left(\frac{-1}{Veq} \ln(1 - P_{theorique}) \right)^{1/m} \quad (76)$$

Le terme $P_{theorique}$ correspond à des valeurs de probabilité de rupture arbitrairement choisies. Elles doivent être comprises entre 0 et 1 et avec un pas permettant de balayer l'ensemble de la courbe de Weibull. Ce pas doit aussi permettre le test statistique du χ^2 . Il faut donc autant de probabilités théoriques de rupture que de valeurs expérimentales. Par souci de simplicité, les estimateurs de probabilité sont alors choisis (1.II.5.3).

$$P_i = \frac{i - 0,5}{n} \quad (77)$$

Le test d'indépendance du χ^2 avec trente valeurs expérimentales est rejeté à 0,5% si le χ^2 est inférieur à 13,12 d'après la table [136]. Le nombre de degrés de liberté correspondant est égal au nombre d'éprouvettes moins 1 et la valeur-p est choisie arbitrairement. La valeur de 5% est souvent choisie par défaut mais, afin de conforter les résultats, la valeur 0,5% est ici utilisée. Le χ^2 calculé est égal à 11,04, l'hypothèse d'indépendance est donc rejetée. Les deux distributions, théorique et expérimentale, dérivent de la même loi de probabilité et sont représentées sur la Figure 43.

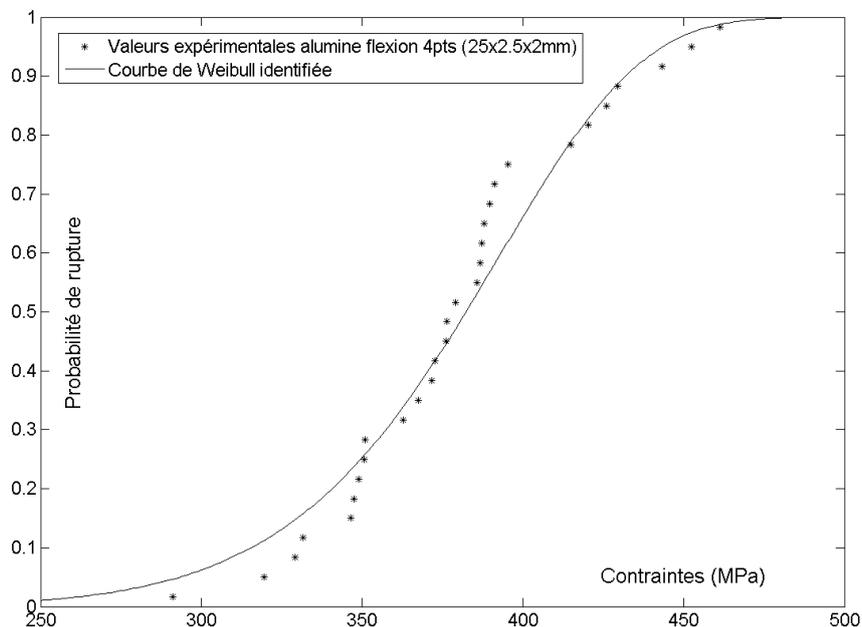


Figure 43 : Courbe de Weibull identifiée pour des éprouvettes $25 \times 2,5 \times 2 \text{ mm}^3$ d'alumine en flexion quatre points à 20°C

La Figure 43 permet de constater que la distribution expérimentale correspond à une courbe de Weibull dite unimodale. C'est-à-dire qu'une distribution de Weibull simple suffit à décrire la rupture du matériau et que cette dernière serait provoquée par un seul type de défaut. Sa présence est supposée car les observations des faciès (3.I.2) n'ont pas permis de révéler la nature du défaut critique. Avec trente valeurs expérimentales, cette première campagne de flexion avec l'alumine HTCC servira de référence pour les séries d'essais suivantes, contenant moins d'échantillons.

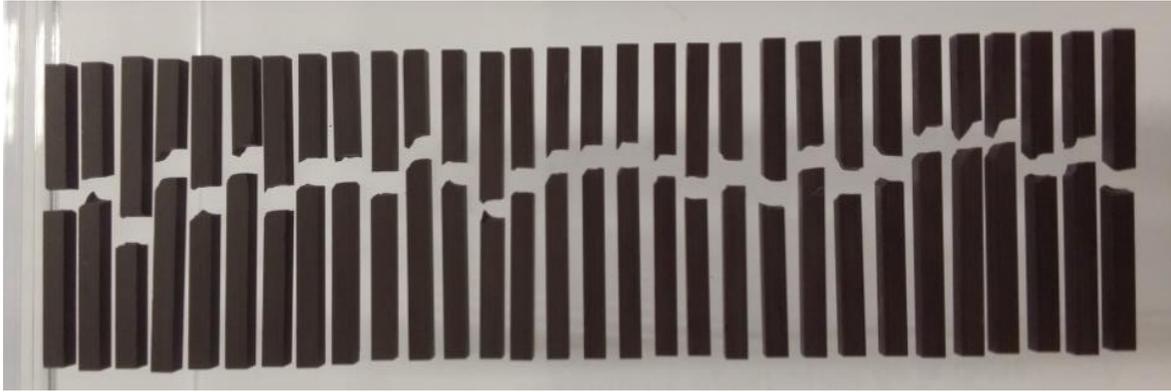


Figure 44 : Eprouvettes de flexion quatre points de petites dimensions classées par ordre croissant de leur valeur de contrainte à la rupture (de gauche à droite).

Il est important de noter sur la Figure 44, que l'ensemble des éprouvettes a rompu uniquement en deux morceaux, caractérisant une rupture à faible énergie et donc montrant la faible résistance de l'alumine HTCC. De plus, la majorité des amorces de rupture a eu lieu à proximité d'un rouleau d'appui supérieur.

Enfin, la grande majorité des faciès ne sont pas parfaitement plans. La fissure traverse dans un premier temps perpendiculairement les différentes couches d'alumine puis bifurque une première fois pour se propager dans une interface entre deux couches et une deuxième fois pour rompre les derrières couches d'alumine. Ce phénomène peut témoigner de la présence potentielle de contraintes résiduelles ou de porosités facilitant la propagation à l'interface des couches d'alumine de la fissure. Le phénomène peut aussi s'expliquer par le fait que les grains sont moins enchevêtrés à l'interface, facilitant la propagation de la fissure.

3.1.3.2 Rupture en flexion quatre points à 20°C d'éprouvettes de dimensions 45×4×3 mm³

Il a été présenté dans la section 1.II.4 la notion de volume équivalent et l'influence de l'effet de volume sur la résistance d'une éprouvette. Les effets de volumes correspondent soit à des modifications de taille d'éprouvette (effet de volume physique) ou par un changement de type de chargement (effet de volume statistique). La deuxième série d'essais de flexion quatre points sur l'alumine permet de vérifier la capacité d'un modèle de Weibull à décrire le comportement du matériau en vérifiant l'effet de volume physique.

En effet, le type de sollicitation est conservé, bien que la distance entre appuis double, mais les dimensions des éprouvettes passent de 25×2,5×2 mm³ à 45×4×3 mm³. Le volume équivalent est alors multiplié par 4,32. En reprenant l'Eq. (22) on obtient l'Eq. (78).

$$\sigma(4\text{pts}, 45 \times 4 \times 3\text{mm}^3) = \sigma(4\text{pts}, 25 \times 2,5 \times 2\text{mm}^3) \left(\frac{V_{eq}(4\text{pts}, 45 \times 4 \times 3\text{mm}^3)}{V_{eq}(4\text{pts}, 25 \times 2,5 \times 2\text{mm}^3)} \right)^{-1/m} \quad (78)$$

Selon la théorie de Weibull, les contraintes à la rupture mesurées pour les éprouvettes de plus grandes tailles devraient être égales à 0,86 fois la valeur des contraintes relevées dans le cas de la flexion avec les éprouvettes de dimensions 25×2,5×2mm³, et donc plus faibles. Cette hypothèse est valide si l'effet de volume est correctement représenté par le modèle de Weibull utilisé.

Dix-neuf éprouvettes d'alumine HTCC de dimensions 45×4×3 mm³ ont été testées pour cette campagne. Toutes ont rompu entre les appuis supérieurs et sont donc retenues pour l'analyse statistique de Weibull. La moyenne des contraintes à la rupture est de 315 MPa, avec une valeur minimale de 245 MPa et une valeur maximale de 369 MPa. Une forte dispersion des contraintes à la

rupture est relevée, caractérisée par un écart-type de 36 MPa. La Figure 45 représente la distribution de ces contraintes en fonction du numéro d'éprouvette.

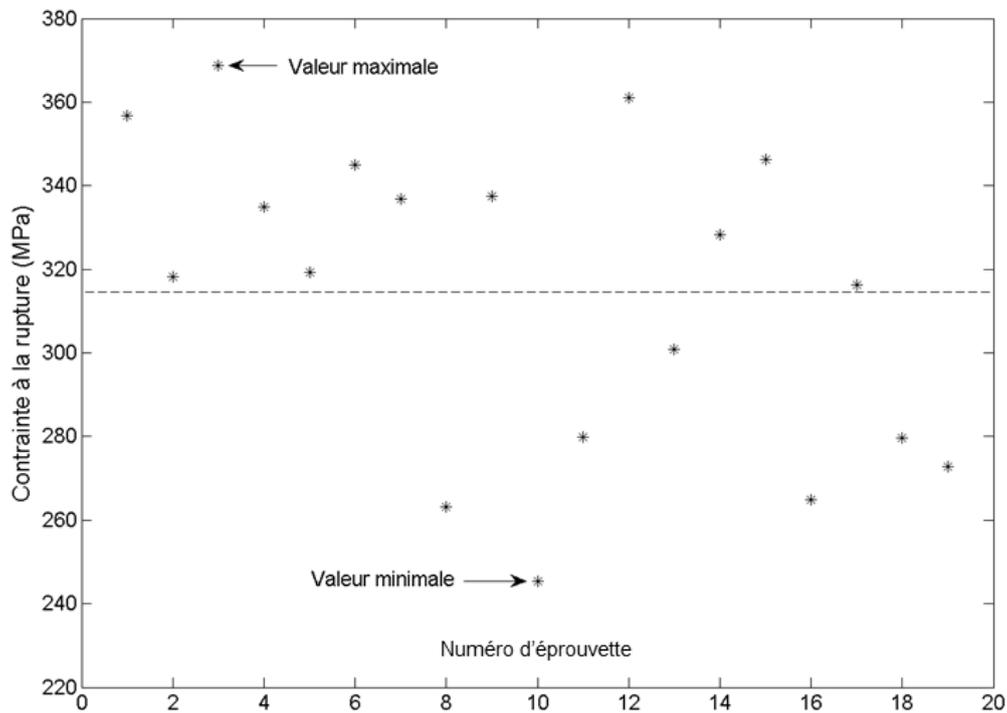


Figure 45 : Distribution des contraintes à la rupture pour les éprouvettes $45 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$ d'alumine HTCC en flexion quatre points à 20°C

L'écart type est sensiblement le même que celui obtenu en flexion quatre points avec les éprouvettes de petites dimensions, caractérisant une dispersion équivalente. La moyenne des contraintes est égale à 0,82 fois la moyenne des contraintes relevées avec les éprouvettes de petites dimensions, donc très proche de la valeur de 0,86 prévue. De plus, l'écart entre les deux distributions est largement supérieur à l'incertitude de mesure des contraintes en flexion quatre points.

La notion de volume équivalent a alors été utilisée pour calculer la courbe théorique de Weibull qui devrait être obtenue en gardant les mêmes paramètres de Weibull que ceux identifiés dans la section 3.I.3.1. Cette prédiction est alors comparée avec les valeurs expérimentales correspondant à la rupture des éprouvettes de flexion de grandes dimensions sur la Figure 46. Les estimateurs de probabilité donnés par l'Eq (77) ont été attribués aux deux distributions expérimentales.

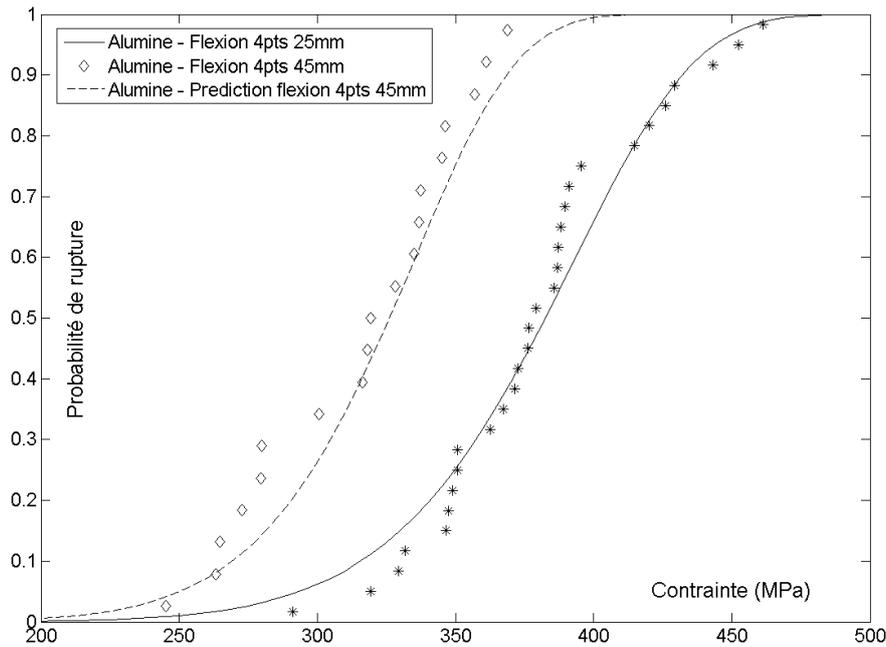


Figure 46 : Mise en évidence de l'effet de volume physique sur l'alumine HTCC

Le test du Khi^2 est alors réalisé pour vérifier si la courbe de prédiction et les valeurs des points expérimentaux sont indépendantes. La valeur calculée avec 19 éprouvettes est de 6,89. Le test est rejeté, et donc les courbes dépendantes, à une valeur-p de 1% (limite de rejet à 7,014). Les deux courbes traduisent donc probablement la même distribution. L'effet de volume est donc représenté, le lien prédiction/expérience est vérifié.

L'analyse statistique dans le cadre de la théorie de Weibull a aussi été réalisée dans un second temps sur la distribution de contraintes à la rupture de la flexion quatre points sur les éprouvettes de grandes dimensions via la méthode du maximum de vraisemblance :

$$m(4\text{pts}, 45 \times 4 \times 3\text{mm}^3) = 9,91$$

$$\sigma_0(4\text{pts}, 45 \times 4 \times 3\text{mm}^3) = 423 \text{ MPa}$$

Les paramètres de Weibull déterminés sur les éprouvettes de grandes dimensions sont très proches de ceux déjà identifiés précédemment sur les éprouvettes de petites dimensions. La différence peut s'expliquer par le nombre différent et faible de valeurs expérimentales entre les deux campagnes (19 contre 30 pour les éprouvettes de petites dimensions). L'importance du nombre de valeurs expérimentales disponible pour déterminer les paramètres de Weibull a été mise en évidence dans le chapitre bibliographique (1.II.5.4). La courbe de Weibull alors identifiée peut aussi être comparée avec les données expérimentales via le test statistique du Khi^2 . Avec une valeur de 3,83, le test est valide, donc la courbe théorique calculée et les valeurs expérimentales représentent la même distribution, pour une valeur-p de 0,1% (limite de rejet du test à 4,9 d'après la table).

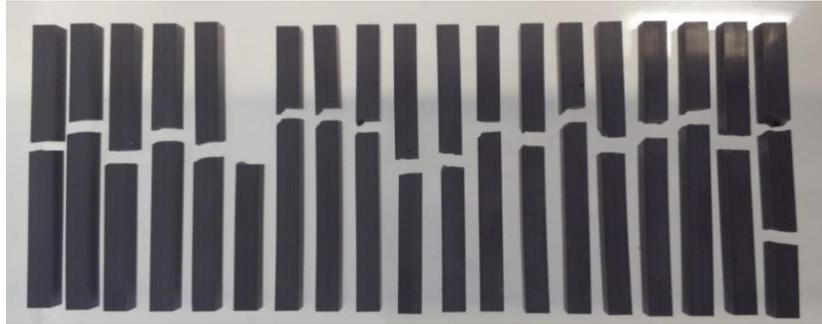


Figure 47 : Eprouvettes de flexion quatre points de grandes dimensions classées par ordre croissant de leur valeur de contrainte à la rupture (de gauche à droite).

Comme le présente la photographie de la Figure 47, toutes les éprouvettes ont rompu en deux fragments à l'exception d'une qui a rompu en trois fragments à la valeur de contrainte à la rupture la plus élevée de toute la population. Une large majorité de ces éprouvettes, de la même manière que celles de petites dimensions, présente une amorce de rupture à proximité des appuis supérieurs.

3.1.3.3 Rupture en flexion trois points à 20°C d'éprouvettes de dimensions 25×2,5×3 mm³

La dernière campagne d'essais avec l'alumine HTCC est une série d'essai de flexion trois points afin de mettre en évidence les effets de volume statistiques, c'est-à-dire liés à un changement du type de sollicitation, tout en gardant les mêmes dimensions d'éprouvette que celles de la campagne de référence.

Le volume équivalent caractérisant les essais de flexion trois points étant plus faible que celui caractérisant les essais de flexion quatre points, les valeurs des contraintes à la rupture relevées seront plus élevées en flexion trois points qu'en flexion quatre points sur les éprouvettes de mêmes dimensions, 25×2,5×2 mm³.

Selon la théorie, le module de Weibull est une propriété intrinsèque du matériau et devrait donc avoir la même valeur pour tous les essais de flexion sur l'alumine. Il est alors possible, comme dans la section 3.1.3.2, d'estimer la distribution des contraintes à la rupture en flexion quatre points uniquement par l'utilisation de la notion de volume équivalent.

$$\sigma(3\text{pts}, 25 \times 2,5 \times 2\text{mm}^3) = \sigma(4\text{pts}, 25 \times 2,5 \times 2\text{mm}^3) \left(\frac{V_{eq}(3\text{pts}, 25 \times 2,5 \times 2\text{mm}^3)}{V_{eq}(4\text{pts}, 25 \times 2,5 \times 2\text{mm}^3)} \right)^{-1/m} \quad (79)$$

En remplaçant dans l'Eq. (79) les valeurs calculées des volumes équivalents (0,42 mm³ pour la flexion trois points et 2,49 mm³ pour la flexion quatre points, on obtient l'Eq. (80) :

$$\sigma(3\text{pts}, 25 \times 2,5 \times 2\text{mm}^3) = 1,19 * \sigma(4\text{pts}, 25 \times 2,5 \times 2\text{mm}^3) \quad (80)$$

Les contraintes à la rupture en flexion trois points seront donc plus élevées qu'en flexion quatre points pour des éprouvettes de mêmes dimensions. Une valeur moyenne de 455 MPa est alors attendue pour cette distribution de contrainte à la rupture.

Au final, vingt-cinq éprouvettes d'alumine HTCC de dimensions 25×2,5×2 mm³ ont été testées pour cette série d'essais. La moyenne des contraintes à la rupture est de 414 MPa, nettement supérieure aux moyennes de contraintes à la rupture relevées dans les deux campagnes précédentes mais inférieures à la prédiction de 455 MPa, avec une valeur minimale de 296 MPa et une valeur maximale de 497 MPa. Une valeur plus forte de dispersion des contraintes à la rupture est constatée,

caractérisée par un écart-type de 60 MPa, contre 30 MPa et 39 MPa relevées précédemment. La Figure 48 représente la distribution de ces contraintes en fonction du numéro d'éprouvette.

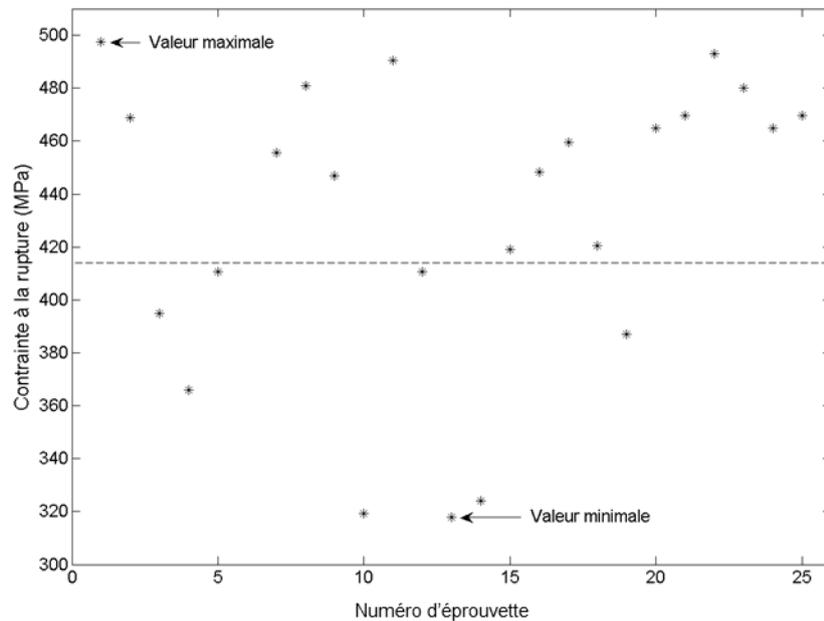


Figure 48 : Distribution des contraintes à la rupture pour les éprouvettes $25 \times 2,5 \times 2 \text{ mm}^3$ d'alumine HTCC en flexion trois points à 20°C

La courbe théorique de Weibull est alors calculée en utilisant la notion de volume équivalent et en gardant les paramètres de Weibull identifiés en considérant les essais de flexion quatre points sur les éprouvettes de petites dimensions comme valeurs de références. Les mêmes estimateurs de probabilité sont conservés pour tracer la Figure 49. Elle permet de constater que la prédiction surestime la résistance du matériau lors de la flexion trois points.

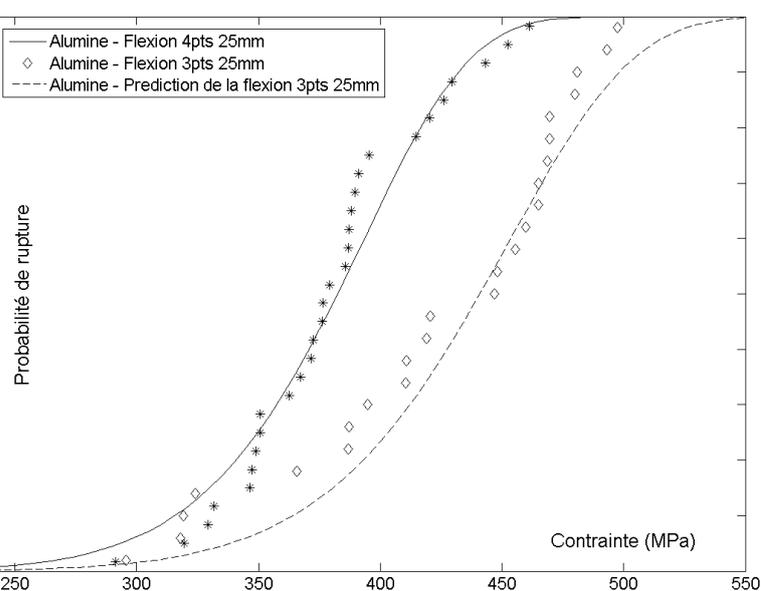


Figure 49 : Mise en évidence de l'effet de volume statistique sur l'alumine HTCC

L'analyse statistique de Weibull a aussi été réalisée en considérant les résultats de flexion trois points pour déterminer les paramètres de Weibull de la distribution des contraintes.

$$m(3\text{pts}, 25 \times 2,5 \times 2\text{mm}^3) = 9,21$$

$$\sigma_0(3\text{pts}, 25 \times 2,5 \times 2\text{mm}^3) = 415 \text{ MPa}$$

Les valeurs des paramètres de Weibull obtenues restent proches de celles identifiées à partir des essais de flexion quatre points. La différence est probablement due à la plus grande dispersion des valeurs de contraintes à la rupture. De plus l'incertitude de mesure est plus importante en flexion trois points qu'en flexion quatre points (2 MPa), notamment à cause de l'incertitude sur la position exacte du plan de fissuration. Néanmoins, l'effet de volume est bel et bien mis en évidence sur l'alumine HTCC, confortant l'utilisation du modèle de Weibull afin de décrire son comportement probabiliste.

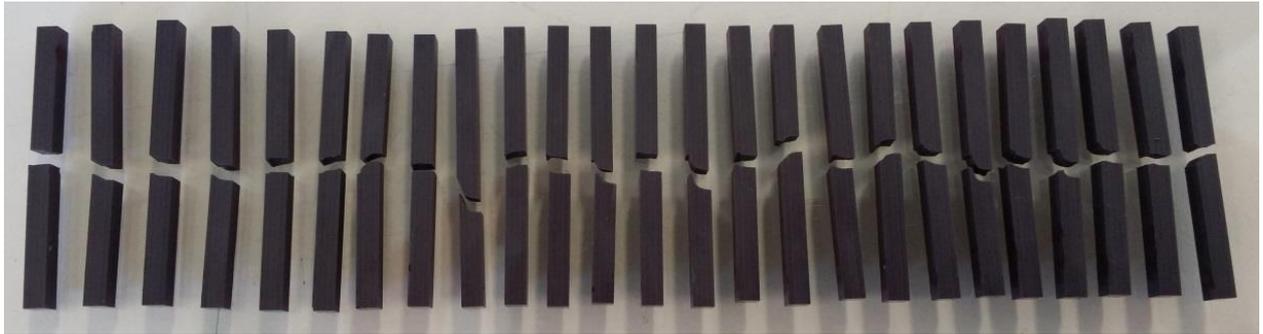


Figure 50 : Eprouvettes de flexion trois points de dimensions $25 \times 2,5 \times 2\text{mm}^3$ classées par ordre croissant de valeur de contrainte à la rupture (de gauche à droite).

La Figure 50 montre que les surfaces de rupture des éprouvettes de flexion trois points présentent les mêmes caractéristiques que celles des éprouvettes de flexion quatre points.

3.1.3.4 Identification globale des paramètres de Weibull pour l'alumine HTCC

Les trois séries d'essais de flexion sur l'alumine ont amené à des valeurs des paramètres de Weibull certes proches mais différentes. Il est important d'identifier correctement le module de Weibull et le paramètre d'échelle afin de réaliser des simulations concordantes avec la réalité expérimentale. L'étude bibliographique avait mis en évidence l'importance du nombre d'éprouvettes pour estimer les paramètres de Weibull. Il avait été admis qu'à partir de 30 valeurs expérimentales, l'impact de l'erreur d'estimation sur les valeurs identifiées devenait faible. C'est d'ailleurs pour cette raison que les valeurs des paramètres de la première campagne de flexion quatre points sur l'alumine étaient les références pour mettre en évidence les effets de volume.

La présente section propose une alternative afin d'affiner l'identification des paramètres de Weibull. Au lieu de considérer les campagnes comme étant indépendantes, le module de Weibull et le paramètre d'échelle sont ici déterminés à partir de l'ensemble des valeurs expérimentales, soit un total de 74 valeurs expérimentales. L'erreur d'estimation sera alors quasiment négligeable.

Il s'agit alors de calculer dans un premier temps le module de Weibull à partir des 74 valeurs de contraintes à la rupture mais en prenant en compte le volume équivalent correspondant à chacune des valeurs expérimentales. Le calcul par la méthode du maximum de vraisemblance est alors effectué à partir d'une distribution intermédiaire, définie par l'Eq. (81) et obtenue par les valeurs des contraintes σ_i et les volumes équivalents V_{eq-i} .

$$A_i = \sigma_i * (V_{eq-i})^{1/m} \quad (81)$$

Les valeurs de la distribution intermédiaire A_i dépendent de la valeur du module de Weibull, en raison de la présence du volume équivalent dans la loi de Weibull. Elles sont donc recalculées à chaque itération de Newton-Raphson lors de l'estimation du module de Weibull.

Le paramètre d'échelle est calculé dans un second temps avec l'Eq. (82). Il va de soi que cette démarche ne peut être mise en œuvre qu'après vérification que l'identification donne des résultats proches en considérant indépendamment chaque population.

$$\sigma_0 = \left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n V_{eq-i} * \sigma_i^m \right)^{1/m} \quad (82)$$

Avec un nombre n de 74 valeurs expérimentales, les paramètres suivants sont obtenus :

Série	4 points 25×2,5×2 mm ³	4 points 45×4×3 mm ³	3 points 25×2,5×2 mm ³	Ensemble des valeurs expérimentales
m	9,84	9,91	9,21	9,66
σ_0 (MPa)	435	423	415	426

Tableau 7 : Valeurs des paramètres de Weibull déterminés pour chaque série d'essais et pour l'ensemble des valeurs expérimentales

Le Tableau 7 montre que les valeurs estimées sont très proches de celles obtenues en considérant individuellement chaque série d'essais de flexion. Les résultats assurent également la prise en compte de la dispersion plus importante des valeurs de contraintes en flexion trois points, d'où un module de Weibull plus faible. Une représentation graphique des résultats est possible en affectant la distribution intermédiaire A comme abscisse. Le graphe obtenu sur la Figure 51a. permet de constater que l'ensemble des points expérimentaux répond à une distribution de Weibull unimodale. Cela signifie, d'un point de vue physique, que la rupture est provoquée par un seul type de « défaut ». Il n'y a pas de palier ou de « marche » tel que ceux présentés dans le chapitre bibliographique (1.II.2).

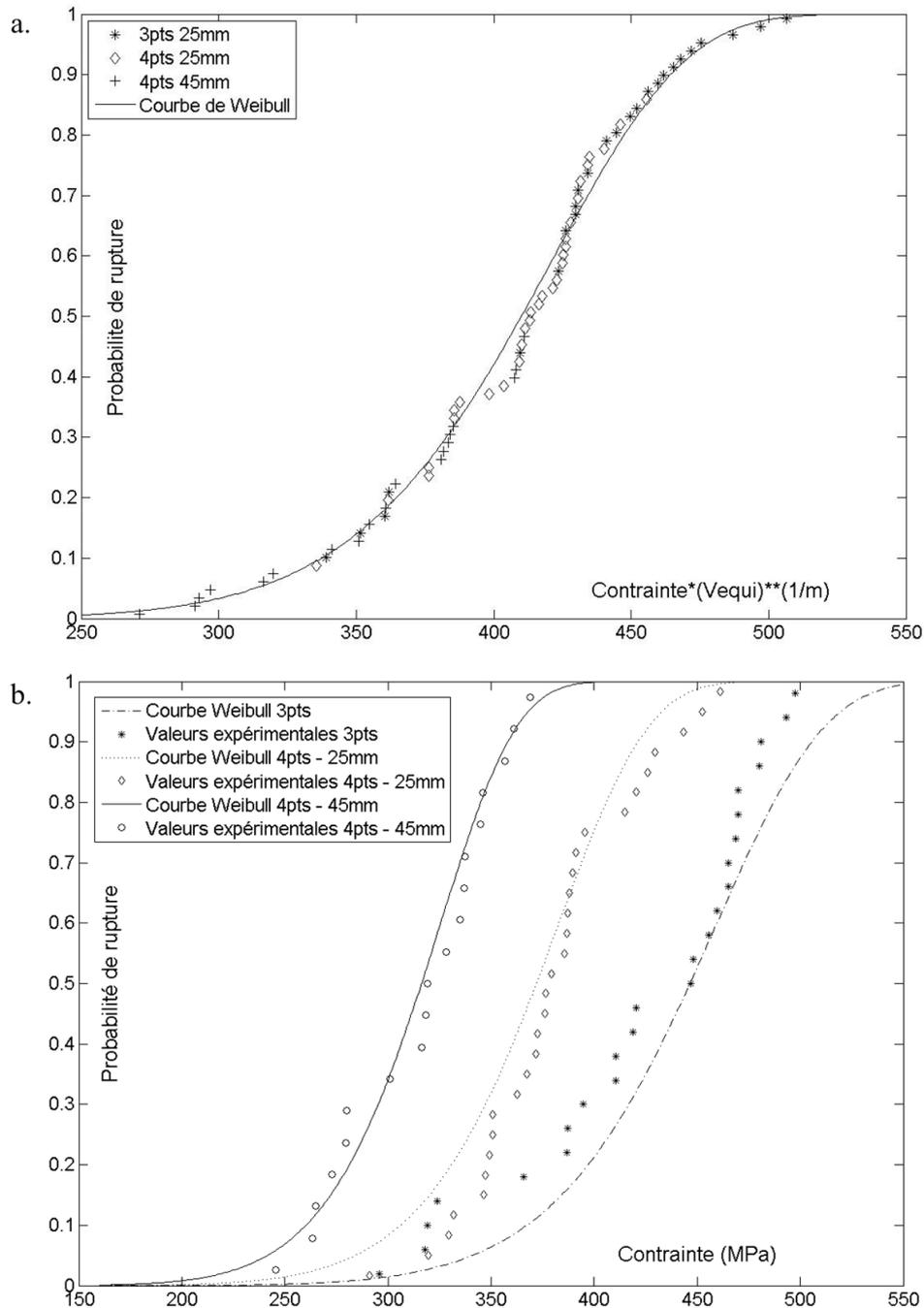


Figure 51 : Courbe de Weibull identifiée pour l'ensemble des essais sur l'alumine HTCC (a.) et courbes de Weibull identifiées pour chaque série d'essai avec les paramètres globaux (b.)

Le graphe de la Figure 51b montre que les paramètres globaux permettent de prédire précisément le comportement à la rupture des deux séries de flexion quatre points. Il existe un décalage entre la série d'essais de flexion trois points et sa prédiction par les paramètres globaux. Cela est dû à la plus grande dispersion des valeurs expérimentales en flexion trois points. Les paramètres obtenus à partir de la distribution globale seront utilisés pour les simulations numériques sur composants en alumine HTCC dans la 4.III. A noter aussi que les valeurs des paramètres obtenues sont proches de celles disponibles dans la littérature [65] avec un module de Weibull de 9,6 et un paramètre de forme de 383 MPa.

3.II Caractérisation du matériau AlSi CE9F

L'AlSi CE9F est le matériau novateur de cette étude. Au démarrage des travaux, plusieurs de ses propriétés mécaniques ont uniquement été déterminées par l'élaborateur et la majorité des publications scientifiques portent essentiellement sur ses propriétés thermiques. Il est alors nécessaire de caractériser les propriétés élastiques du matériau et leurs variations en fonction de la température dans la gamme $[-50^{\circ}\text{C}, 130^{\circ}\text{C}]$ considérée. Les composants embarqués effectuant leur cycle de vie dans cette plage de température, il est donc important de connaître les évolutions des propriétés élastiques afin de constituer des modèles numériques représentatifs du comportement mécanique du matériau. L'analyse détaillée de sa microstructure est aussi réalisée, mettant en évidence le comportement fragile de l'AlSi CE9F. Ce résultat suggère alors de réaliser une analyse statistique de la résistance à la rupture et donc la constitution d'un modèle de Weibull avec la prise en compte de l'effet de la température. Enfin, une dernière partie est consacrée à l'impact de cycles thermiques (représentant les sollicitations en service du matériau) sur les différentes propriétés mécaniques de l'AlSi CE9F.

3.II.1 Propriétés thermoélastiques de l'AlSi CE9F

Cette première section, consacrée aux propriétés mécaniques de l'AlSi CE9F a pour objectif de déterminer ses propriétés thermoélastiques : le module d'Young, le coefficient de Poisson et le coefficient de dilatation thermique, dans l'optique d'alimenter les modèles numériques en données matériaux. L'étude s'intéresse aussi à l'impact de la température sur les propriétés élastiques pour la gamme de température considérée.

3.II.1.1 *Mesure et analyse des variations du module d'Young de l'AlSi CE9F entre -50°C et 130°C*

Dans un premier temps, des mesures à température ambiante ont été réalisées par résonance acoustique, pour déterminer les valeurs du module d'Young et du coefficient de Poisson, afin de les comparer avec les données industrielles.

Elles ont été effectuées sur une plaque d'AlSi de $50 \times 20 \times 2 \text{ mm}^3$, géométrie optimale pour la résonance acoustique, permettant de réaliser les modes de flexion et de torsion. Avec une grande répétabilité, le module d'Young est estimé à 119 GPa et le coefficient de Poisson à 0,24, l'ensemble des valeurs est détaillé dans la section 3.II.4.1. Ces valeurs sont à mettre en relation avec celles disponibles dans la documentation de Sandvik, à savoir respectivement 118 GPa et 0,29. Les résultats sont donc quasiment identiques bien qu'il est important de noter que la documentation ne précise pas la méthode d'obtention des valeurs ni les températures d'essais.

La DMA et la résonance acoustique ont été utilisées pour la mesure des variations du module d'Young avec la température. Le dispositif de DMA du CNES permet d'atteindre des températures négatives allant jusqu'à -60°C contrairement au banc de résonance acoustique. Ce dernier, en revanche, est installé dans un four et permet de mesurer les variations du module d'Young jusqu'à de hautes valeurs de température. Néanmoins, la géométrie des éprouvettes, $45 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$, ne permet plus d'estimer la valeur du coefficient de Poisson par résonance acoustique. En effet, le mode de torsion ne peut être caractérisé à cause de la faible largeur des échantillons. L'hypothèse d'un coefficient de Poisson de 0,24 constant sur la gamme de température étudiée sera considérée par défaut dans la suite de l'étude.

Les essais de DMA ont été réalisés en flexion trois points sur des échantillons de dimensions $45 \times 3 \times 0,88 \text{ mm}^3$ avec une amplitude de $50 \text{ }\mu\text{m}$, une fréquence de 10 Hz et une vitesse de chauffe de $5^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$. Les essais de résonance acoustique ont été effectués avec une vitesse de chauffe de

1°C.min⁻¹ (au chauffage jusqu'à 130°C et au refroidissement) et une fréquence de mesure de 20 Hz. Les résultats des deux mesures sont présentés sur la Figure 52.

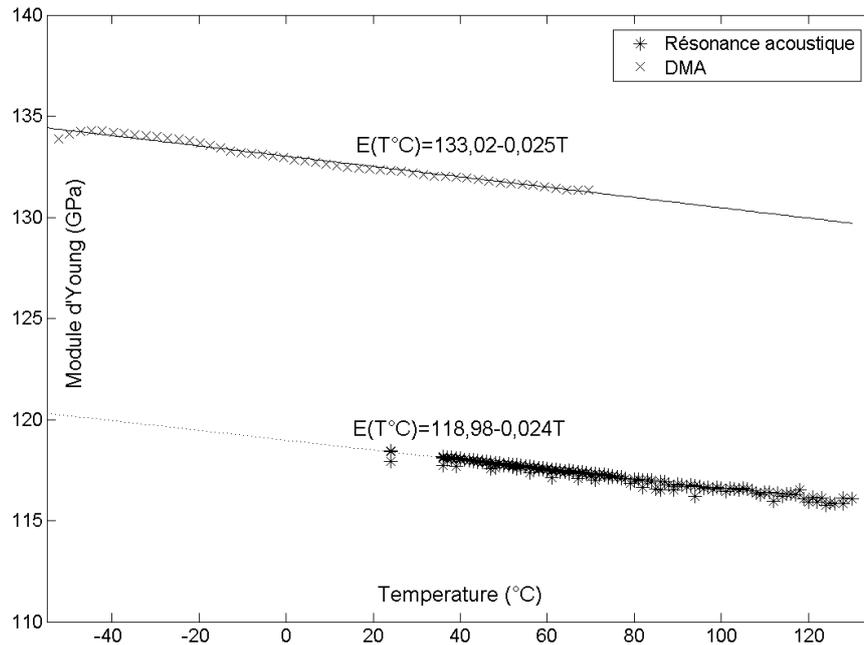


Figure 52 : Variations linéaires du module d'Young de l'AlSi CE9F de -50°C à 130°C, mesurées par DMA et résonance acoustique

Les deux courbes et leurs interpolations linéaires respectives permettent de constater une même variation linéaire du module d'Young sur la gamme de température considérée : une diminution de 2,42 GPa pour 100°C en résonance acoustique et 2,55 GPa pour 100°C en DMA. Les résultats de la Figure 52 montrent ainsi qu'il n'y a potentiellement pas d'évolution de la microstructure impactant fortement les propriétés mécaniques sur cette plage de température.

Il existe une différence entre les valeurs absolues de module d'Young mesurées avec les deux méthodes. En effet, les mesures par DMA peuvent être impactées par le type de sollicitation, les conditions limites et la fréquence de vibration utilisée (la fréquence du premier mode de résonance d'une poutre en flexion trois points est à 3087 Hz). Néanmoins, les deux méthodes confortent alors la variation linéaire du module d'Young de l'AlSi CE9F sur la gamme de température [-50°C ; 130°C]. Les valeurs obtenues par résonance acoustique et leur extrapolation linéaire pour les températures négatives seront utilisées dans les modèles numériques.

3.II.1.2 Mesure du coefficient de dilatation entre -50°C et 130°C

Toujours dans l'optique de vérifier les données du constructeur, des essais de dilatation ont été effectués dans les locaux du CNES. Des éprouvettes de 45×4×3 mm³ ont été utilisées avec une vitesse de chauffe de 5°C.min⁻¹.

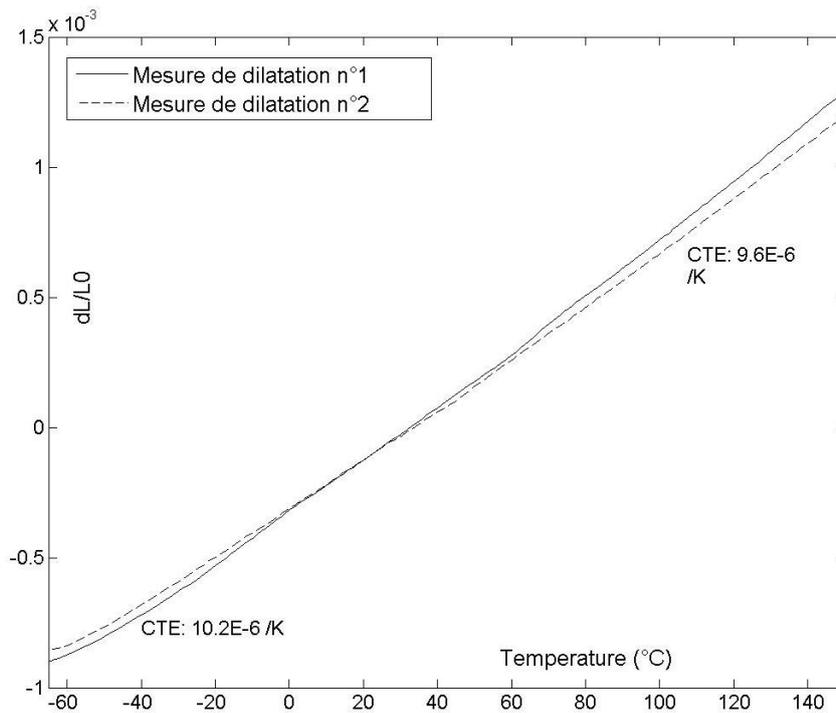


Figure 53 : Résultats d'essais de dilatation thermique sur l'AlSi CE9F

La variation de longueur de l'échantillon est quasi-linéaire, signe d'absence de modification de la microstructure, notamment de transformations de phase. La courbe de la Figure 53 permet de déterminer un coefficient de dilatation constant de -60°C à 130°C et estimé à $9,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ et à $10,2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Ces résultats sont à comparer avec des essais de dilatation similaires réalisés par Thalès AleniaSpace (Figure 54) mais l'étude avait été menée entre la température ambiante et 300°C . Un coefficient de dilatation moyen de $11,10^{-6} \text{ K}^{-1}$ avait été obtenu. Ce léger écart est probablement dû au fait que les gammes de températures étudiées diffèrent et qu'il existe une petite variabilité de la dilatation selon l'échantillon étudié.

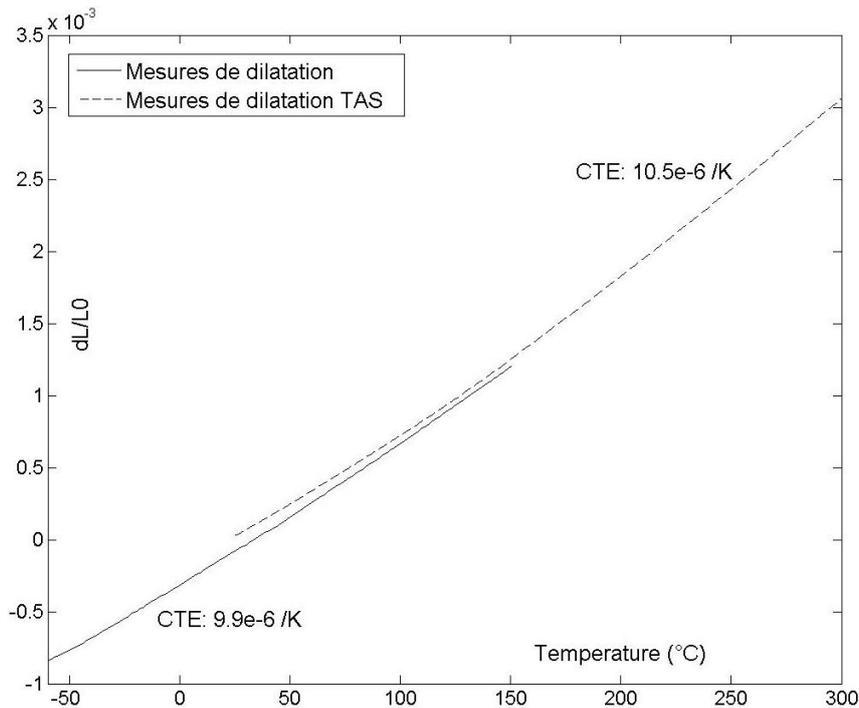


Figure 54 : Comparaison des essais de dilatation thermique sur l'AISI CE9F conduits chez TAS et au CNES

Ces deux études du coefficient de dilatation thermique permettent de constater le faible impact de la température sur ce paramètre matériau. Néanmoins, on peut constater une légère variation de la dilatation autour de 100°C pour les valeurs de Thalès AléniaSpace. Elles démontrent aussi que la valeur de 9.10^{-6} K^{-1} disponible dans la documentation du constructeur n'est pas celle mesurée expérimentalement. Les simulations numériques ultérieures considéreront un coefficient de dilatation constant sur la plage de température [-50°C ; 130°C] et égal à $10.10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

3.II.2 Microstructure de l'AISI CE9F

3.II.2.1 Un matériau homogène et isotrope

L'AISI CE9F est composé de deux phases distinctes. La première est une phase de silicium pur. Elle comporte de nombreux domaines de formes circulaires correspondant probablement aux vestiges des gouttes formées lors de l'étape de pulvérisation. La phase riche en aluminium vient remplir les espaces dans le squelette de silicium.

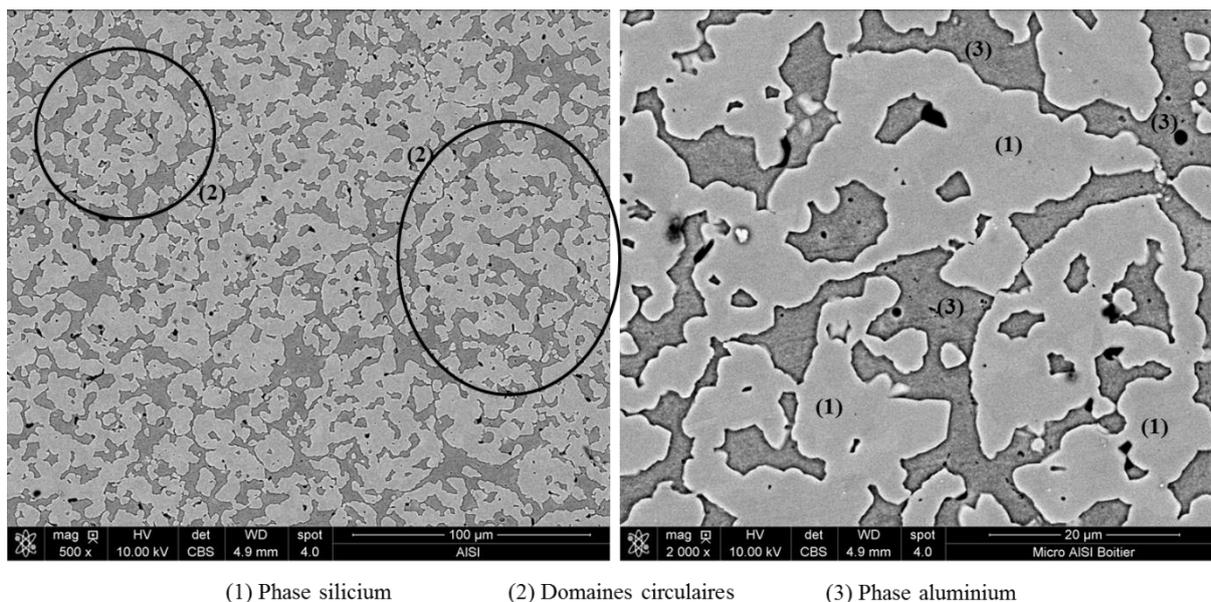


Figure 55 : Observations MEB (électrons rétrodiffusés) d'un échantillon d'AlSi avec la préparation AK (voir chapitre 2)

Les bruts d'AlSi CE9F sont fabriqués par le procédé d'atomisation décrit dans la section 1.I.1.2. Le matériau est donc construit couche par couche dans la direction de pulvérisation. Ce type de procédé peut amener à la constitution de matériaux non isotropes : les grains ont alors une orientation privilégiée (une texturation). La composition peut varier dans le brut formé entre le cœur du lopin et sa surface. Les concentrations des éléments chimiques peuvent également varier selon le plan de coupe observé.

De plus, la position des éprouvettes d'essais par rapport au lopin n'est pas connue. C'est-à-dire que les éprouvettes peuvent provenir du centre du lopin ou de ses surfaces. Enfin, le sens de découpe peut être dans la même direction que la pulvérisation ou transversale. Afin de voir si le matériau de l'étude présente un caractère anisotrope ou plutôt un caractère isotrope et homogène, deux méthodes ont été utilisées : l'analyse d'images de microscopie optique et la DRX.

Un échantillon de $45 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$ est découpé selon trois plans orthogonaux (Figure 56). Les surfaces à observer sont préparées selon la préparation PP décrite en section 2.III.1. Grâce à un microscope optique numérique, 20 clichés ont été réalisés par plan observé, à un grossissement $\times 1000$.

L'objectif est de quantifier les concentrations relatives des phases selon les trois plans (correspondants à trois directions d'observation) par analyse surfacique et de mettre en évidence d'éventuelles variations de microstructure. En effet, les deux phases, aluminium et silicium, sont parfaitement distinctes lors d'une observation au microscope optique.

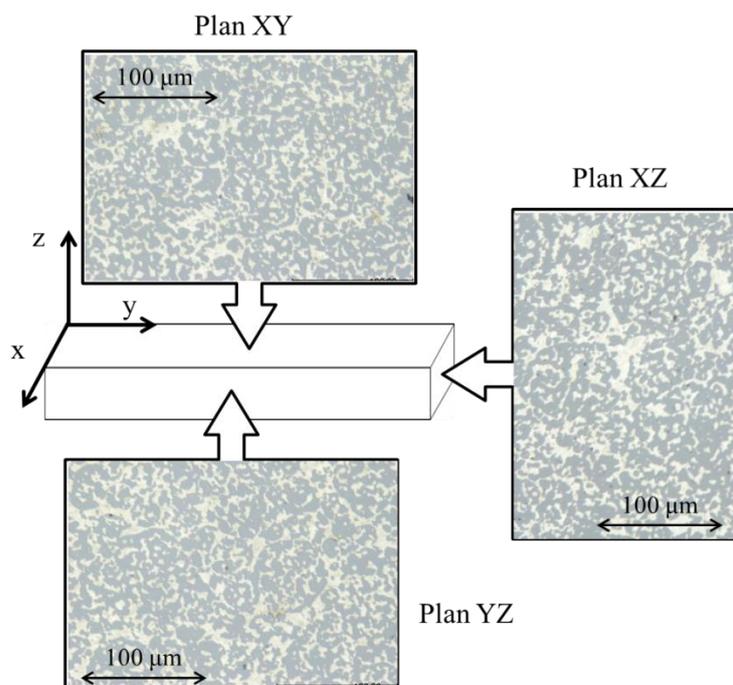


Figure 56 : Définition des plans d'observation et exemple de clichés de microscopie optique

Les résultats montrent que les plans présentent la même structure microscopique : des amas sphériques de silicium (en gris sur la Figure 56), vestiges des gouttelettes de la pulvérisation avec une phase aluminium (en clair). Il est intéressant de constater que cet agencement est présent pour toutes les directions d'observation.

La composition, obtenue par analyse surfacique des clichés, permet d'estimer les concentrations massiques moyennes de chacune des phases et présentés dans le Tableau 8.

Phase	Plan XY	Plan XZ	Plan YZ
Silicium	59,35%pds	60,12%pds	59,75%pds
Aluminium	40,65%pds	39,88%pds	40,25%pds
Ecart type	3%pds	2%pds	2%pds

Tableau 8 : Concentrations massiques des phases silicium et aluminium en fonction des trois plans d'observation

Les concentrations sont identiques pour l'ensemble des directions d'observation. Cela permet de confirmer le caractère isotrope de l'AlSi CE9F malgré son procédé d'élaboration. De plus, ces données valident les valeurs de l'élaborateur sur la composition du matériau.

La deuxième méthode est l'analyse DRX (2.III.2.1) qui permet de caractériser la nature cristallographique des différentes phases du matériau. La méthode permet aussi de déterminer si le matériau étudié est texturé, en comparant l'intensité des pics obtenus avec ceux disponibles dans les bases de données de PANalitical. Des mesures de DRX ont été effectuées avec une anticathode cuivre ($\lambda = 0,15484$ nm). L'ensemble des pics obtenus sur le spectre est comparé avec les pics de référence

du silicium avec une structure diamant [137] et de l'aluminium avec une structure cubique face centré [138] (Figure 57) à partir de la position des pics (angle 2θ) et des intensités correspondantes.

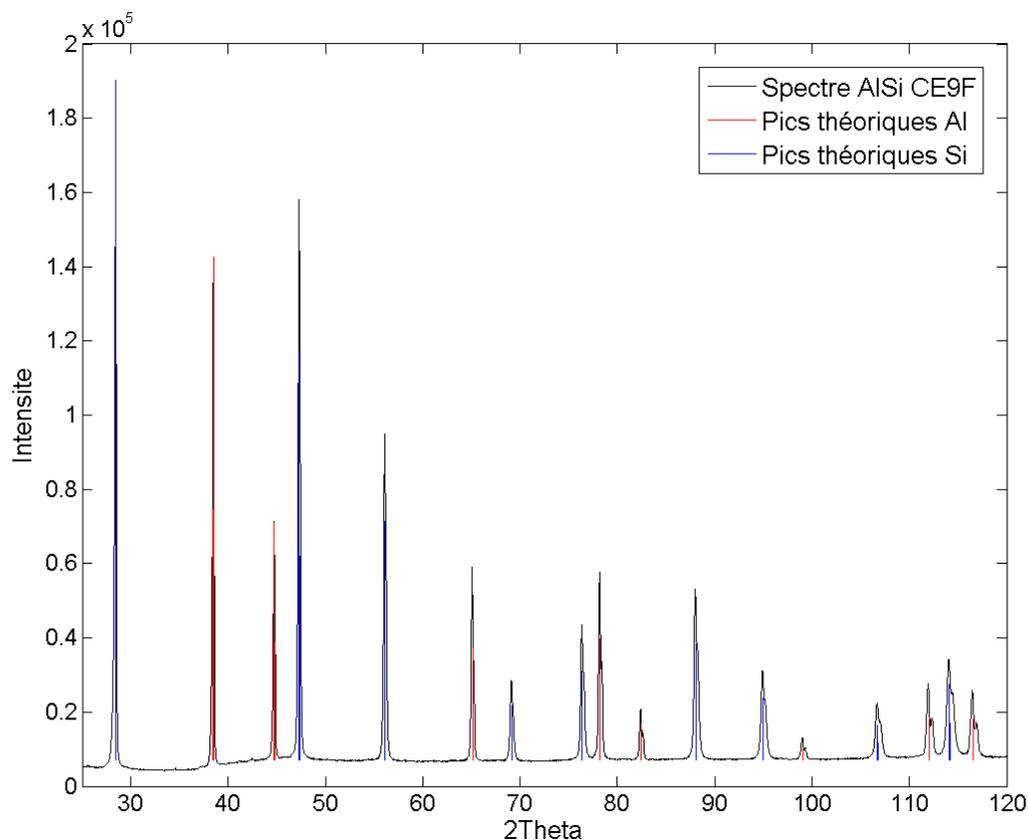


Figure 57 : Spectre de diffraction de l'AlSi CE9F par anticathode cuivre

AlSi	28,39°	38,49°	44,58°	47,30°	56,10°	65,11°	69,13°	76,04°	77,61°
Si	28,420°	-	-	47,306°	56,103°	-	69,173°	76,372°	-
Al	-	38,473°	44,74°	-	-	65,135°	-	-	78,23°

AlSi	82,44°	88,08°	95,03°	99,11°	106,82°	111,88°	114,18°	116,7°	127,48°
Si	-	88,059°	94,975°	-	106,735°	-	114,13°	-	127,57°
Al	82,438°	-	-	99,081°	-	112,046°	-	116,574°	-

Tableau 9 : Comparaison de la position des pics du spectre de l'AlSi CE9F avec les pics théoriques de l'aluminium et du silicium

Tous les pics représentés sur le spectre DRX de la Figure 57 peuvent être affectés au silicium ou à l'aluminium. Les positions des pics ainsi que leurs intensités correspondent aux données sur le

silicium et de l'aluminium avec les structures cristallographiques choisies. Il existe des écarts sur la position (maximum de $0,6^\circ$) mais ils sont globalement faibles. Ils sont probablement dus à la précision de l'équipement de mesure mais aussi à l'analyse du spectre, notamment pour les angles 2θ élevés où il est parfois difficile de trouver la position exacte du pic (les pics sont composés de la superposition de deux pics pour les grands angles 2θ). L'intensité des pics diffère des valeurs théoriques (souvent inférieure à la valeur attendue) uniquement pour les grands angles. Cela laisse suggérer l'absence de texturation dans la microstructure de l'AlSi CE9F, confortant une certaine forme d'isotropie.

Une série d'échantillons a ensuite été préparée selon la préparation PP, c'est-à-dire uniquement polis miroir et sans attaque chimique. Cela permet l'analyse du matériau sans modification chimique. Les clichés réalisés sur ce type d'échantillon au microscope électronique à balayage mettent en évidence la présence de particules claires, souvent de forme allongée (Figure 58) au sein de la microstructure de l'AlSi CE9F.

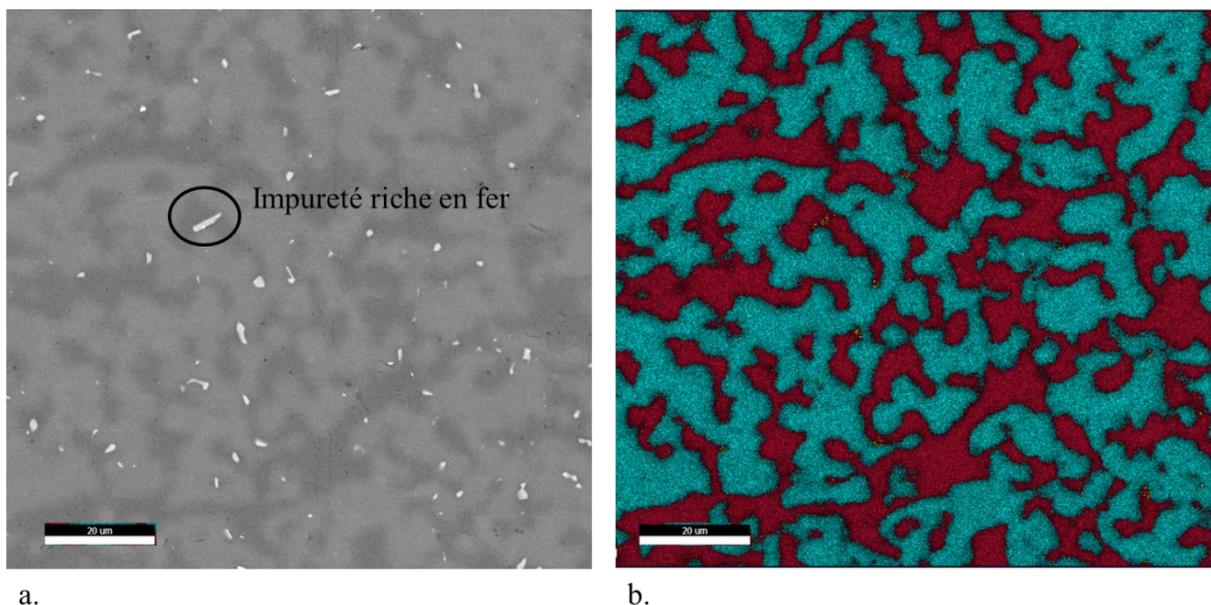


Figure 58 : Observations MEB (a.) (Électrons rétrodiffusés) de l'AlSi CE9F avec préparation PP avec mise en évidence d'impuretés riches en fer (en clair). Cartographie chimique de la zone étudiée (b.), le rouge représente l'aluminium et le bleu le silicium.

L'analyse chimique de ces impuretés par le capteur EDX permet d'affirmer qu'elles sont riches en fer, ce qui est cohérent avec le fait que ces zones apparaissent plus claires sur les clichés en électrons rétrodiffusés. Ces impuretés sont localisées dans la phase riche en aluminium (la plus sombre sur la Figure 58). Les impuretés de fer sont probablement présentes dans les poudres avant l'étape d'atomisation. Elles n'étaient pas visibles avec les préparations AK, qui permettaient de définir assez précisément les contours des deux phases et leurs concentrations relatives. En effet, le réactif de Keller attaque ces particules riches en fer qui disparaissent des clichés réalisés après préparation AK. A noter également, qu'elles ne sont pas discernables lors des observations optiques de l'AlSi.

L'analyse DRX n'a pas révélé de pic de diffraction pour l'élément chimique fer. La concentration massique des particules au sein des échantillons est trop faible pour être quantifiée. En revanche, sur les clichés MEB et par le capteur EDX, il est possible d'estimer sa concentration sur la surface étudiée, trop faible pour représenter l'ensemble de l'échantillon. Par exemple, la Figure 58 présente une cartographie chimique des éléments (une couleur correspond à un élément). La concentration du fer sur cette image est de seulement de 0,1% en masse. Il est donc très difficile de quantifier la concentration macroscopique des particules de fer dans l'AlSi.

3.II.2.2 Etude des grains de silicium et d'aluminium

3.II.2.2.1 Observations au MEB

Les premières études sur la microstructure de l'AlSi CE9F dans les travaux de la présente thèse ont été effectuées à partir d'échantillons avec des préparations PP et AK, révélant les deux phases en présence.

Le caractère biphasé de la microstructure de l'AlSi est connu, cependant il est intéressant d'analyser l'organisation de chacune des phases. L'analyse par diffraction des rayons X est possible parce que les phases sont majoritairement polycristallines. L'objectif est donc ici de considérer des résultats complémentaires concernant l'organisation cristalline de chacune des phases : taille, distribution et orientations des grains et les défauts possibles.

Des échantillons d'AlSi provenant de fragments des éprouvettes de flexion rompues ont été préparés selon les préparations S et SO. Le polissage par la silice colloïdale permet de révéler les grains de la phase silicium et de déterminer leur taille moyenne (Figure 59).

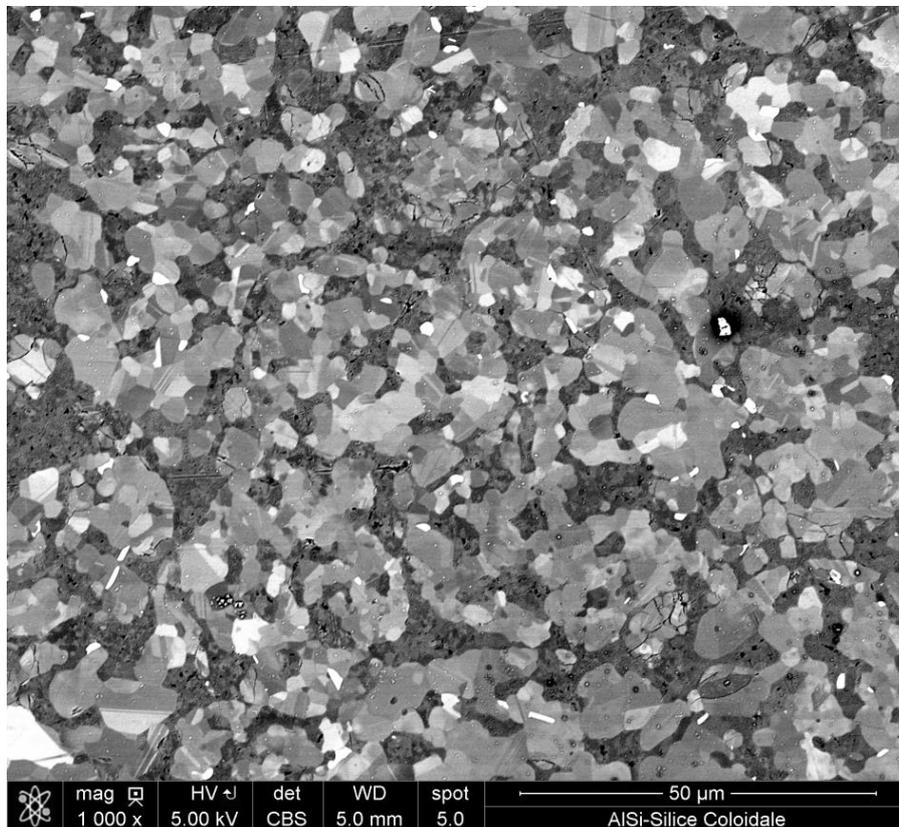
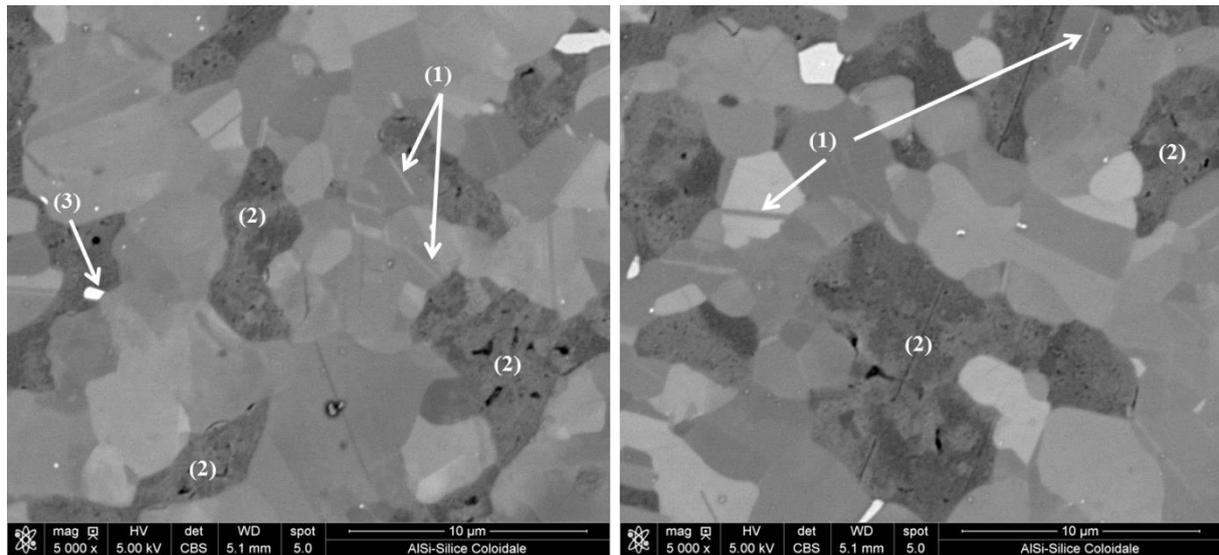


Figure 59 : Observation MEB (électrons rétrodiffusés) de l'AlSi CE9F avec préparation SO.

La taille moyenne des grains peut être estimée par la méthode des intercepts et est de l'ordre de 2 µm. La majorité des grains n'est pas allongée. Les différents niveaux de gris par grain sur l'image de la Figure 59 correspondent à différentes orientations de l'empilement cristallographique dans les grains.

Une observation plus approfondie permet de révéler l'aspect maclé des grains de silicium. Les macles sont constituées de l'association de plusieurs cristaux, orientés symétriquement les uns par rapport aux autres. Les joints de macle, visibles à l'observation représentent les plans de symétrie des macles. Les joints de macle se forment par la croissance simultanée des grains de silicium ou par

conséquence d'une action mécanique. Ce sont des défauts intragranulaires et peuvent être à l'origine de la formation de dislocations au sein du cristal.



(1) Joints de Macle

(2) Aluminium

(3) Amas riche en fer

Figure 60 : Observation MEB (électrons rétrodiffusés) des joints de macle des grains de silicium.

La préparation AK (réactif de Keller) permet théoriquement de révéler les joints de grain de la phase aluminium mais les observations sur les échantillons de type AK n'ont rien donné de concluant : la phase aluminium est attaquée en profondeur, même pour des temps courts d'exposition à l'agent réactif (2 secondes minimum). Les préparations électrochimiques sont hors de propos car l'AlSi CE9F n'est pas conducteur.

3.II.2.2.2 Caractérisation par la technique EBSD

Afin de conforter les conclusions sur les grains de silicium et de déterminer ceux de la phase aluminium, des échantillons avec préparation PP puis abrasion sous FIB (Focused ion beam) avec des ions gallium ont été analysés par EBSD. L'abrasion FIB permet de retirer la couche d'aluminium écrasée par le polissage. Les observations avant et après le FIB ont permis de constater que les formes des grains visibles dans la phase aluminium sur la Figure 60 ne sont pas des grains mais sont des étalements plastiques dus à l'écrasement pendant le polissage. Ce type de préparation par FIB permet d'observer des surfaces de petites dimensions (50 µm sur 50 µm). Il s'agit ainsi d'une analyse très locale du matériau.

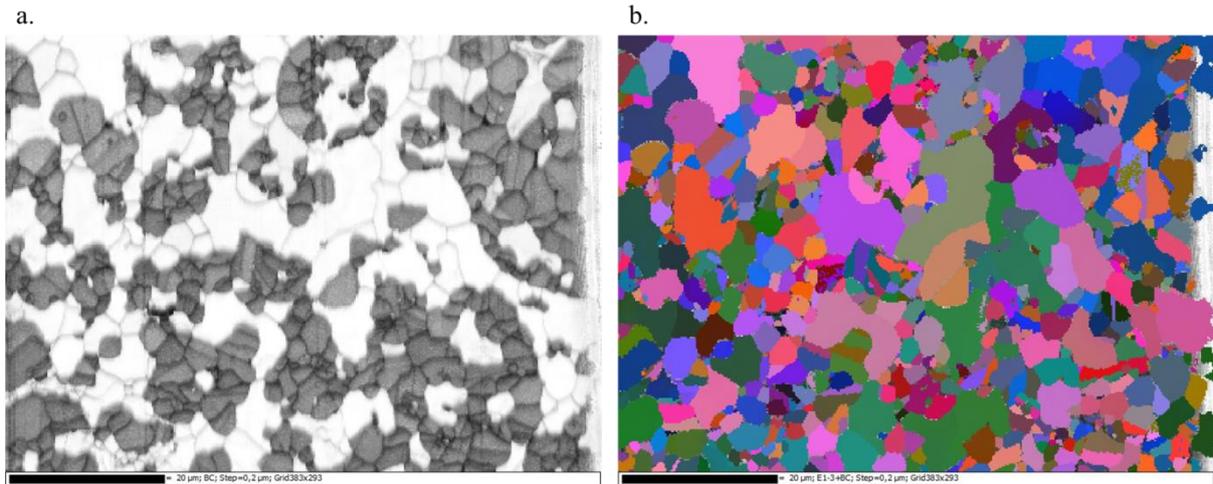


Figure 61 : Contrastes de bandes (a.), la phase silicium correspond à la phase sombre et la phase aluminium à la phase claire. Cartographie des angles d'Euler (b.) pour les deux phases.

La Figure 61a représente les contrastes de bandes de la surface analysée. Elle est obtenue à partir de l'analyse des lignes de Kikuchi. Elle permet de définir les limites de domaines cristallins cohérents. Chaque limite correspond à un changement, élevé ou faible, de l'orientation du cristal entre deux domaines délimités.

La Figure 61b donne la norme des angles d'Euler de la surface analysée. L'orientation d'un domaine cristallin est définie par trois angles, appelés angles d'Euler. Ils expriment l'orientation du cristal par rapport au repère de l'échantillon. La prise en compte des trois angles en une seule cartographie permet de distinguer les différents grains. Un changement de couleur entre deux domaines correspond à un changement de l'orientation cristalline, donc à des valeurs différentes des trois angles d'Euler. Ce type de cartographie ne permet pas de mettre en évidence des texturations de l'orientation cristalline. En analysant la cartographie par rapport à un angle d'Euler (Figure 62), il est possible de mettre en évidence les texturations mais les différents domaines cristallins sont moins observables.

A partir des deux cartographies de la Figure 61, il est possible de déterminer si une limite de domaine correspond à un joint de grain, à un sous-joint ou à une macle.

Les Figure 62 et Figure 63 représentent les résultats des analyses EBSD sur chacune des deux phases : l'orientation des grains par rapport à la normale de l'échantillon et les frontières des domaines cristallographiques. Ces dernières sont reconnues en tant que joint de grain en supposant qu'elles correspondent à un changement d'orientation d'un domaine à l'autre d'au minimum de 10° . Pour des changements d'orientation cristalline allant de 2° à 10° (valeurs exclues), l'analyse considère qu'il s'agit d'un sous-joint au sein d'un grain. Enfin, les macles sont caractérisées par des changements d'orientation de 60° .

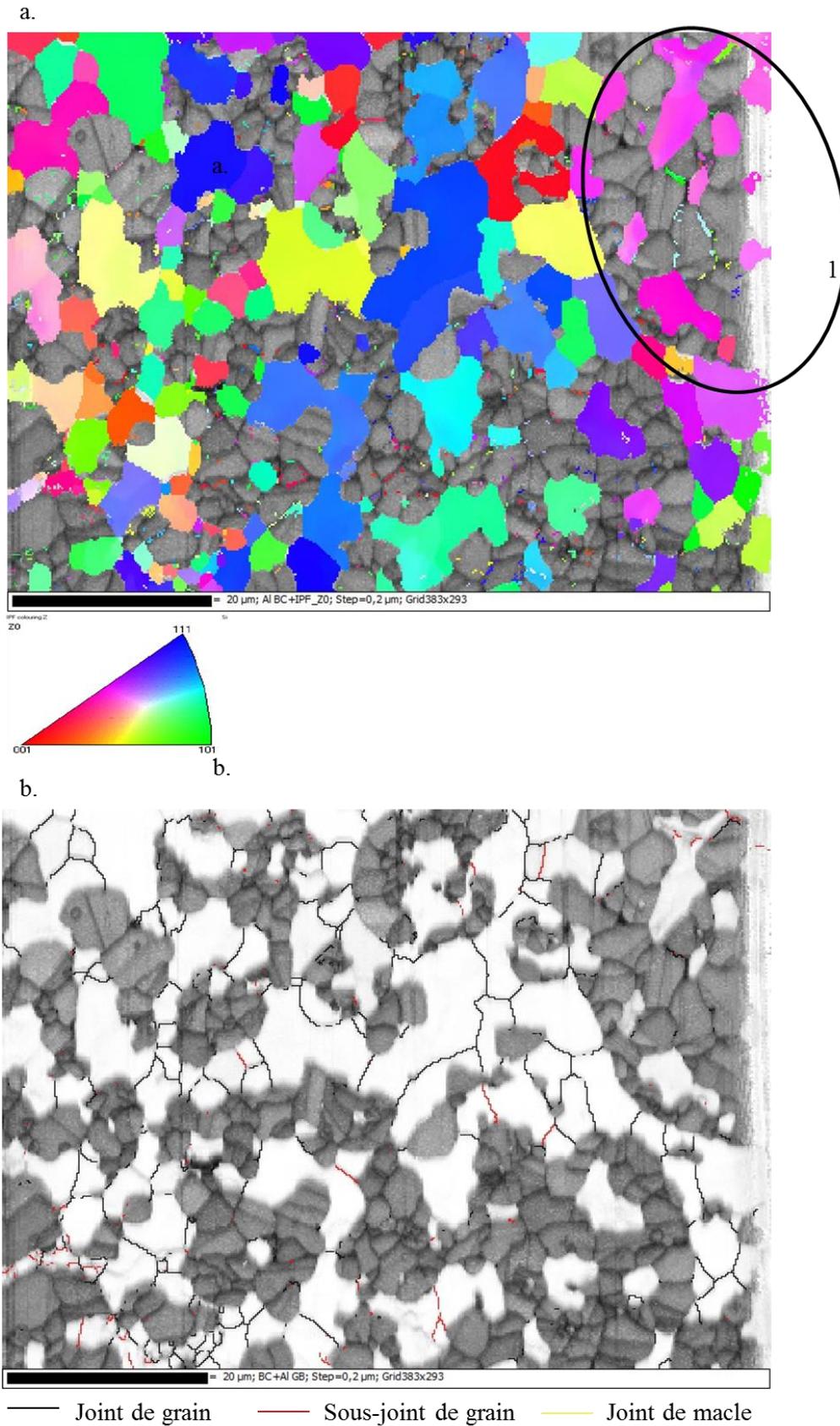


Figure 62 : IPF Z – cartographie de l'orientation des cristaux par rapport à la normale de l'échantillon (a.) et représentation des joints de grains (b.) dans la phase riche en aluminium

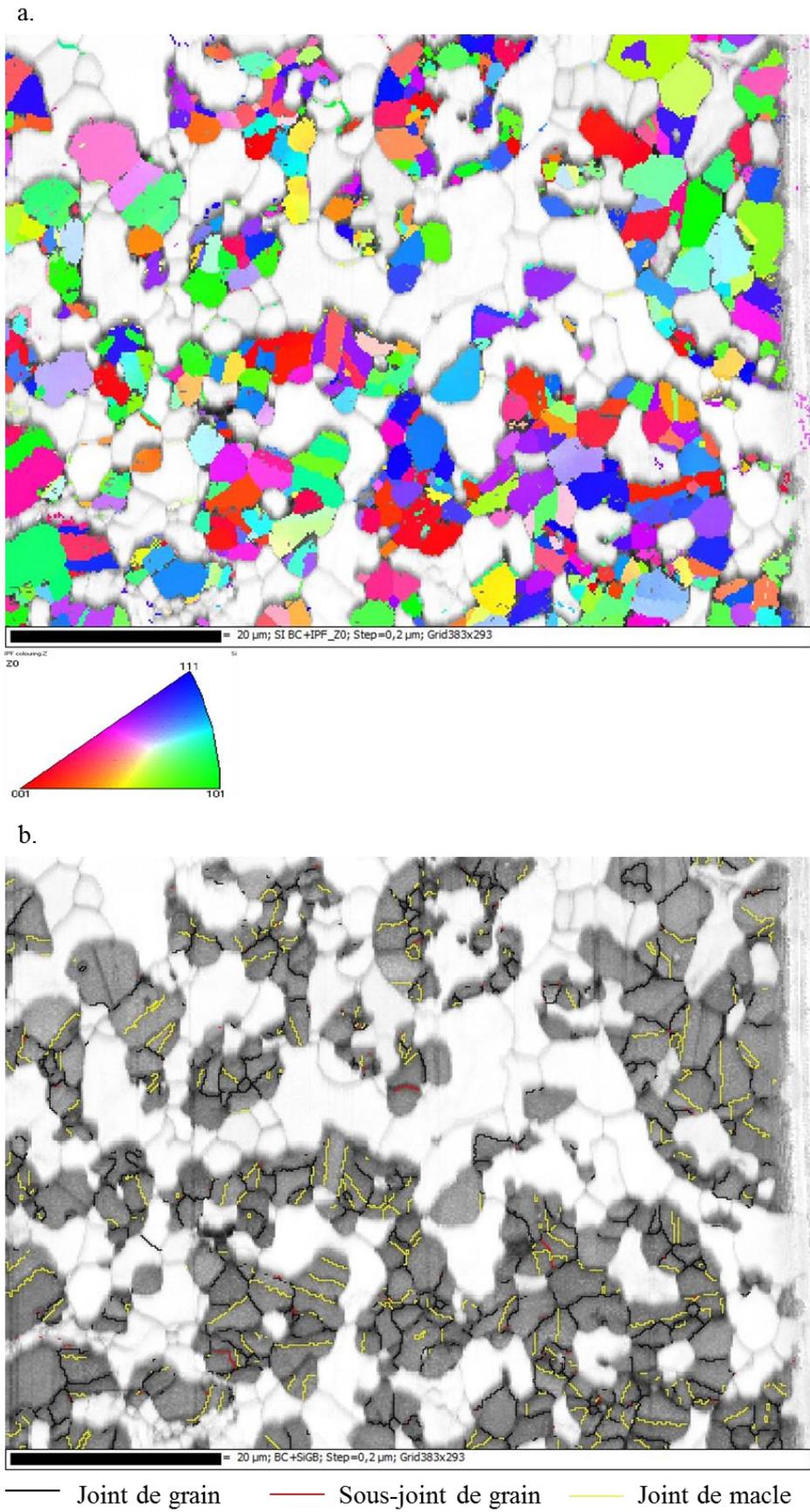


Figure 63 : IPF Z - cartographie de l'orientation des cristaux par rapport à la normale de l'échantillon (a.) et représentation des joints de grains (b.) dans la phase riche en silicium

La Figure 62b permet de constater que la taille des grains d'aluminium semble plus élevée que celle des grains de silicium. Il existe néanmoins une forte variation : les grains sont petits lorsque le domaine d'aluminium est situé au sein des domaines circulaires de silicium mais dans les larges domaines d'aluminium, les grains peuvent probablement se développer sans restriction forte et sont donc de taille plus grande. Les grains possèdent aussi de nombreux sous-joints de grains (lignes rouges). L'observation de l'orientation des grains semble montrer la présence de zones où une orientation des grains d'aluminium est privilégiée, par exemple la zone entourée d'une ellipse sur la Figure 62a. A l'inverse, il existe des zones où l'orientation des grains semble parfaitement aléatoire. Les résultats des analyses en DRX ont permis de constater l'absence de texturation du matériau à l'échelle macroscopique. L'orientation des grains est alors macroscopiquement aléatoire. L'analyse EBSD indique qu'il est possible d'observer localement une orientation privilégiée des grains d'aluminium.

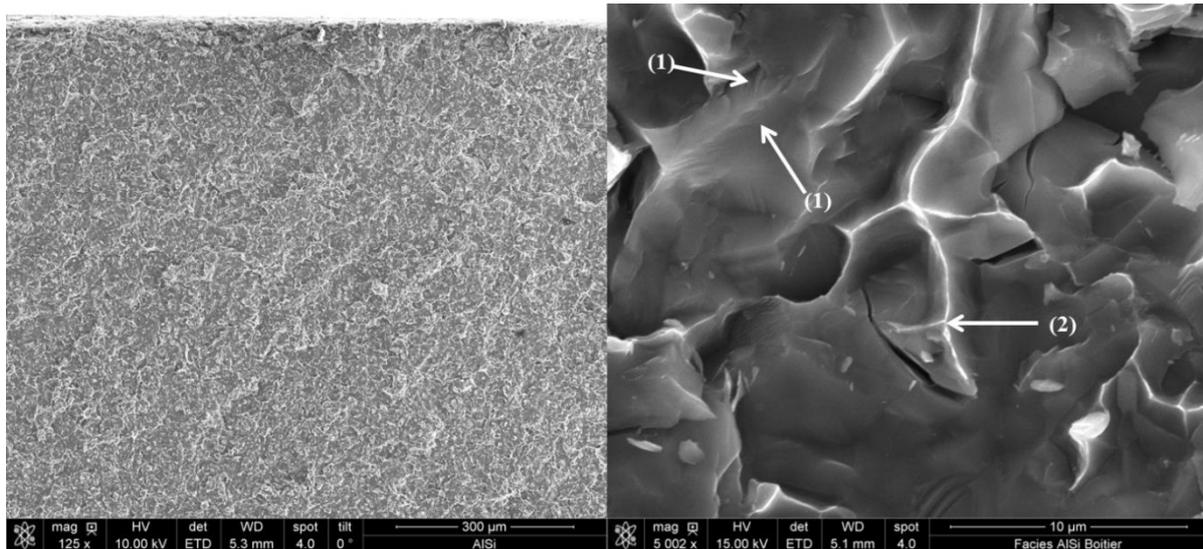
La Figure 63b présente les grains de silicium. Elle permet de confirmer la taille moyenne de 2 μm des grains de silicium, taille déjà déterminée sur les clichés réalisés au MEB. Elle permet aussi de confirmer la présence de nombreuses macles dans les domaines riches en silicium. La Figure 63a montre qu'il n'existe pas d'orientation privilégiée des grains de silicium dans le matériau mais que les orientations sont aléatoires. Ces résultats viennent confirmer les analyses des spectres de diffraction de rayons X de l'AlSi CE9F concernant le caractère isotrope du matériau et l'absence de texturation à l'échelle macroscopique.

L'analyse réalisée par EBSD permet de confirmer des éléments de microstructure déjà observés au MEB et d'apporter des informations supplémentaires, notamment sur la structure interne des domaines riches en aluminium.

3.II.2.3 Etude des faciès de rupture

L'ensemble des essais de flexion est réalisé jusqu'à la rupture et génère des faciès de rupture. Une fraction seulement d'entre eux est observée au MEB. L'objectif est de mettre en évidence le caractère fragile du matériau, justifiant l'analyse statistique de Weibull. Cette dernière suppose la présence de défauts au sein de la matière. L'objectif second est d'identifier des défauts à l'origine de la rupture.

Les faciès de rupture sont alors observés avec le capteur ETD (analyse topologique par les électrons secondaires) du MEB. Aucune préparation n'est préalablement requise, cependant les faciès doivent être protégés de toute pollution pouvant affecter les résultats.



(1) Plans de clivage dans des grains de silicium

(2) Ligaments de plasticité d'aluminium

Figure 64 : Observations MEB (électrons secondaires) d'un faciès de rupture d'AlSi CE9F

Les faciès présentent des fissures sur l'ensemble du plan de rupture, il n'y a pas de concentration à un point particulier ou de défaut singulier clairement identifiable, donnant un aspect très chaotique de la surface observée. Il est alors difficile de remonter le cheminement des fissures jusqu'à leurs amorces pour identifier le défaut responsable de la rupture. La phase silicium présente des marches de clivage témoignant d'une rupture intragranulaire : la fissure s'est propagée au sein du cristal du grain. Les marches des plans de clivage correspondent aux plans cristallographiques. Ils sont aussi caractéristiques d'une rupture fragile, confortant la décision d'une analyse de Weibull sur l'AlSi CE9F. Les faciès permettent de visualiser des ligaments de plasticité d'aluminium, retenant des grains de silicium du décollement.

Parmi les observations de faciès d'AlSi CE9F, un seul présente une particularité. Il s'agit d'une éprouvette de flexion quatre points testée à 20°C dont la rupture n'était pas conforme aux critères requis par la norme NF 843 : le plan de rupture est hors des appuis supérieurs. L'observation du faciès de rupture de cette éprouvette a permis de mettre en évidence la présence d'une zone riche en fer (en clair sur la Figure 65) sur un des deux fragments de l'éprouvette de flexion.

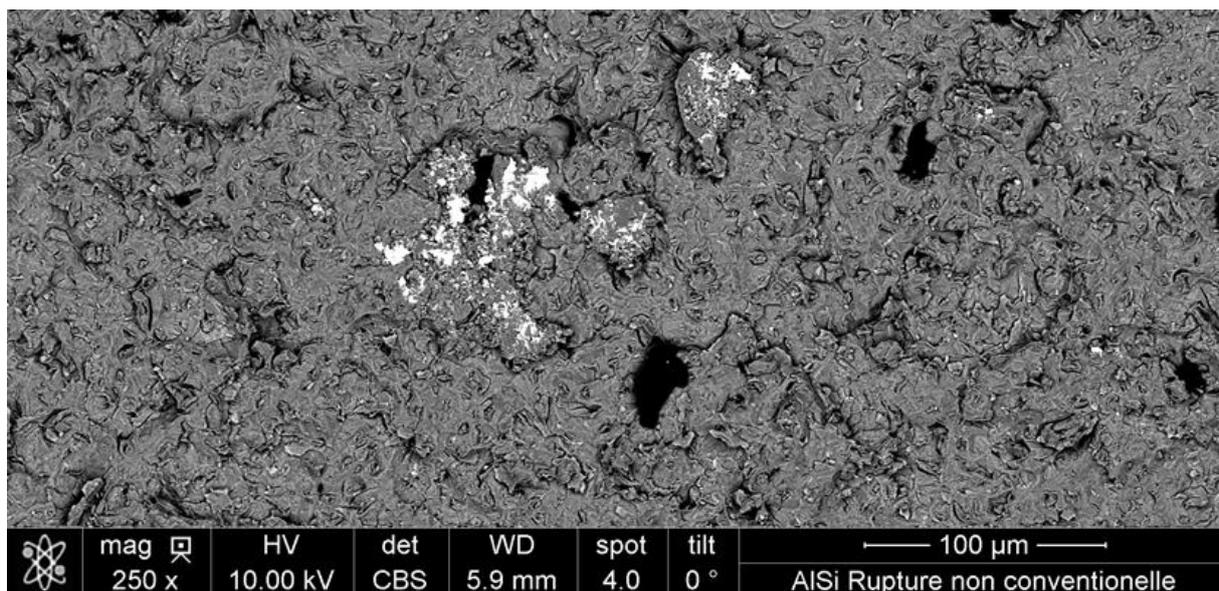


Figure 65 : Observation MEB (électrons rétrodiffusés) d'un faciès de rupture d'AISI CE9F présentant un amas de fer (en clair) susceptible d'être à l'origine de la rupture (les tâches « noires » correspondent à une pollution organique de surface)

La présence des impuretés riches en fer au sein de la microstructure avait déjà été mise en évidence, leurs tailles variant de 3 μm à 6 μm pour les plus imposants. Dans le cas de ce faciès, la zone riche en fer n'est pas continue mais semble être un amas de plusieurs particules de fer et couvrant une zone de 110 μm de long sur 90 μm de large. Il est important de noter que cette particularité est visible avec les électrons rétrodiffusés (tel que le présente la Figure 65), donnant des informations en profondeur. Il ne s'agit donc pas d'un dépôt de surface ultérieur à la rupture ou d'une pollution. Enfin, la fissuration semble s'être propagée autour de la zone comportant l'amas en question lors de la rupture. La présence de l'amas a probablement impacté localement la tenue mécanique de l'AISI CE9F et conduit à l'amorçage une rupture précoce de l'éprouvette.

Cette observation témoigne de l'impact non négligeable des inclusions de fer, pourtant en très faible concentration massique, sur la résistance de l'AISI CE9F. Une trop forte concentration locale de fer peut amener à une rupture précoce du matériau. Cependant, un seul faciès de rupture possède cette particularité, témoignant de l'aspect exceptionnel de cette concentration en fer. A l'inverse, les autres faciès de rupture observés n'ont pas permis l'identification visuelle de défauts générateurs de rupture.

3.II.2.4 Nanoindentation et caractérisation des phases silicium et aluminium

Des essais de nanoindentation ont été réalisés avec un indenteur de Berkovich, en pilotant avec une profondeur de pénétration de 500 nm sur des échantillons ayant suivi une préparation PP. Les indentations ont été réalisées dans les zones riches en silicium et dans les zones riches en aluminium. L'objectif est de caractériser les propriétés de chacune des phases.

Les mesures effectuées dans le silicium ont permis de révéler l'aspect fragile de cette phase. Pour de faibles charges utilisées, l'indentation génère dans de nombreux cas des fissures dans le matériau (Figure 66). Ces dernières se propagent à la fois dans la phase riche en silicium, probablement aux joints de grains ou dans un grain (Figure 66.b), mais aussi à l'interface entre les deux phases désolidarisant alors un amas du reste de l'échantillon (Figure 66.c). L'apparition des fissures et leurs propagations impactent les courbes effort-déplacement (variation brusque de pente par dissipation d'énergie de rupture) de telle sorte que la mesure du module d'Young n'est pas exploitable.

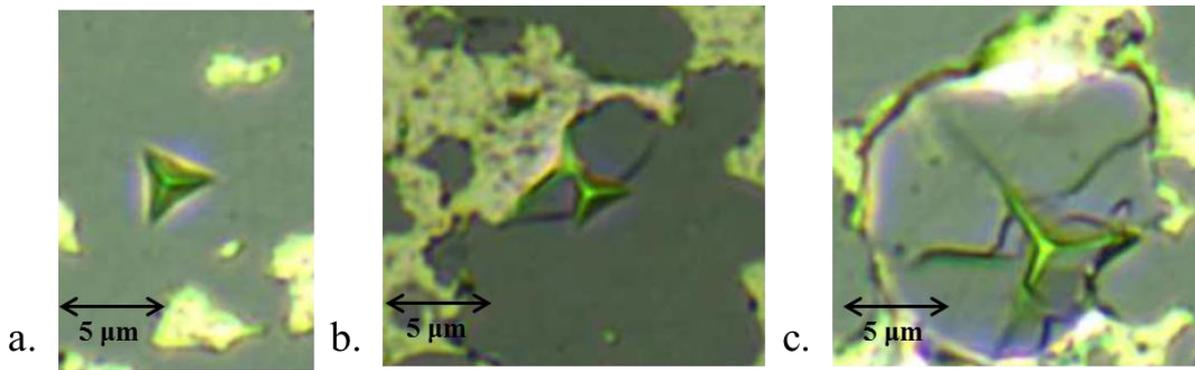


Figure 66 : Exemples d'empreintes de nanoindentation (la phase Si correspond à la phase sombre) sans fissuration (a.), avec fissure dans la phase de Si (b.) et avec fissuration à l'interface Si-Al (c.)

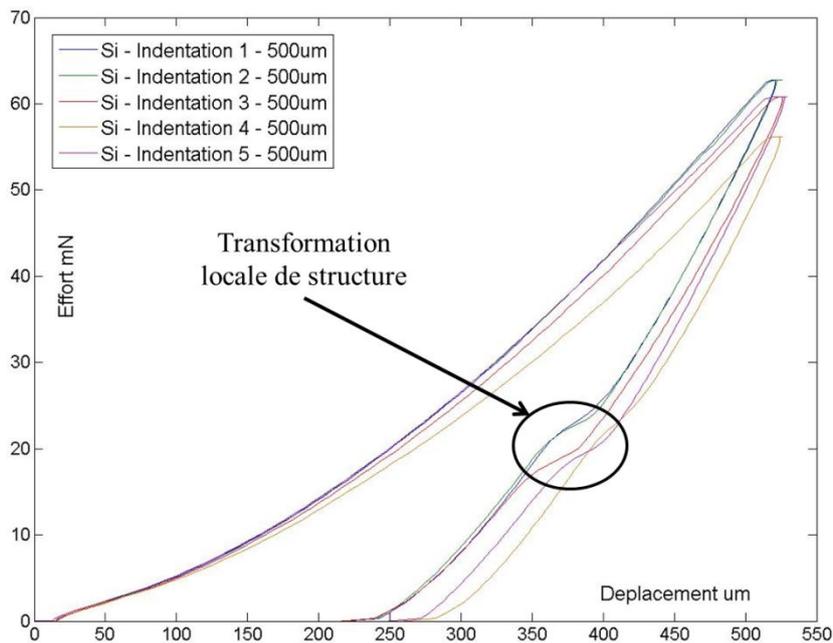


Figure 67 : Courbes d'indentation de type Berkovich dans la phase silicium

Les courbes de nanoindentation obtenues lors des essais qui ont entraîné une fissuration limitée de l'échantillon permettent d'estimer un module d'élasticité local moyen de 166 GPa. Cette valeur est à comparer avec celle habituellement observée pour un silicium polycristallin (150 GPa [139]) et la valeur du module d'élasticité d'un silicium monocristallin (170 GPa pour la direction $\langle 110 \rangle$ [140] et 130 GPa pour la direction $\langle 100 \rangle$ [15]).

Les courbes présentent un phénomène non conventionnel lors de l'étape de décharge. Ce phénomène correspond probablement à une transformation locale de la phase silicium : un passage d'une structure cristallographique diamant à des structures métastables de Si-XII/Si-III. Ce phénomène a été déjà observé sur le silicium polycristallin [141][142][143] et ne semble apparaître que lors des essais d'indentation avec une pointe de Berkovich (à cause de l'angle de l'indenteur de $65,3^\circ$) et un effort supérieur à 30 mN. Il s'agit en fait d'un effet lié à une relaxation des contraintes par transformation vers des phases plus denses.

Les indentations réalisées dans la phase aluminium ont permis de vérifier le caractère mécanique ductile de la phase d'aluminium. Les empreintes présentées sur la Figure 68 ne présentent aucune fissure et sont plus grandes que celles obtenues dans la phase silicium sur la Figure 66.

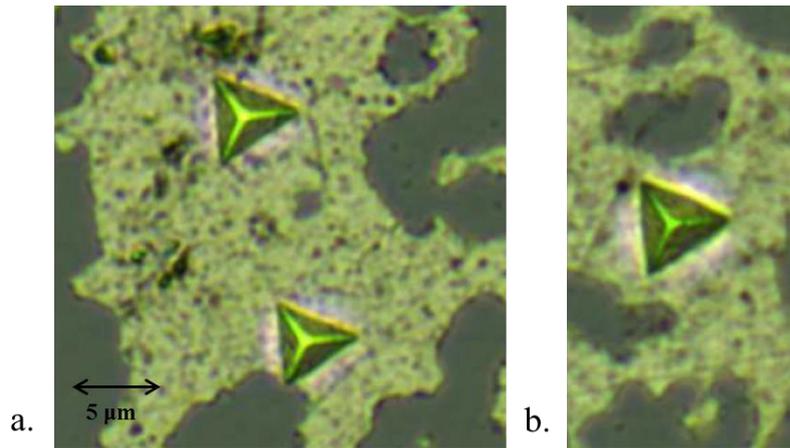


Figure 68 : Exemples d'indentations dans la phase aluminium

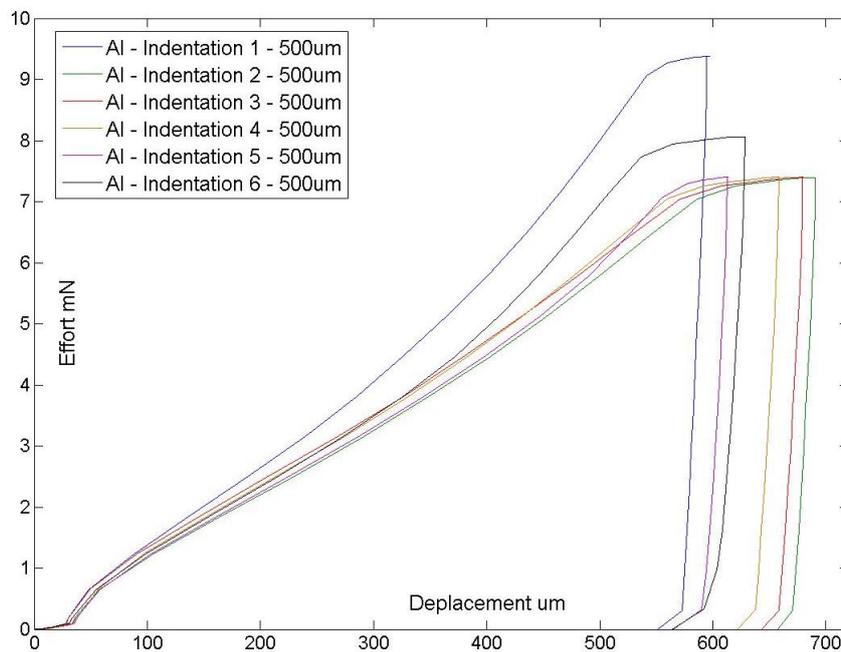


Figure 69 : Courbes d'indentation de type Berkovich dans la phase aluminium

La Figure 69 présente les courbes d'indentation obtenues dans la phase aluminium. L'effort maximal d'indentation est inférieur à 10 mN, bien en dessous des valeurs obtenues dans la phase silicium (60 mN). Cela montre la différence importante de comportement à la pénétration et de résistances mécaniques entre les deux phases. Enfin, l'étape de décharge présente une chute brutale de l'effort. Cela montre un retour élastique limité, voire inexistant, de l'aluminium pendant le déchargement, qui se manifeste normalement par la diminution progressive de l'effort lors de la décharge (comme sur les courbes d'indentation du silicium). De plus, l'allure des courbes lors de la charge ne correspond pas à celle théoriquement attendue (section II). En fin de chargement, il y a un palier durant lequel l'effort reste constant alors que le déplacement augmente. Cela témoigne d'un phénomène de plastification locale de la zone d'aluminium.

Les essais d'indentation n'ont pas été menés pour différentes valeurs de pénétration, les résultats obtenus sont donc uniquement qualitatifs et ne permettent pas de déterminer une valeur absolue de module d'élasticité à l'échelle microscopique. Les essais réalisés permettent cependant d'affirmer avec certitude le caractère dur et fragile de la phase silicium, menant à la rupture fragile, et le comportement élastoplastique de la phase aluminium. Ces caractéristiques avaient déjà été mises en

évidence par l'étude des faciès de rupture observés au MEB mais la nanoindentation les confirme. La plastification commence aussi pour des chargements très faibles. Cela amène l'idée que la phase d'aluminium est, d'un point de vue mécanique, une phase amortissante entre les domaines de silicium.

3.II.3 Analyse probabiliste de la rupture de l'AlSi CE9F

L'observation préliminaire de l'allure des courbes de comportement en flexion et des faciès de rupture de l'AlSi CE9F (3.II.2) a permis de définir le comportement mécanique fragile du matériau. Il a alors été décidé d'analyser la résistance à la rupture de ce matériau dans le cadre de la théorie de Weibull et donc d'appliquer la même méthodologie que celle utilisée pour l'alumine HTCC (3.I.3) : identification des paramètres de Weibull à 20°C avec un nombre suffisant de valeurs expérimentales afin de déterminer les valeurs des paramètres, et mise en évidence des effets de volume, nécessaires pour démontrer la pertinence du modèle de Weibull. L'étude des propriétés élastiques de l'AlSi CE9F a montré la variation linéaire du module d'Young sur la gamme de température de fonctionnement des composants embarqués. L'analyse statistique de Weibull sera alors complétée par une étude de l'effet de la température sur les paramètres de Weibull.

3.II.3.1 Campagne de flexion quatre points à 20°C

Une première campagne de flexion quatre points sur des éprouvettes de dimensions $45 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$ a été réalisée selon la norme NF 843-1 avec une vitesse de déplacement de traverse de 0,5 mm/min.

Trente éprouvettes d'AlSi CE9F ont été testées pour cette campagne, ce que constitue un nombre suffisant de valeurs pour déterminer les paramètres de Weibull avec une faible erreur d'estimation.

Pour cette série, 29 éprouvettes ont rompu entre les rouleaux d'appuis supérieurs, rupture attendue pour ce type de sollicitation mécanique, et donc retenues pour l'analyse statistique de Weibull. Une seule éprouvette n'a pas rompu entre les appuis supérieurs, elle n'est donc pas valide pour l'analyse statistique. L'étude de son faciès (3.II.2.3) a permis de mettre en évidence la présence d'un amas de particules de forte concentration en fer, probablement à l'origine de la rupture précoce du matériau. La valeur de contrainte à la rupture de cette éprouvette n'est pas retenue pour la suite de l'analyse statistique. Ce phénomène n'a pas été observé par la suite sur toute l'étude de ce matériau.

La moyenne des contraintes à la rupture retenue est de 283 MPa, avec une valeur minimale de 235 MPa et une valeur maximale de 305 MPa. La dispersion des contraintes à la rupture est beaucoup plus faible avec l'AlSi CE9F qu'avec l'alumine HTCC, avec un écart-type de seulement 13 MPa contre 39 MPa relevée dans le cas de l'alumine HTCC.

Plusieurs études antérieures [26][38] s'étaient déjà intéressées à la résistance à la rupture de l'AlSi CE9F. Une résistance en flexion quatre points de 210 MPa avait été mesurée par Del Castillo [26] et de 220 MPa par Wei [38]. Ces valeurs sont du même ordre de grandeur que celles obtenues dans le cadre de la présente thèse. Les différences peuvent s'expliquer par la méconnaissance de la taille des échantillons des études précédentes, les effets de volume impactant les résultats. Une seconde explication peut se trouver dans le processus de fabrication. En effet, les paramètres du procédé d'atomisation influent sur les propriétés mécaniques de l'AlSi CE9F [144]. Il est donc probable qu'en fonction des études, les valeurs des paramètres diffèrent, entraînant des écarts de résultats. Enfin, l'usinage est aussi à prendre en considération. Dans la théorie de Weibull, les défauts à l'origine de la rupture peuvent être volumiques ou surfaciques, chacun étant une origine potentielle de la rupture. Suivant le type d'usinage utilisé pour réaliser les éprouvettes, la taille et la concentration des défauts de surface vont varier. Ces trois hypothèses sont des causes possibles de la différence entre la résistance à la flexion quatre points disponible dans la littérature et celle mesurée ici.

La Figure 70 représente la distribution de ces contraintes à la rupture en fonction du numéro des éprouvettes classées dans l'ordre chronologique de réalisation des essais. Il est à noter que l'essai rejeté, avec une contrainte à la rupture de 175 MPa, n'est pas représenté car il n'est pas considéré dans le traitement statistique des données.

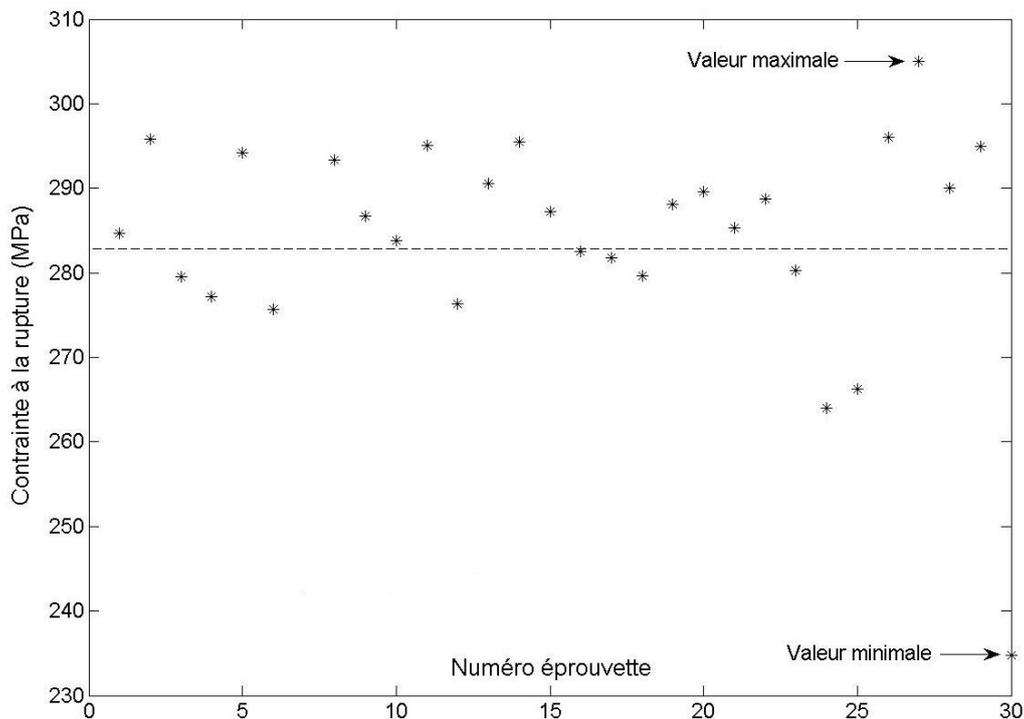


Figure 70 : Distribution des contraintes à la rupture de l'AlSi CE9F en flexion quatre points à 20°C

Les 29 valeurs valides de contrainte à la rupture sont traitées par la méthode du maximum de vraisemblance pour déterminer les paramètres de Weibull suivant :

$$m (4pts, 20^{\circ}C) = 29,84$$

$$\sigma_0(4pts, 20^{\circ}C) = 303 \text{ MPa}$$

La valeur élevée du module de Weibull témoigne de la faible dispersion des contraintes à la rupture. La valeur du module de Weibull est souvent comprise entre 1 et 20 pour des céramiques mais elle peut dépasser 50 pour des aciers à comportement fragile. La valeur du module de Weibull obtenue pour l'AlSi CE9F est donc élevée comparée à une céramique standard mais reste cohérente.

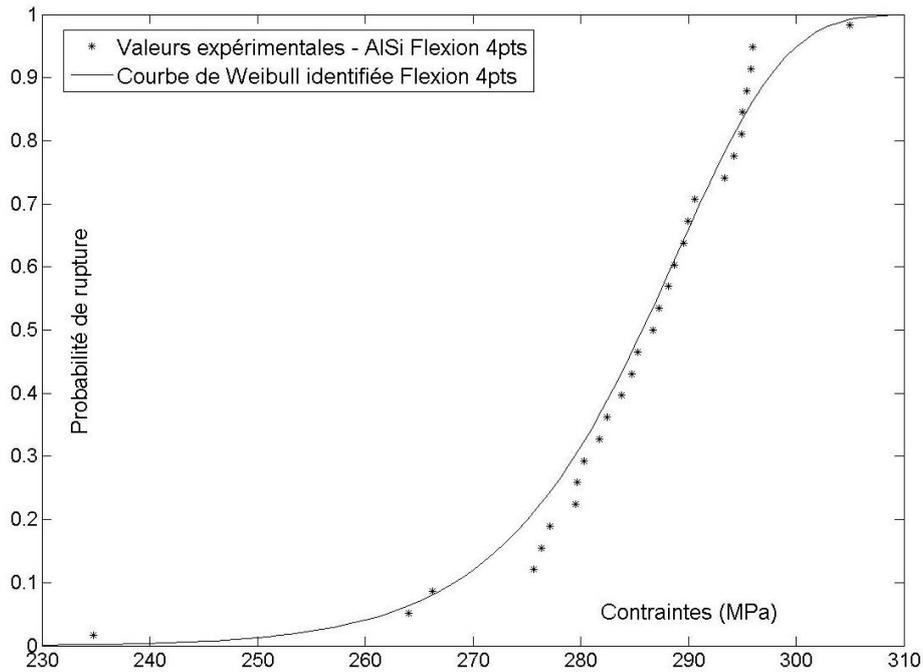


Figure 71 : Courbe de Weibull identifiée pour des éprouvettes $45 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$ d'AlSi CE9F en flexion quatre points à 20°C

Le test du Khi^2 est alors réalisé pour vérifier si la courbe de Weibull identifiée et les valeurs des points expérimentaux sont indépendantes. La valeur calculée est de 1,64. Le test est rejeté, et donc les courbes sont dépendantes, à une valeur-p de 0,1% (limite de rejet à 10,39). La faible dispersion des valeurs de contraintes à la rupture induit une valeur faible de Khi^2 et permet d'effectuer le test pour la valeur-p existante la plus basse dans la table du Khi^2 [136].

3.II.3.2 Rupture en flexion trois points à 20°C et mise en évidence des effets de volume

La mise en évidence des effets de volume physique et statistique avait été réalisée sur l'alumine HTCC et a permis de valider la pertinence de l'utilisation du modèle de Weibull. Pour l'étude l'AlSi CE9F, seul l'effet de volume statistique sera analysé par la réalisation d'une campagne d'essais de flexion trois points à 20°C et comparaison des résultats avec ceux obtenus en la flexion quatre points.

Les mêmes dimensions, $45 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$, que la flexion quatre points à 20°C sont considérées pour cette série d'essai. L'ordre de grandeur des contraintes à rupture attendu en flexion trois points peut être estimé par l'Eq. (79). Avec un volume équivalent en flexion quatre points de $4,0168 \text{ mm}^3$ et de $0,2523 \text{ mm}^3$ en flexion trois points, la moyenne des contraintes à la rupture attendue est alors de 310 MPa.

Les essais de flexion trois points sont aussi réalisés selon la norme NF-843. La distribution des contraintes à la rupture obtenue est présentée sur la Figure 72. La contrainte moyenne est de 313 MPa, donc très proche de l'estimation de 310 MPa, une valeur minimale de 286 MPa et une valeur maximale de 334 MPa. L'écart-type est de 9 MPa et traduit donc une très faible dispersion des contraintes lors de l'essai de flexion.

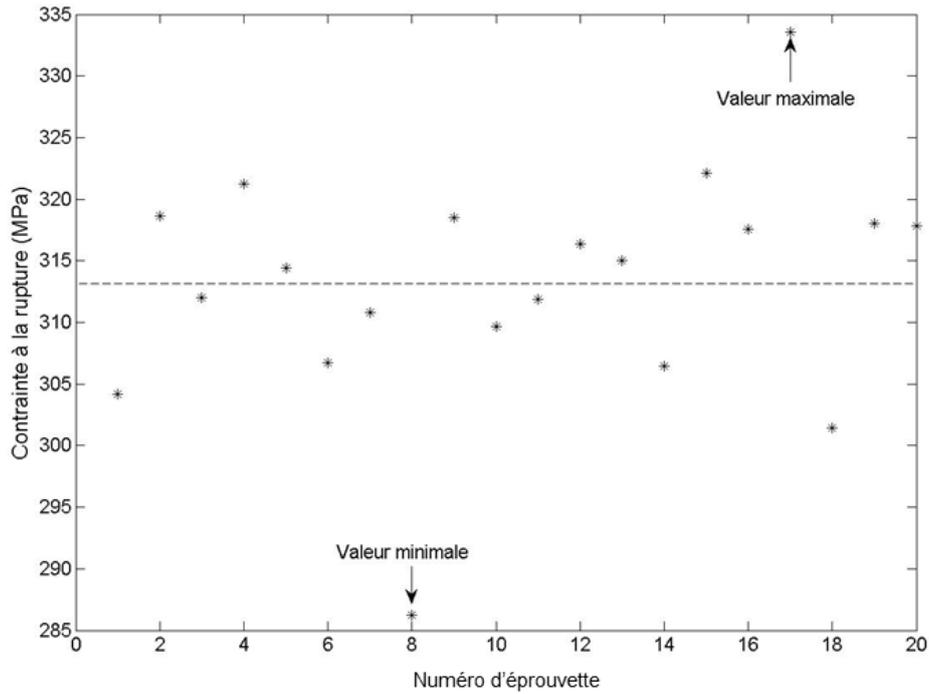


Figure 72 : Distribution des contraintes à la rupture de l'AISI CE9F en flexion trois points à 20°C

Une courbe de Weibull théorique est alors calculée (Figure 73) en considérant uniquement les paramètres de Weibull identifiés à partir des résultats de flexion quatre points. Un test d'indépendance du Khi^2 est alors réalisé entre la distribution expérimentale obtenue en flexion trois points et la courbe de Weibull théorique, faisant office de prédiction. La valeur du Khi^2 calculée est 1,23, le test est donc rejeté pour une valeur-p de 0.1% pour 20 valeurs de contraintes à la rupture. Les deux courbes traduisent donc la même distribution. L'effet de volume est donc représenté par le modèle car la prédiction correspond à l'expérience.

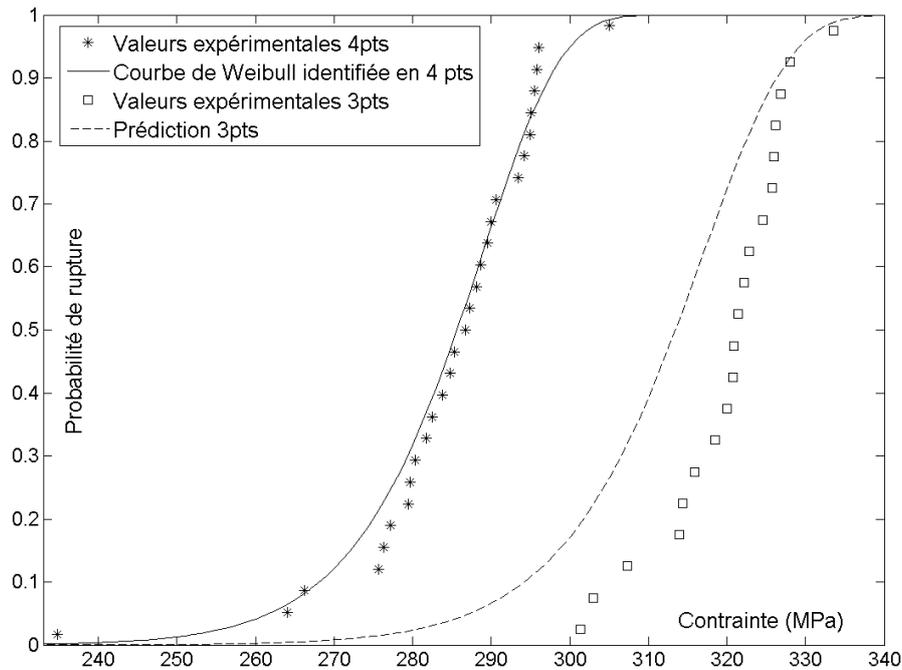


Figure 73 : Mise en évidence de l'effet de volume statistique sur l'AISI CE9F

Les effets de volume sont donc correctement représentés par la prédiction établie grâce au modèle de Weibull. Cela traduit la pertinence de l'utilisation de ce modèle malgré la valeur élevée du module de Weibull, pouvant exprimer un comportement quasi-déterministe. De plus, l'intérêt de la version du modèle utilisé, c'est-à-dire une contrainte seuil nulle (1.II.2), est de considérer la probabilité de rupture nulle inexistante. Pour toute valeur de contrainte appliquée sur le matériau, il existe une probabilité de rupture, même très faible. Enfin, la prise en compte des effets d'échelle permettra de constituer des règles de design pour les composants embarqués soumis à des sollicitations complexes. La section 1.II.4.1 avait explicité l'intérêt des effets de volume dans le calcul de la probabilité de rupture sur des chargements complexes.

3.II.3.3 Influence de la température sur les paramètres de Weibull entre -50°C et 130°C

L'objectif de cette section est de déterminer l'impact des conditions de températures sur la résistance à la rupture de l'AlSi CE9F, c'est-à-dire l'influence sur les paramètres de Weibull décrivant le comportement fragile du matériau.

Deux campagnes d'essais de flexion quatre points ont été réalisées : une à -50°C et une à 130°C dans l'enceinte thermique MTS, suivant la norme NF-843. Les résultats à 20°C de la section 3.II.3.1 serviront de valeurs de référence. Les géométries des éprouvettes étant les mêmes, 45x4x3 mm³, et le type de sollicitation identique, le volume équivalent est donc constant entre les campagnes. De plus, le même dispositif de flexion est utilisé pour les trois températures. Si la température n'influe pas sur la résistance en flexion de l'AlSi CE9F, alors les moyennes et les écart-types des distributions de contraintes à la rupture des trois campagnes doivent être quasiment égaux

Par corollaire, les paramètres de Weibull identifiés pour chacune des campagnes doivent être égaux si la température n'affecte pas les propriétés mécaniques. L'objectif de la présente section est donc de comparer les valeurs des paramètres de Weibull obtenues à partir des différentes séries d'essais. L'ensemble des essais est conduit selon la norme NF-843. Dans le Tableau 10, les résultats des essais à -50°C et à 130°C sont comparés avec ceux obtenus à 20°C.

Température d'essai (°C)	-50	20	130
Contrainte moyenne (MPa)	283	282	282
Contrainte maximale (MPa)	303	295	299
Contrainte minimale (MPa)	255	234	265
Ecart type (MPa)	12	13	10
Nombre d'éprouvettes	20	29	30

Tableau 10 : Bilan des résultats des essais de flexion quatre points sur l'AlSi CE9F à -50°C, 20°C et 130°C

Le Tableau 10 permet de constater que la moyenne des contraintes à la rupture est la même pour les trois campagnes d'essais avec des écarts-types semblables. Contrairement à la flexion à 20°C où une valeur de contrainte fut rejetée parce que le plan de rupture était hors des rouleaux supérieurs, toutes les éprouvettes, soit 20 à -50°C et 30 à 130°C, ont rompu conformément aux exigences de la norme. Les résultats bruts, sans l'analyse statistique, démontrent qu'il n'y a pas de corrélation entre la température d'essai et la résistance à la rupture. Les distributions sont ensuite analysées par la méthode

du maximum de vraisemblance pour identifier les différents paramètres de Weibull pour les trois températures étudiées (Tableau 11). Les paramètres de Weibull étant très proches les uns des autres, cela confirme que la contrainte à la rupture peut être considérée comme indépendante de la température entre -50 et 130°C. Tous les paramètres ont été validés par le test du χ^2 pour une valeur-p de 0,1%.

Température d'analyse (°C)	-50	20	130	[-50; 130]
Module de Weibull m	27,9	29,8	29,4	29,9
Paramètre d'échelle σ_0 (MPa)	304	303	300	302
Nombre d'éprouvettes	20	29	30	79

Tableau 11 : Paramètres de Weibull de l'AlSi CE9F à -50°C, 20°C et 130°C

La dernière colonne du Tableau 11 représente les paramètres de Weibull obtenus si l'ensemble des valeurs de contrainte à la rupture en flexion quatre points est considéré. C'est-à-dire que l'hypothèse selon laquelle la température n'influe pas sur la contrainte à la rupture, est valide, du moins sur la gamme de température étudiée. Les trois séries de données peuvent être alors traitées comme une unique population de valeurs de contrainte à la rupture. Il s'agit de déterminer les paramètres de Weibull avec un maximum de valeurs expérimentales afin de diminuer l'erreur d'estimation, comme cela a déjà été effectué sur l'alumine HTCC dans la section 3.I.3.4.

Les modules de Weibull ainsi que les paramètres d'échelle à 20°C et à 130°C sont sensiblement égaux. Les quelques dixièmes d'écart sur la valeur du module de Weibull peuvent être attribués à des erreurs d'estimations pour les deux températures d'essais, 20 et 130°C. En effet, bien qu'elles aient 30 valeurs de contraintes dans leurs distributions, il existe toujours une erreur pour identifier les paramètres de Weibull.

En revanche, entre -50°C et les autres températures d'essais, seul le paramètre d'échelle reste quasi-constant. Il y a 6% de différence entre la valeur du module de Weibull à 20°C et celle à -50°C. Cette différence est probablement une erreur d'estimation due au nombre réduit d'éprouvettes par rapport aux autres campagnes. En effet, la moyenne des contraintes à la rupture et l'écart-type à -50°C ont les mêmes valeurs qu'à 20°C et 130°C. C'est-à-dire qu'il est impossible de distinguer les trois distributions de contraintes avant l'analyse statistique puisqu'elles sont semblables. Enfin, le paramètre de Weibull estimé à -50°C est sensiblement le même qu'aux autres températures, et ce bien que son calcul d'estimation dépende du module de Weibull identifié.

Enfin, si l'ensemble des valeurs de flexion quatre points est analysé comme une unique distribution, représentée sur la Figure 74, les paramètres de Weibull alors déterminés sont sensiblement les mêmes qu'à 20°C et 130°C. Il est aussi intéressant de noter que sur la Figure 74, les valeurs des contraintes à la rupture ne sont pas ordonnées selon leurs températures d'essais, renforçant l'hypothèse que les trois distributions sont semblables. Enfin, la courbe de Weibull est unimodale, montrant qu'il n'y a pas de modification du type de défaut critique à l'origine de la rupture et en fonction de la température entre -50°C et 130°C. Par conséquent, la température ne modifie significativement ni la taille des défauts et ni leur nocivité.

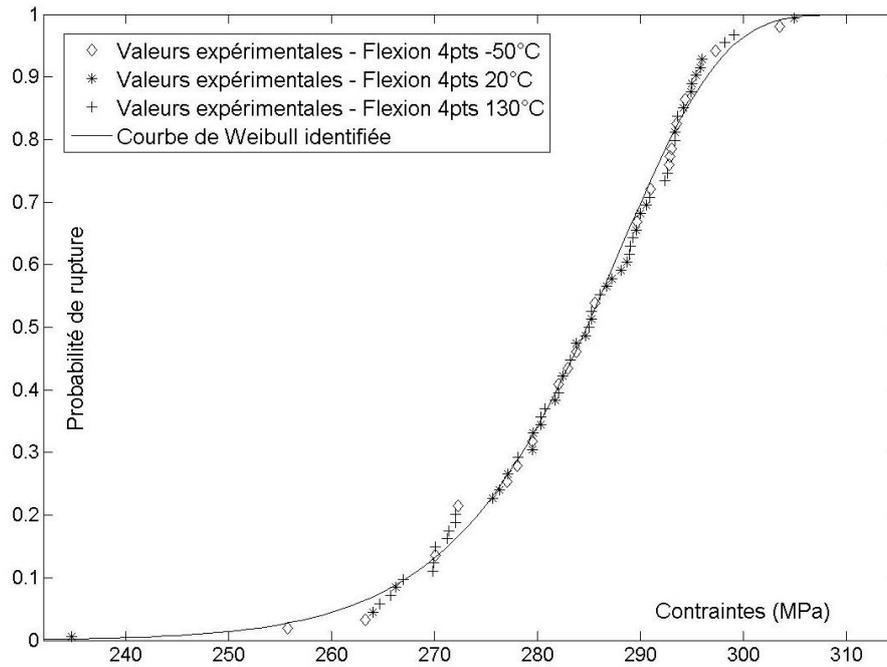


Figure 74 : Courbe de Weibull pour l'ensemble des essais de flexion quatre points réalisés sur l'AISi CE9F

3.II.3.4 Détermination finale de paramètres de Weibull

Afin de déterminer définitivement les paramètres de Weibull de l'AISi, la même méthode que celle retenue pour l'alumine dans la section 3.I.3.4 a été utilisée. Il s'agit de considérer l'ensemble des valeurs de contraintes à la rupture en flexion quatre points et trois points en tenant compte du volume équivalent.

C'est donc un total de 99 valeurs de contraintes à la rupture qui sont utilisées pour déterminer les paramètres de Weibull. L'erreur d'estimation est alors quasiment nulle grâce au grand nombre de valeurs disponibles. Les paramètres de Weibull suivants sont alors déterminés pour l'AISi CE9F et validés par le test du χ^2 pour une valeur-p de 0,1%.

$$m = 31$$

$$\sigma_0 = 303 \text{ MPa}$$

Les valeurs obtenues sont très proches de celles précédemment identifiées pour les différentes campagnes d'essais. Les variations sur l'estimation des paramètres de Weibull montrent la difficulté d'obtenir des valeurs précises par analyse statistique. La courbe de Weibull calculée à partir de ces paramètres est présentée sur la Figure 75 et est unimodale. Elle ne présente pas d'intervalle de contraintes où aucune rupture n'a eu lieu, tel que cela a été abordé dans la section 1.II.3.1. Cela signifie d'un point de vue physique que la rupture n'est provoquée que par un type de défaut.

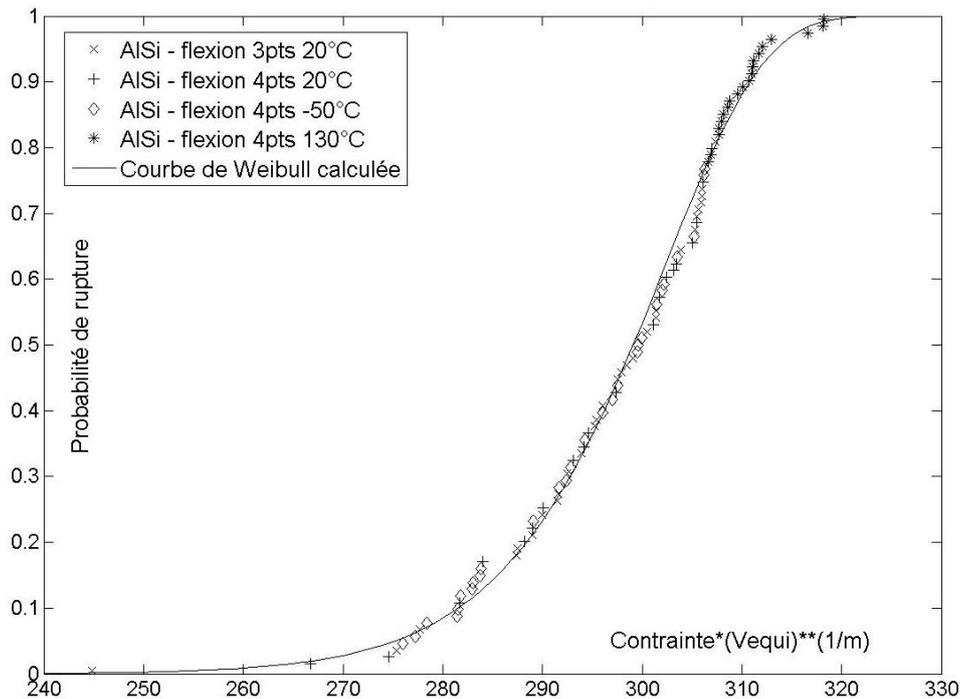


Figure 75 : Courbe de Weibull pour l'ensemble des essais de flexion quatre points et trois points pour l'AISI CE9F

3.II.4 Influence de cycles thermiques sur les propriétés mécaniques de l'AISI CE9F

Après la phase de lancement du satellite, phase durant laquelle les vibrations peuvent endommager les constituants, ces derniers subissent des variations de températures pendant toute la durée de leur cycle de vie en orbite. Les normes de l'ESA imposent aux composants de remplir pleinement leurs fonctions entre -50°C et 130°C . La section précédente avait montré l'indépendance entre la température et les paramètres de Weibull de l'AISI CE9F mais uniquement pour une utilisation ponctuelle. L'objectif du travail considéré dans cette section est donc de déterminer si une succession de variations de température, des cycles de -55°C à 125°C , affecte les propriétés du matériau.

Des lots d'éprouvettes (de 10 à 20 unités) subissent alors ce type de vieillissement thermique avec un nombre variable de cycles : 0 cycles (référence), 80 cycles, 200 cycles, 500 cycles et 700 cycles. Les variations thermiques de -55°C à 125°C sont effectuées avec une vitesse de chauffe et de refroidissement de $20^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, ainsi qu'un temps de maintien de 15 minutes à -55°C et à 125°C . Il s'agit des paramètres de configuration d'une enceinte thermique de Thalès AleniaSpace. Du fait de l'inertie thermique, les variations réelles subies par les échantillons diffèrent probablement légèrement de la configuration théorique.

3.II.4.1 Evolution du module d'élasticité en fonction du nombre de cycles thermiques

Le module d'élasticité de l'AISI CE9F a pu être mesuré par résonance acoustique (section 3.II.1.1) après chaque campagne de cycles. Une dizaine d'échantillons de dimensions $45 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$ a alors été testée pour 500 et 700 cycles. Les résultats de la section 3.II.1.1 sur des éprouvettes d'AISI CE9F sans traitement thermique servent de valeurs de référence.

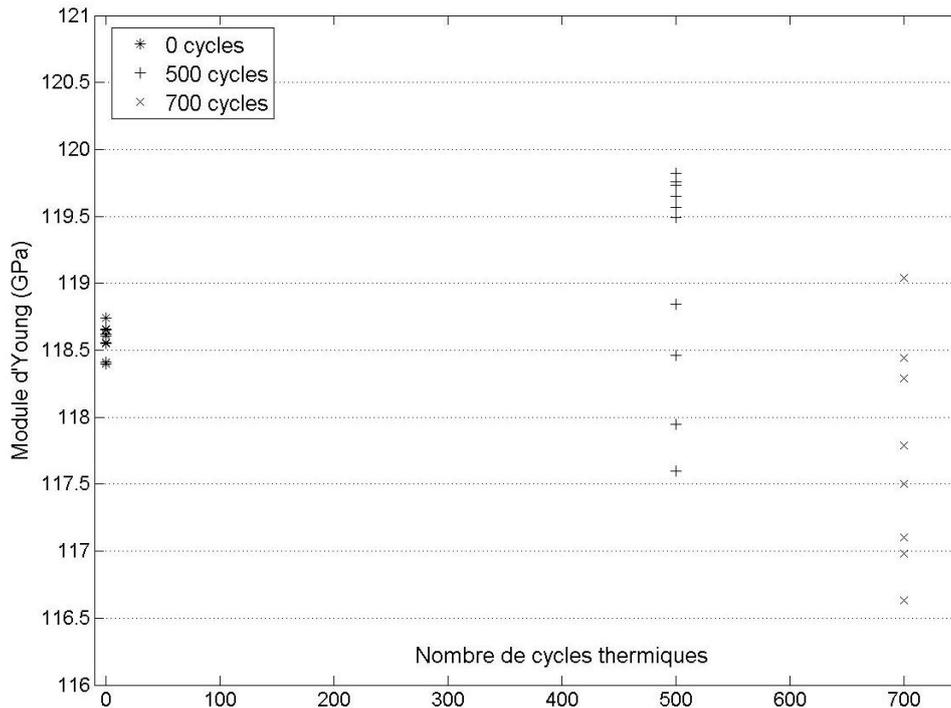


Figure 76 : Mesures du module d'élasticité de l'AISI CE9F par résonance acoustique en fonction du nombre de cycles thermiques.

La Figure 76 permet de constater une dispersion plus importante des valeurs de module d'Young mesurées pour les éprouvettes ayant été soumises à 500 et 700 cycles par rapport aux échantillons n'ayant subi aucun cycle thermique. Aucune variation significative de module ne peut être mise en évidence : la moyenne varie de 1,5 GPa au maximum entre 500 et 700 cycles, alors que la dispersion des résultats (écart entre les valeurs maximale et minimale) est supérieure à 2 GPa pour ces deux populations (2,22 GPa à 500 cycles et 2,41 GPa à 700 cycles).

En revanche, pour des échantillons n'ayant subi aucun cycle, les valeurs obtenues sont concentrées autour de 118,6 GPa avec une dispersion de seulement de 0,34 GPa. Les cycles thermiques peuvent entraîner de légères distorsions des éprouvettes qui n'affectent pas le module d'élasticité mais qui peuvent perturber la mesure par résonance acoustique, d'où une plus grande dispersion relevée à 500 et 700 cycles.

3.II.4.2 Impact des cycles thermiques sur les paramètres de Weibull

La caractérisation de la résistance à la rupture a été effectuée dans le cadre du modèle de Weibull. Afin d'analyser l'influence des cycles thermiques, des essais de flexion quatre points ont été réalisés pour différents nombres de cycles. Ainsi, le module de Weibull et le paramètre de forme sont déterminés pour chaque campagne correspondant à un nombre de cycles fixes. Les paramètres de Weibull obtenus à la section 3.II.3.1 (flexion à 20°C et avec des éprouvettes non cyclées) sont les valeurs de référence.

Nombre de cycles thermiques	0	80	200	500	700
Contrainte moyenne (MPa)	283	297	301	309	307
Contrainte maximale (MPa)	303	315	315	320	318
Contrainte minimale (MPa)	255	277	278	276	274
Ecart-type (MPa)	12	10	10	11	12
Nombre de valeurs	29	20	10	20	9

Tableau 12 : Bilan des campagnes de flexion quatre points sur l'AlSi CE9F avec augmentation du nombre de cycles thermiques

Le Tableau 12 permet de comparer les différentes distributions avant l'analyse statistique de Weibull. Une augmentation de la contrainte moyenne à la rupture est constatée en fonction du nombre de cycles avec des valeurs très proches pour 500 et 700 cycles. En comparant les différents paramètres, les distributions à 500 et 700 cycles sont très proches : moyenne proche, maximum et minimum quasiment égaux. La distribution des contraintes à la rupture à 200 cycles présente aussi des valeurs de paramètres proches de celles obtenues pour 80 cycles. Les différences sont probablement causées par les nombres différents de valeurs par distribution. En revanche, on constate une nette différence entre les distributions d'éprouvettes cyclées et la distribution de contraintes pour 0 cycle, témoignant d'un impact des cycles thermiques sur les propriétés mécaniques de l'AlSi CE9F.

Pour faciliter la comparaison et aussi en raison du faible nombre de valeurs de contrainte à la rupture disponibles pour 200 et 700 cycles, le module de Weibull est supposé constant pour toutes les distributions. Avec vingt valeurs expérimentales à 500 cycles, il est possible de déterminer les deux paramètres de Weibull uniquement pour cette série d'essai. Cependant, dans un souci de cohérence, seuls les paramètres d'échelle définis pour une valeur de module de Weibull de 31 seront comparés afin de déterminer l'évolution de la résistance à la rupture en fonction du nombre de cycles.

Nombre de cycles	0	80	200	500		700
Module de Weibull m	31	31	31	31	46	31
Paramètre d'échelle σ_0 (MPa)	302,3	315,4	318,6	326,5	319,7	325,5

Tableau 13 : Paramètres de Weibull de l'AlSi CE9F pour les différentes distributions après 0, 200, 500 et 700 cycles thermiques

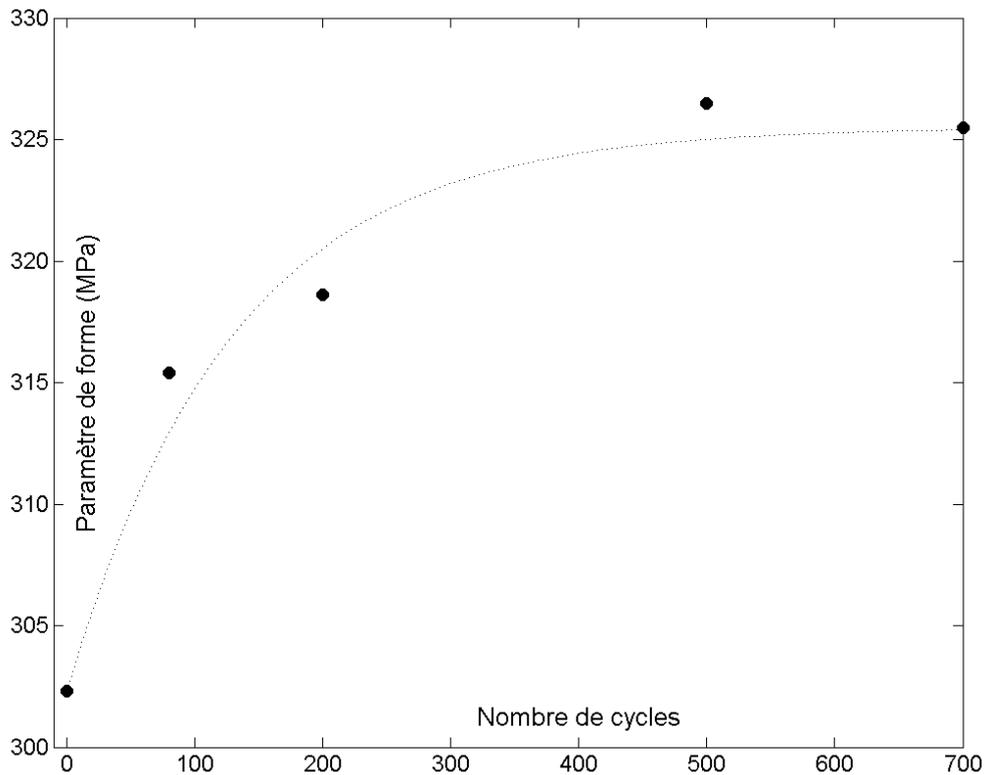


Figure 77 : Evolution du paramètre de forme en fonction du nombre de cycles pour une valeur de module de Weibull fixée à 31.

L'augmentation du paramètre d'échelle avec le nombre de cycles est révélée dans le Tableau 13 et sur la Figure 77. Il passe de 302,3 MPa pour des éprouvettes sans cycle thermique à 326,5 MPa à 500 cycles thermiques. Cette augmentation est plus importante que les variations préalablement relevées entre les essais de flexion quatre points à -50°C , 20°C et 130°C . Il y a donc réellement un accroissement de la résistance à la rupture par effet de cyclages thermiques. L'accroissement n'est pas linéaire : il y a une augmentation de 16 MPa entre 0 et 200 cycles alors qu'elle n'est que de 8 MPa entre 200 et 700 cycles.

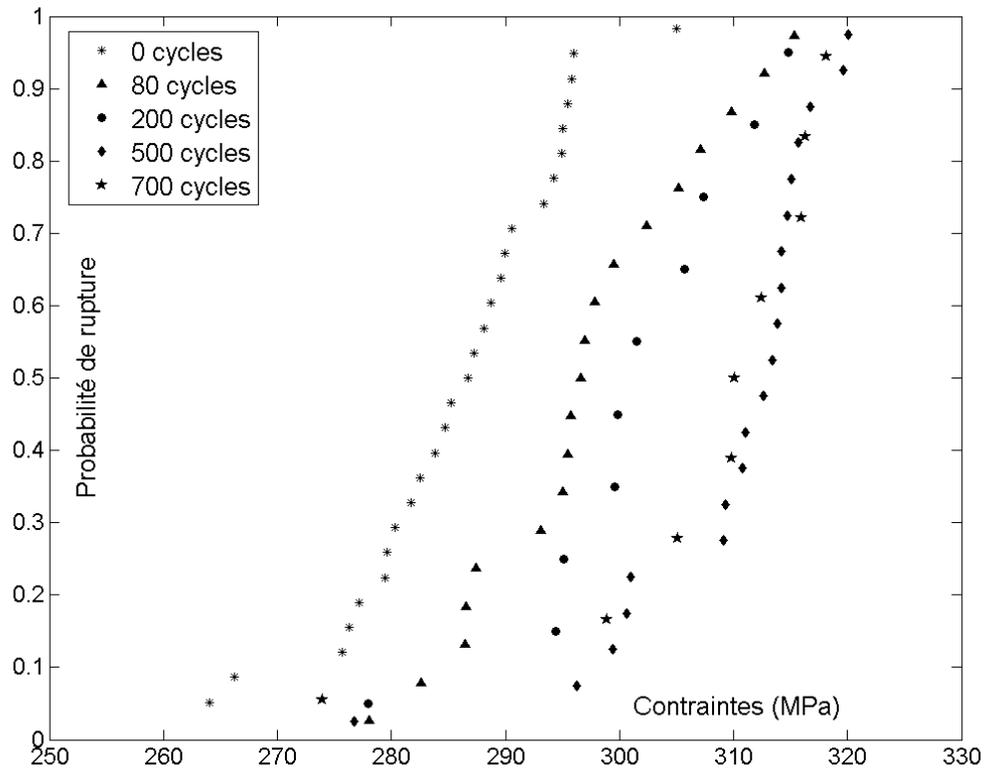


Figure 78 : Distributions des contraintes à la rupture à 0, 200, 500 et 700 cycles avec les courbes de Weibull identifiées

Les résultats des essais de flexion quatre points sur les éprouvettes ayant été soumises à 700 cycles peuvent amener à la conclusion que la distribution après 700 cycles est la même que celle obtenue après 500 cycles. Les différences de résultats observées entre les deux distributions sont uniquement le résultat d'un effet statistique, à cause du faible nombre de valeurs expérimentales. Les courbes de Weibull de la Figure 78 semblent valider cette hypothèse : les courbes identifiées à 500 cycles et à 700 cycles sont presque superposées. Par corollaire, on en déduit alors qu'il y a une augmentation de la résistance à la rupture grâce aux cycles thermiques et une stabilisation autour de 500 cycles.

3.II.4.3 Evolution des contraintes internes en fonction du nombre de cycles thermiques

Une interprétation de l'augmentation de la résistance à la rupture peut être liée à la relaxation des contraintes internes au sein de l'AlSi CE9F. En effet, le processus de fabrication de ce matériau est un procédé d'obtention couche par couche qui peut créer des contraintes résiduelles au sein de la matière lors de l'étape de refroidissement. La structure même du matériau, multiphasé, génère des contraintes internes par les différences de comportement en dilatation entre les domaines silicium et aluminium. Les cycles thermiques peuvent alors, par une relaxation créée sous la succession de contractions/dilatations, diminuer ces contraintes résiduelles.

Il est possible, grâce à la DRX et à la méthode du \sin^2 , de quantifier les contraintes internes des échantillons.

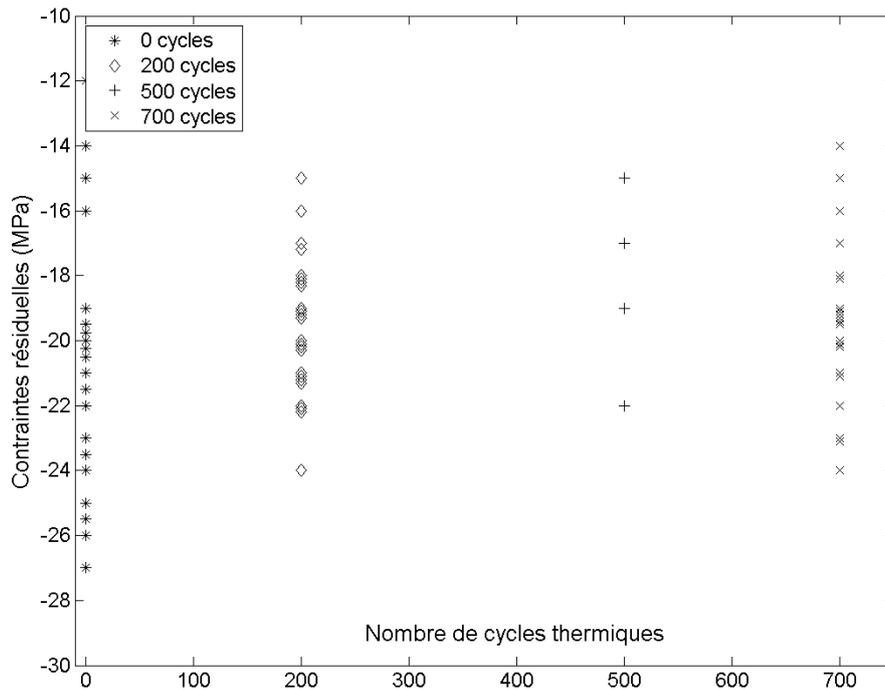


Figure 79 : Contraintes résiduelles en fonction du nombre de cycles thermiques

Les résultats de la Figure 79 montrent que les contraintes internes mesurées sont très proches quel que soit le nombre de cycles réalisés. La profondeur de pénétration de ce type de mesure est faible : 11 μm [145] pour un alliage d'aluminium. Avec des grains d'une taille moyenne de 2 μm , les déformations des plans cristallins sont analysées sur 6 grains au maximum en profondeur. Les contraintes alors mesurées sont probablement générées par l'usinage des éprouvettes, en plus des cycles thermiques.

L'usinage réalisé étant identique pour toutes les éprouvettes, les variations du paramètre d'échelle ne sont alors pas le fruit d'un usinage, et donc d'un état de surface, différent. En effet, des défauts surfaciques peuvent être générés suivant le type d'usinage créant alors des concentrations de contraintes sur la surface du matériau. Une variabilité de la concentration de ces défauts affecte alors la résistance à la rupture du matériau. En revanche, l'analyse de ces mesures révèle que la phase aluminium est constamment soumise à des contraintes de compression. Puisque les éprouvettes sont à l'échelle macroscopique, dans un état d'équilibre, la phase silicium est ainsi potentiellement soumise à des contraintes de traction, compensant celles de la phase aluminium.

La phase silicium est majoritaire et son comportement mécanique fragile définit la résistance à la rupture de l'AISI CE9F. La dispersion des contraintes internes mesurées peut ainsi expliquer la dispersion des contraintes à la rupture constatée sur l'AISI CE9F pour une série d'essai.

3.II.4.4 Influence des cycles thermiques sur la microstructure de l'AISI CE9F

3.II.4.4.1 Evolution des spectres de diffraction

Dans la section 3.II.2.1, le spectre de diffraction de l'AISI CE9F sans cyclages thermiques avait été présenté. Il s'agit ici de comparer les résultats de ce spectre avec ceux obtenus sur des échantillons d'AISI CE9F ayant subi des cyclages thermiques. Un exemple des résultats obtenus est présenté dans la Figure 80 pour un pic correspondant au plan cristallin du silicium avec une structure diamant et pour un pic correspondant à une famille de plan correspondant à l'aluminium avec une structure cubique face centrée.

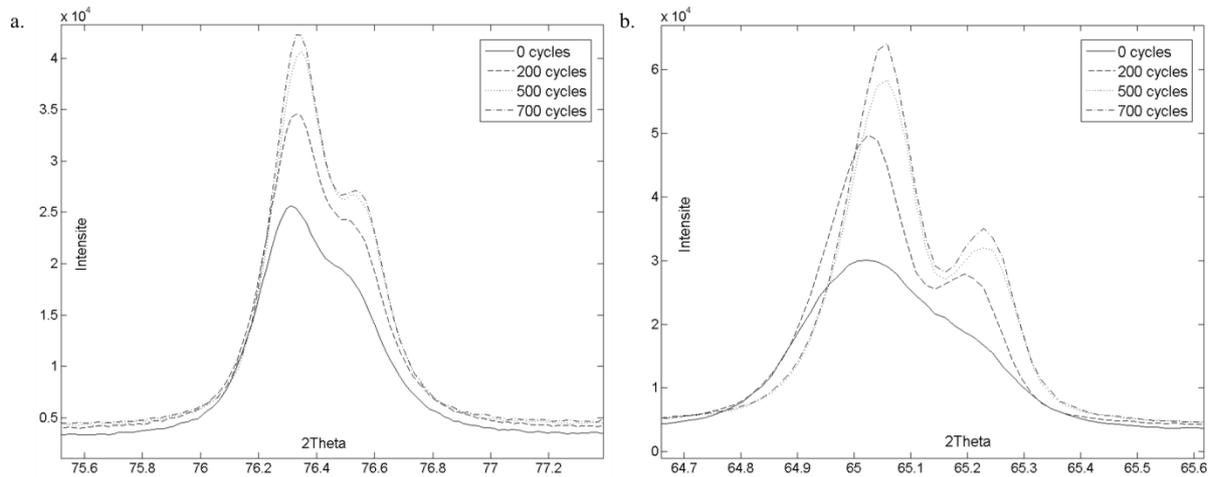


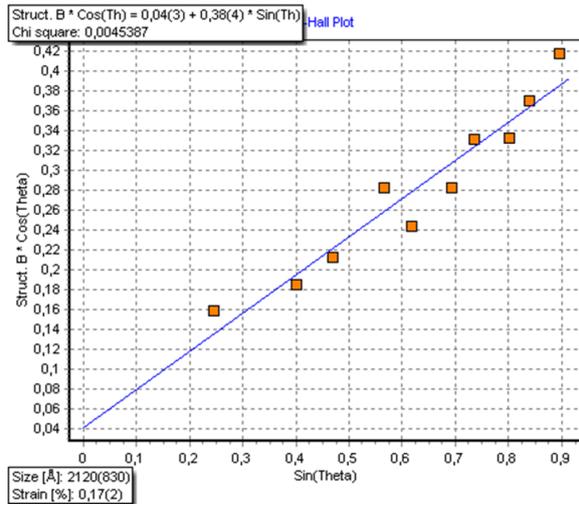
Figure 80 : Diffraction de rayons X : comparaison pour un pic correspond au silicium (a.) et pour un pic correspondant à l'aluminium (b.) pour différentes valeurs de nombre de cycles thermiques.

La Figure 80 montre que la forme des pics évolue en fonction du nombre de cycles pour le silicium et pour l'aluminium. Les pics deviennent fins et ont une amplitude plus importante avec l'augmentation du nombre de cycles et pour tous les angles de Bragg. Cette évolution semble plus marquée pour les familles de plans de l'aluminium. En revanche, la position du pic ne semble pas avoir évolué en fonction du nombre de cycles thermiques. Cet amincissement des pics, qui s'exprime par la diminution de la largeur de bande à mi-hauteur, traduit une amélioration du degré d'ordre à l'échelle atomique pour les deux phases du matériau. En effet, pour un matériau cristallin sans défaut, les pics obtenus par DRX sont très fins. L'amincissement des pics permet de mieux mettre en évidence le pic correspondant à la raie $K\alpha_2$ de l'anticathode cuivre. Pour chaque famille de plans cristallins des deux phases, les deux bandes $K\alpha$ du cuivre sont visibles, ce qui résulte de la présence de deux pics au lieu d'un. Seul le premier est pris en compte pour l'analyse puisqu'il correspond à la première bande de l'élément cuivre. Ces résultats démontrent que les cycles thermiques ont donc un impact sur l'organisation cristalline de chacune des deux phases de l'AlSi CE9F.

3.II.4.4.2 Evolution de la microdéformation moyenne

Les spectres de diffraction peuvent être analysés par la loi de Williamson-Hall (Eq. (74)). Cete dernière est résolue graphiquement (Figure 81). Les évolutions de la microdéformation et de la taille moyenne de cristallite peuvent être représentées graphiquement en fonction du nombre de cycles thermiques. Cela permet de quantifier l'impact des cycles thermiques sur la microstructure de l'AlSi CE9F à partir de paramètres physiques.

a.



b.

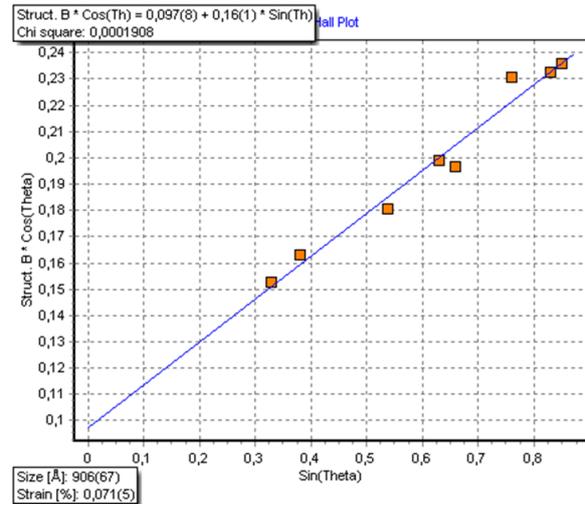


Figure 81 : Exemples de graphes de Williamson-Hall obtenues pour la phase silicium (a.) et pour la phase aluminium (b.) avec le logiciel X'Pert high Score pour un échantillon d'AlSi CE9F à 0 cycle.

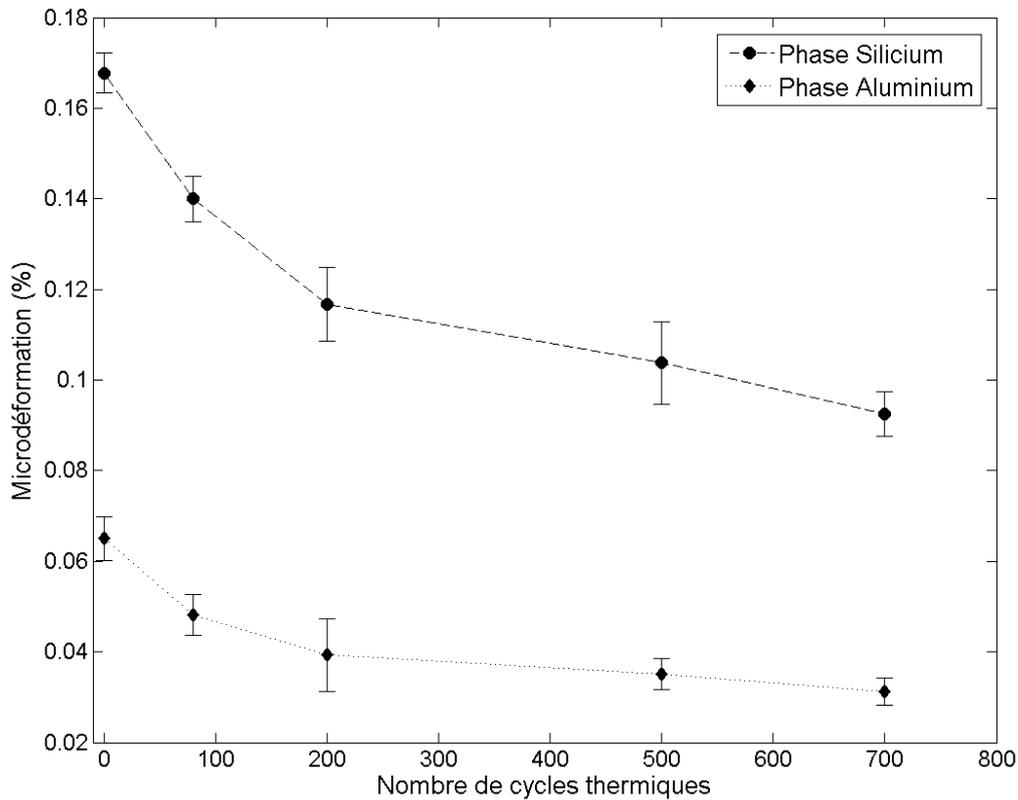


Figure 82 : Evolution de la valeur moyenne de la microdéformation (en valeur absolue) en fonction du nombre de cycles thermiques pour les deux phases de l'AlSi CE9F.

La Figure 82 permet de constater que la valeur moyenne de la microdéformation des deux phases diminue avec l'augmentation du nombre de cycles. Ce résultat conforte les évolutions des pics de diffraction de la Figure 80. En effet, un amincissement général des pics du spectre de diffraction traduit une diminution des déformations et du nombre de défauts au sein de la microstructure de deux phases du matériau. Il y a alors une augmentation du degré d'ordre au sein de l'empilement des atomes de chacune des phases. Par ailleurs, les contraintes moyennes à la rupture peuvent être alors

représentées en fonction de la valeur de la microdéformation, reliant une valeur macroscopique à une valeur microstructurale du matériau.

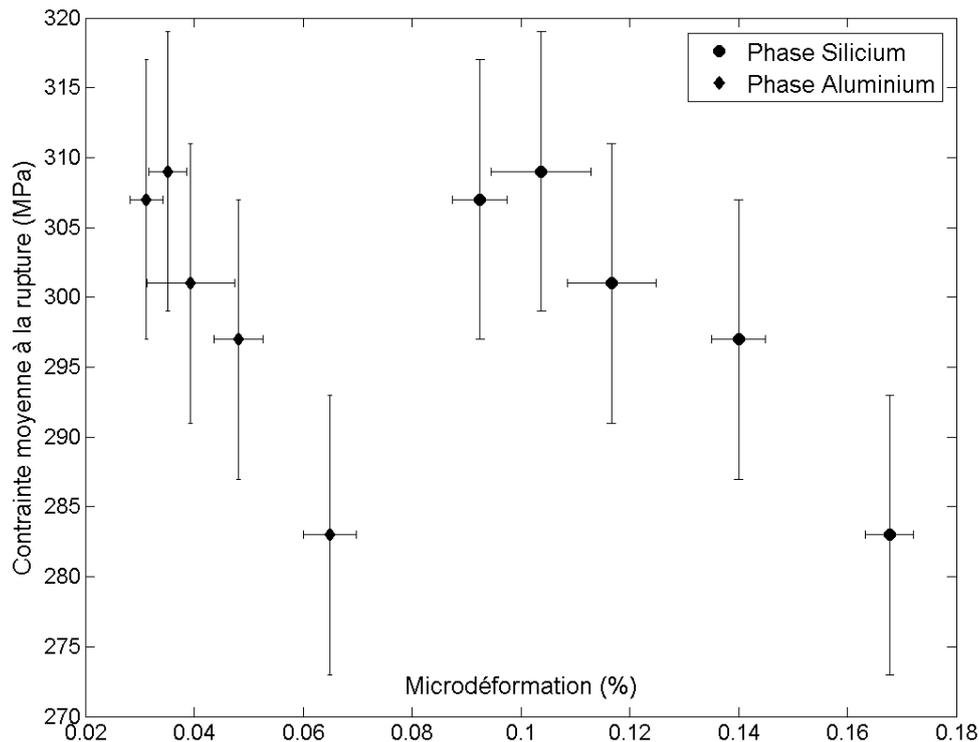


Figure 83 : Evolution de la contrainte moyenne à la rupture en fonction de la valeur moyenne de la microdéformation.

L'analyse de la Figure 83 montre que la contrainte moyenne à la rupture augmente avec la diminution de la microdéformation, quelle que soit la phase étudiée. Les cycles thermiques ont pour effet de réduire progressivement les microdéformations des cristaux de silicium et d'aluminium. Si la microdéformation expérimentalement relevée correspond majoritairement à une microdéformation de traction, sa diminution serait alors bénéfique pour le comportement en rupture de l'AlSi CE9F. En effet, la diminution des microdéformations de traction permet de réduire localement les contraintes de traction issues du procédé d'élaboration, et par conséquent augmente la résistance à la rupture. La méthode de Williamson-Hall ne permet pas néanmoins déterminer la fraction de la microdéformation mesurée correspondant à une microdéformation de traction.

3.II.4.4.3 Evolution de la taille moyenne de cristallites

La taille moyenne des cristallites de chacune des deux phases a été également estimée. Une cristallite correspond à un domaine de matière ayant une structure cristalline cohérente, équivalente à un monocristal. Le suivi de l'évolution de la taille moyenne de cristallites est présenté sur la Figure 84.

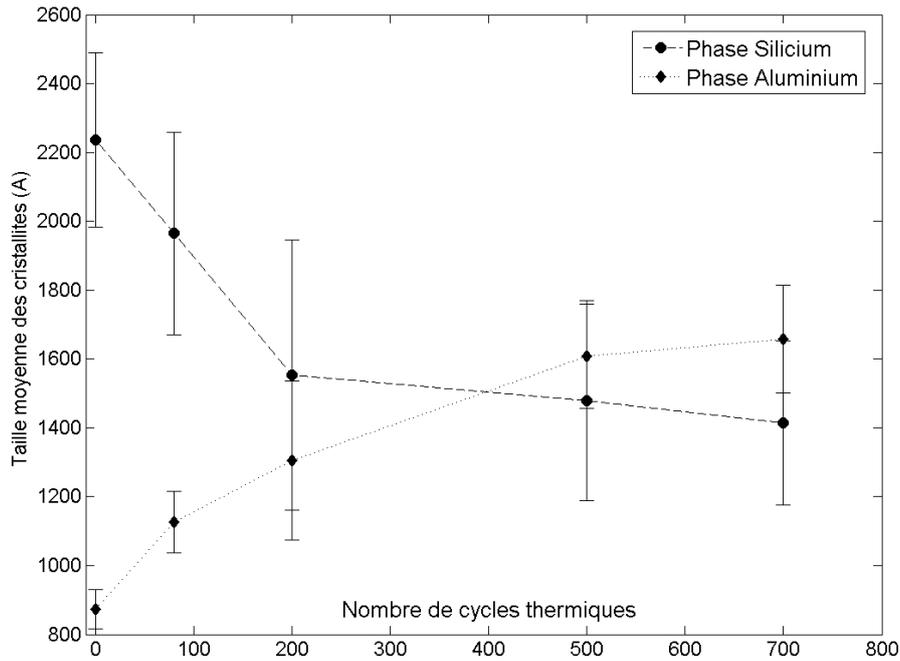


Figure 84 : Evolution de la taille moyenne des cristallites en ångström (Å) en fonction du nombre de cycles thermiques pour les deux phases.

La Figure 84 montre que la taille moyenne des cristallites d'aluminium augmente en fonction du nombre de cycles thermiques puis tend vers une valeur asymptotique. A l'inverse, la taille moyenne des cristallites de silicium diminue fortement dans les 200 premiers cycles puis semble se stabiliser vers une valeur asymptotique.

Pour la première évolution, une interprétation possible peut-être liée à des mouvements de dislocations et à une recristallisation dynamique. En effet, l'aluminium est très ductile et les dislocations peuvent aisément se propager. Les grains d'aluminium devaient à l'origine contenir de nombreuses dislocations réparties de manière aléatoire dans le grain. La taille d'une cristallite était alors déterminée par un espace compris entre les dislocations. L'énergie, à la fois thermique et mécanique, apportée par les cycles, permet aux dislocations de se déplacer. Dans un premier temps, certaines dislocations s'éliminent, en se déplaçant jusqu'à la surface ou vers les joints de grains ou en s'annihilant avec une autre dislocation ayant un vecteur de Burger de même signe. Il s'agit d'une restauration où la densité de dislocations diminue. Dans un second temps, une partie des dislocations se regroupe et forme des parois de dislocations, ou parois de polygonisation, au sein du grain. Elles amènent alors à la création de sous-joints de grains. Ces derniers délimitent au final au sein du grain la nouvelle cristallite de la phase aluminium.

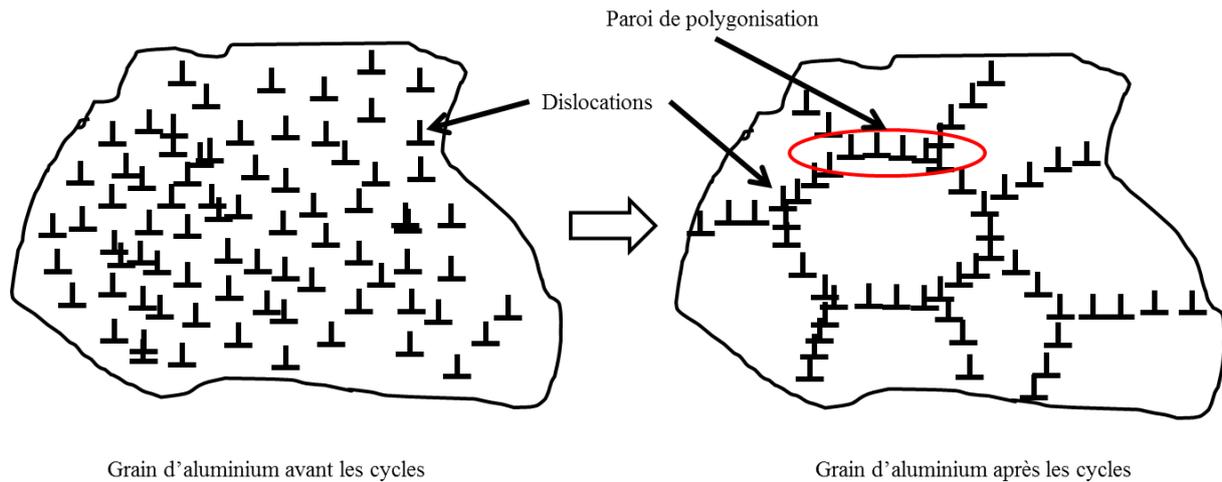


Figure 85 : Schématisation du phénomène supposé de recristallisation dynamique au sein des grains d'aluminium.

La diminution de la taille moyenne des cristallites de la phase silicium ne peut s'expliquer par le même phénomène. En effet, les mouvements de dislocations sont difficiles dans une structure cristallographique de type diamant avec une liaison forte entre les atomes. Une augmentation de la résistance à la rupture corrélée à une diminution de la taille de cristallite correspondrait à un phénomène suivant une loi de type Hall-Petch. Les résultats et les observations actuellement à disposition ne permettent pas néanmoins d'identifier le phénomène à l'œuvre dans la phase silicium.

3.II.5 Discussion sur l'influence de la température sur le comportement de l'AlSi

Les résultats des sections 3.II.3.3 et 3.II.4 permettent de déduire plusieurs conclusions sur l'influence de la température sur les propriétés mécaniques de l'AlSi CE9F.

Le module d'Young a une variation linéaire en fonction de la température sur la plage considérée : de 120 GPa à -50°C jusqu'à 116 GPa à 130°C . La variation ponctuelle de la température monotone affecte donc le module d'élasticité de manière classique. En revanche, les paramètres de Weibull, caractérisant le comportement à la rupture du matériau, ne sont pas influencés par un changement de la température des échantillons.

Des cycles thermiques, représentatifs de ceux du cycle de vie du composant, ont eu une influence significative sur les propriétés de l'AlSi CE9F. Pour un module de Weibull supposé constant, le paramètre de forme augmente avec le nombre de cycles puis se stabilise. Cette augmentation est d'ailleurs supérieure à l'incertitude de mesure, elle est donc avérée. La modification du module d'élasticité sous l'effet des cycles thermiques est en revanche non significative. L'analyse des spectres de diffraction de rayons X pour différents nombres de cycles montre que les cycles thermiques modifient l'organisation cristalline du matériau. La largeur des pics à mi-hauteur diminue, témoignant d'une amélioration progressive de l'organisation cristalline de l'AlSi CE9F. Cette amélioration est en partie due, d'après la loi de Williamson-Hall, à une diminution progressive de la microdéformation moyenne des deux phases du matériau et à des évolutions de la taille moyenne de cristallites.

La phase silicium est la phase qui définit la résistance à la rupture de l'AlSi CE9F. L'analyse des contraintes internes suggère qu'elle subit des contraintes internes de traction, pénalisantes pour sa tenue en rupture, probablement issues du procédé d'élaboration. L'AlSi CE9F est élaboré par dépôt de gouttelettes du matériau en fusion. Lors de l'étape de refroidissement, la phase silicium passe à l'état solide avant la phase aluminium. Du fait des différentes propriétés des phases à l'échelle

microscopique (coefficient de dilatation thermique notamment), la structure cristalline obtenue n'est pas à son état le plus stable. Leur réduction, en raison de l'action des cycles thermiques, permettrait ainsi de réduire les contraintes au sein de la phase silicium. La résistance à la rupture de l'AlSi CE9F serait alors améliorée. Enfin, l'évolution de la taille des cristallites en fonction du nombre de cycles peut impacter la résistance à la rupture. Une diminution de la taille des domaines cristallins de silicium peut améliorer la résistance à la rupture de l'AlSi CE9F en favorisant sa tenue à la propagation de fissure.

Les cycles thermiques ont ainsi probablement facilité la réorganisation des deux phases, par apport d'énergie thermomécanique, afin d'amener la microstructure à un état plus stable. Les microdéformations ont alors été réduites dans les deux phases en présence sans pour autant disparaître, améliorant la résistance à la rupture du matériau. Il est intéressant de constater que l'amélioration de la résistance à la rupture de l'AlSi CE9F semble se stabiliser autour de 500 cycles. La valeur du paramètre d'échelle à 700 cycles est très proche de celle obtenue à 500 cycles et on peut les considérer égales. De plus, les valeurs absolues des microdéformations moyennes des deux phases semblent également s'être stabilisées. Cela signifie que le matériau aurait atteint son état le plus stable ou que l'énergie apportée par les cycles thermiques n'est pas suffisante pour atteindre un état à plus basse énergie. L'AlSi CE9F produit par atomisation connaît alors l'optimum de sa résistance à la rupture après 500 cycles avec les paramètres de cycles thermiques considérés.

3.III Synthèse sur le chapitre

Le chapitre 3 a présenté les résultats de la caractérisation expérimentale d'une nuance d'alumine HTCC et de l'alliage AlSi CE9F.

Une analyse statistique de la rupture des deux matériaux a été réalisée en utilisant le modèle de Weibull. Un couple de paramètres de Weibull a pu être identifié pour chacun des deux matériaux en prenant en compte les valeurs des contraintes à la rupture en flexion quatre points et en flexion trois points pour diminuer les erreurs d'estimation. Les effets de volumes selon la théorie du volume équivalent ont pu être représentés pour les deux matériaux, validant ainsi l'utilisation du modèle de Weibull pour décrire le comportement à la rupture. Ces couples de paramètres de Weibull seront utilisés dans les chapitres 4 et 5 pour la réalisation des simulations numériques et le calcul de la probabilité de rupture d'un composant.

Les microstructures des deux matériaux ont été observées. Des grains majoritairement allongés avec la présence de nombreux éléments supplémentaires, impuretés ou dopants, ont été relevés pour l'alumine. L'AlSi CE9F a pu bénéficier d'une étude approfondie de sa microstructure. Le caractère homogène et isotrope du matériau a été mis en évidence. Les deux phases, l'une riche en silicium et la seconde en aluminium, ont été caractérisées. La phase silicium est composée de grains majoritairement maclés ayant une taille moyenne de l'ordre de 2 μm . Ils ne possèdent pas d'orientation particulière à l'échelle microscopique. La phase aluminium est constituée de grains non maclés. Une partie d'entre eux possède des sous-joints de grains. Leur taille moyenne n'a pu être quantifiée mais certains grains ont une taille de l'ordre de 0,5 μm et d'autres de 10 μm . Ces résultats permettent d'observer une grande disparité dans la taille des grains d'aluminium. L'EBSD a permis également de constater des texturations locales des grains de la phase aluminium malgré le caractère macroscopiquement isotrope du matériau. Les essais de nanoindentation ont confirmé le caractère mécaniquement fragile de la phase silicium et le caractère ductile de la phase riche en aluminium.

L'observation de la microstructure a mis en évidence la présence d'impuretés riches en fer dans la phase riche en aluminium de l'AlSi CE9F. Un cas particulier de rupture a été observé pour une éprouvette dont la rupture en flexion quatre points a eu lieu hors des appuis supérieurs (cas unique sur un total de 140 essais réalisés). L'observation du faciès de cette éprouvette a révélé un amas important d'impureté de fer, probablement responsable de la rupture précoce du matériau. Bien qu'elles soient en

très faible quantité, la distribution des impuretés de fer peut être un facteur déterminant dans la résistance à la rupture d'une structure en AlSi CE9F.

Une étude de l'influence de la température sur l'AlSi CE9F a été menée. Dans un premier temps, il a été démontré qu'une variation monotone et brève de la température n'affecte pas la résistance à la rupture du matériau : les mêmes valeurs des paramètres de Weibull ont pu être déterminées en flexion quatre points pour -50, 20 et 130°C. Le module d'élasticité du matériau varie peu sur la plage de température considérée.

La dernière section s'est intéressée à l'influence de cycles thermiques sur l'AlSi CE9F entre -55 et 125°C. Une amélioration de la résistance à la rupture du matériau en fonction du nombre de cycles a été relevée. Cela se traduit par une modification des paramètres de Weibull et notamment par une augmentation du paramètre de forme. Les études sur la cristallographie du matériau démontrent que les cyclages thermiques affectent l'organisation cristalline de l'AlSi CE9F. La largeur moyenne des pics diminue traduisant une amélioration de la cristallinité du matériau. L'étude montre également que cette amélioration mécanique semble se stabiliser après 500 cycles thermiques. Le procédé d'élaboration doit probablement créer des microcontraintes et des désorganisations locales dans le matériau. Les cycles thermiques avec les paramètres correspondants, permettent d'amener le matériau vers un état d'équilibre.

CHAPITRE 4	SIMULATION NUMERIQUE ET VALIDATION D'UN CRITERE DE RUPTURE	
FRAGILE	129
4.I	ETUDES DU MODELE NUMERIQUE DE RUPTURE FRAGILE.....	129
4.I.1	<i>Implantation numérique du modèle</i>	130
4.I.1.1	Principes de la méthode des éléments finis.....	130
4.I.1.2	Application du modèle de Weibull à un problème discrétisé.....	131
4.I.1.3	Etude de la sensibilité au maillage.....	133
4.I.2	<i>Confrontation avec les résultats expérimentaux</i>	137
4.I.2.1	Erreur d'estimation de la probabilité de rupture	138
4.I.2.2	Représentation des effets de volume	141
4.I.2.3	Influence du coefficient de frottement	142
4.II	CONFRONTATION EXPERIENCE/SIMULATION POUR DES CAS DE CHARGEMENTS COMPLEXES	143
4.II.1	<i>Flexion quatre points sur éprouvette en T</i>	143
4.II.2	<i>Flexion quatre points sur éprouvette percée</i>	149
4.II.3	<i>Flexion simple sur éprouvette vissée</i>	152
4.II.3.1	Résultats expérimentaux.....	152
4.II.3.2	Première mise en données – cas de référence	154
4.II.3.3	Influence du positionnement sur la probabilité de rupture.....	157
4.II.3.4	Influence de l'effort de serrage sur la probabilité de rupture	159
4.II.3.5	Influence du coefficient de frottement au contact titane-AlSi CE9	159
4.II.4	<i>Bilan sur l'étude des cas de chargements complexes</i>	160
4.III	ETUDE D'UN COMPOSANT EN ALUMINE HTCC	162
4.III.1	<i>Définition du composant et retour d'expérience</i>	162
4.III.2	<i>Résultats expérimentaux – flexion quatre points</i>	163
4.III.3	<i>Observation des faciès de rupture</i>	164
4.III.4	<i>Simulation numérique de la fenêtre en alumine HTCC</i>	166
4.III.4.1	Hypothèses de la mise en données.....	166
4.III.4.2	Simulation de l'essai de flexion quatre points - Cas de référence.....	166
4.III.4.3	Influence du positionnement sur la probabilité de rupture	169
4.III.4.4	Influence du coefficient de frottement sur la probabilité de rupture	170
4.III.4.5	Influence du module d'élasticité de la phase riche en tungstène.....	171
4.III.4.6	Effet d'une décohésion plan – via sur la probabilité de rupture.....	172
4.III.5	<i>Discussion sur la fenêtre en alumine HTCC</i>	173
4.IV	SYNTHESE SUR LE CHAPITRE	174

Chapitre 4 Simulation numérique et validation d'un critère de rupture fragile

Le chapitre précédent a amené à l'identification des paramètres de Weibull des deux matériaux de l'étude. Ces paramètres permettent de calculer la probabilité de rupture de composants soumis à un chargement thermomécanique. Le présent chapitre s'intéresse à la mise en place d'un modèle numérique de Weibull, tenant compte des paramètres précédemment identifiés, et à son utilisation pour l'estimation de la probabilité de rupture de pièces complexes soumises à des chargements quelconques.

La première section détaille l'application du modèle de Weibull à un problème discrétisé et la manière dont la probabilité de rupture d'une structure est calculée à partir des valeurs de contrainte calculées aux points d'intégrations. Une étude de l'effet du maillage lié à la discrétisation sur la réponse du modèle est ensuite réalisée pour différents couples de paramètres de Weibull. Enfin, une comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques obtenus lors de l'essai de flexion quatre points est présentée, ainsi qu'une mise en évidence des effets de volume. Elle permet de déterminer les erreurs d'estimation du modèle.

La seconde partie se concentre sur les éprouvettes technologiques : éprouvette en T, éprouvette percée en flexion quatre points et une flexion simple sur une éprouvette encastree-libre vissée sur un support. La géométrie de ces éprouvettes a déjà été détaillée dans le chapitre 2. Les séries d'essais ont été expérimentalement réalisées et donnent une distribution d'effort à la rupture pour chacune des éprouvettes technologiques. Ces distributions sont ensuite comparées avec les résultats des simulations numériques des essais. Ces éprouvettes permettent de valider le choix d'une contrainte équivalente basée sur le critère du principe des actions indépendantes.

La dernière section est consacrée à l'étude d'une fenêtre, composant à structure complexe, majoritairement constitué d'alumine HTCC. Il s'agit d'une pièce appartenant au boîtier de protection des composants électroniques. L'objectif est de valider l'utilisation du modèle de Weibull identifié dans les sections 3.I.3.4 et 3.II.3.4 afin de représenter le comportement mécanique de ce composant. La fenêtre est sollicitée en flexion quatre points et la distribution expérimentale des efforts à la rupture est comparée avec la prévision numérique.

4.I Etudes du modèle numérique de rupture fragile

Cette première partie du chapitre relate dans un premier temps et de manière succincte le fonctionnement de la méthode des éléments finis et la manière dont le modèle de Weibull est discrétisé afin de calculer la probabilité de rupture d'une structure à partir d'un maillage. Dans un second temps, une étude de l'impact de la discrétisation sur la réponse du modèle est menée ainsi qu'une comparaison avec les résultats expérimentaux issus de la flexion quatre points sur l'AlSi CE9F.

4.I.1 Implantation numérique du modèle

4.I.1.1 Principes de la méthode des éléments finis

La méthode des éléments finis est utilisée pour résoudre numériquement des équations aux dérivées partielles de problèmes physiques via une solution approchée.

La géométrie de la structure étudiée est discrétisée en un ensemble de sous-domaines polyédriques dont les sommets sont appelés nœuds. Cette discrétisation du milieu entraîne la perte du caractère continu de la géométrie. Des variables nodales sont associées à chaque nœud. Elles sont les inconnues du problème (déplacement, rotation, température,...) et constituent les degrés de liberté du problème. Ainsi plus ce nombre est élevé, plus le nombre d'équations nécessaires pour résoudre le problème sera élevé et par corollaire, le temps de calcul sera important. Les autres inconnues (contraintes, flux) sont calculées à partir des points d'intégrations.

A partir de la construction nodale, le domaine Ω de la géométrie étudiée est divisé en sous-domaines Ω_e appelés éléments finis. L'ensemble des nœuds et des éléments constitue le maillage du domaine Ω . Un élément est défini par sa dimension (1D, 2D, 3D), sa géométrie (triangulaire, quadrilatère) et par la nature de sa courbe frontière (son degré d'interpolation). Les inconnues du problème sont uniquement calculées aux nœuds. Afin de déterminer les valeurs d'une inconnue sur l'ensemble d'un élément, des fonctions d'interpolations sont utilisées. Elles peuvent être linéaires, quadratiques ou cubiques et sont construites à partir des polynômes de Lagrange [146].

Pour résoudre les équations aux dérivées partielles par la discrétisation définie précédemment, celles-ci sont réécrites sous une forme intégrale pour distinguer le domaine et les frontières de la structure. Dans le cas d'un problème d'élasticité en régime quasi-statique, la forme intégrale s'obtient à partir de la méthode des travaux virtuels. Le travail des forces internes est égal au travail des forces externes. La forme intégrale est ensuite discrétisée sur le maillage défini pour obtenir une forme matricielle de l'équation du problème [147].

$$\int_{\Omega} \bar{\epsilon}^* [C] \bar{\epsilon} dV - \int_{\Omega} \bar{u}^* \bar{F} dV - \int_{\partial\Omega} \bar{u}^* \bar{f} dS = 0 \quad (83)$$

Dans l'Eq. (83), $[C]$ représente la matrice de rigidité du matériau définie à partir des propriétés mécaniques, \bar{F} le vecteur des forces volumiques et \bar{f} le vecteur des forces surfaciques qui s'appliquent sur les frontières du domaine. La déformation $\bar{\epsilon}$ est calculée à partir des déplacements u avec l'hypothèse des petites déformations. $\bar{\epsilon}^*$ et \bar{u}^* correspondent respectivement au tenseur des déformations virtuelles et au vecteur des déplacements virtuels.

L'Eq. (83) est ensuite résolue par la méthode de quadrature de Gauss [148]. Elle exprime les intégrales en fonction de la valeur du champ en un nombre fini de points. Un système d'équations linéaires est alors obtenu puis inversé pour déterminer le champ de déplacement final de la structure considérée. Les déformations puis les contraintes sont par la suite calculées par la relation déformation-déplacement choisie et la loi de Hooke.

Les déplacements et les forces sont appelés valeurs nodales car elles sont directement déterminées aux nœuds du maillage. Les déformations et les contraintes sont appelées valeurs élémentaires.

La précision d'une simulation numérique par la méthode des éléments finis est directement liée au type de maillage utilisé. L'effet du maillage sur la précision du calcul de la probabilité de rupture sera abordé plus en détail dans la section 4.I.1.3.

4.1.1.2 Application du modèle de Weibull à un problème discrétisé

La formulation du modèle de Weibull est définie à partir de l'Eq.(7). La probabilité de rupture d'une structure est calculée à partir de deux paramètres matériaux (module de Weibull et paramètre de forme), du volume équivalent qui dépend du module de Weibull et du chargement, et de la contrainte équivalente maximale. Cette formulation soulève la problématique de déterminer numériquement les deux derniers paramètres : le volume équivalent et la contrainte équivalente maximale, nécessaires au calcul de la probabilité de rupture.

Comme il a été brièvement présenté dans la section 4.1.1.1, le tenseur des contraintes est calculé à chaque point d'intégration. Ce tenseur peut s'exprimer sous la forme d'une matrice diagonale formée par les contraintes principales. Il s'agit mathématiquement d'un changement de repère de la représentation des contraintes. Il est alors possible d'appliquer l'Eq. (35) de Freudenthal à chacun des points d'intégration du maillage pour calculer une contrainte équivalente selon le principe des actions indépendantes (Eq. (1)). A noter que seules les contraintes principales positives sont considérées pour le calcul de la contrainte équivalente.

$$\sigma_{Eq,i} = (\sigma_{I,i}^m + \sigma_{II,i}^m + \sigma_{III,i}^m)^{1/m} \quad (84)$$

L'Eq. (1) permet de réaliser une cartographie de la contrainte équivalente sur l'ensemble de la structure calculée à chaque point d'intégration.

Chaque point d'intégration possède une variable V_i correspondant au volume de l'élément affecté au point d'intégration. Par exemple, si un élément possède quatre points d'intégration, le volume V_i de chacun des points correspond à un quart du volume total de l'élément dans le cas d'un élément à forme cubique à interpolation linéaire. La formulation suppose ainsi que le champ de contraintes est uniforme dans chaque sous-élément de volume associé à un point d'intégration.

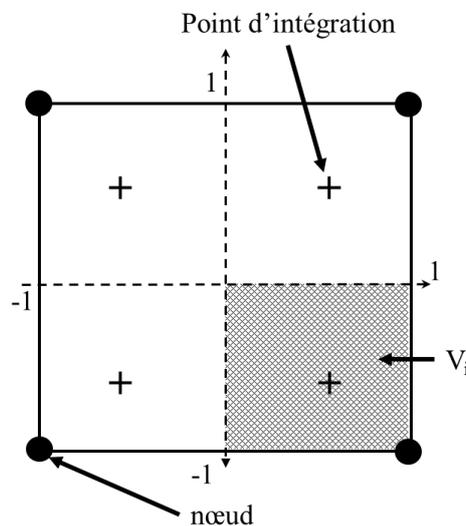


Figure 86 : Schématisation d'un élément fini à deux dimensions et à interpolation quadratique.

La probabilité globale de rupture peut s'exprimer à partir des probabilités de rupture de chacun des maillons (Eq.(3)). Dans le cas d'une discrétisation par la méthode des éléments finis, un maillon peut correspondre à un sous-volume V_i d'un élément fini sous le champ de contrainte équivalente uniforme $\sigma_{eq,i}$. La rupture d'un élément est suffisante pour entraîner la rupture totale de la structure. La probabilité globale de rupture s'exprime alors sous la forme de l'Eq. (85) à partir du volume et de la contrainte équivalente associés à chaque point d'intégration.

$$P = 1 - \prod \left[\exp \left[-V_i \left(\frac{\sigma_{Eq,i}}{\sigma_0} \right)^m \right] \right] \quad (85)$$

Il s'agit d'une première méthode pour le calcul numérique de la probabilité de rupture. Une seconde formulation est possible en introduisant la contrainte équivalente maximale afin de calculer le volume équivalent. Par post-traitement, il est possible de déterminer la valeur maximale de la contrainte équivalente à chaque incrément lors des étapes de la simulation numérique. Cette dernière est indispensable au calcul de volume équivalent selon la formulation intégrale de l'Eq. (22).

A partir de la contrainte équivalente maximale, de la contrainte équivalente au point d'intégration et du volume associé au point d'intégration, l'Eq. (86) exprime la formulation d'un volume équivalent élémentaire associé à chacun des points d'intégration du maillage. Le champ de contraintes est de nouveau supposé uniforme sur chaque sous-volume associé aux points d'intégration.

$$V_{Eq,i} = \left(\frac{\sigma_i}{\sigma_{max}} \right)^m V_i \quad (86)$$

La formulation intégrale de l'Eq. (22) devient, d'un point de vue numérique, équivalente à la somme de l'ensemble des volumes équivalents de chaque point d'intégration. Cela est vrai seulement si le maillage est suffisamment raffiné. En effet, l'hypothèse d'un champ de contraintes uniforme sur chaque sous-volume entraîne une discontinuité de la contrainte équivalente entre sous-volumes. Cette dernière est atténuée si les sous-volumes sont suffisamment petits, par corollaire, si les éléments sont suffisamment petits. L'Eq. (87) exprime le volume équivalent total à partir de la somme des volumes équivalents associés aux points d'intégration.

$$V_{Eq} = \sum \left(\frac{\sigma_i}{\sigma_{max}} \right)^m V_i \quad (87)$$

Lorsque les deux paramètres de la loi de Weibull, m et σ_0 , sont connus, il est alors possible de déterminer la probabilité globale de rupture de la structure sous sollicitation mécanique selon l'Eq. (88). L'ordre des calculs de la démarche est schématisé dans la Figure 87.

$$P = 1 - \exp \left[-V_{Eq} \left(\frac{\sigma_{max}}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (88)$$

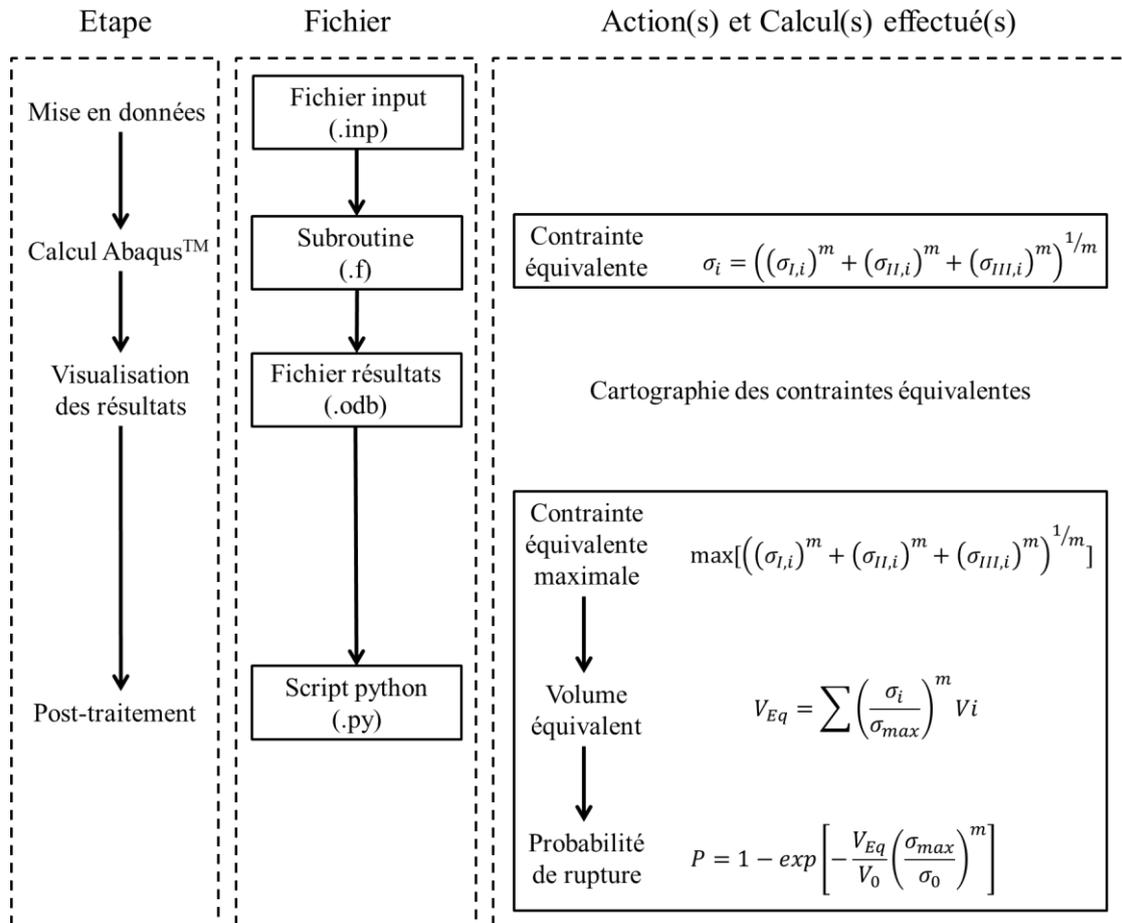


Figure 87 : Etapes du calcul de la probabilit  de rupture et calculs interm diaires.

Le d roulement du calcul d'un point de vue num rique est en fait un traitement a posteriori. Le calcul  l ments finis est r alis  puis les diff rents param tres sont calcul s afin d'obtenir la probabilit  de rupture. La mise en place du mod le de Weibull dans le code de calcul ne modifie en rien la convergence du mod le  l ments finis.

4.1.1.3 Etude de la sensibilit  au maillage

La r alisation d'un calcul par la m thode des  l ments finis soul ve la question de la sensibilit  du mod le par rapport au maillage. Les r sultats peuvent sensiblement varier entre deux mod lisations d'un m me probl me en raison des diff rences de mise en donn ees des cas de calcul. Les champs de d placements, de d formations et de contraintes sont directement impact s par les choix pris lors de la mise en donn ees. La discr tisation du mod le de Weibull n' chappe pas   cette sensibilit .

La probabilit  de rupture dans le cas d'un code de calcul bas  sur les  l ments finis peut d pendre de :

- La pr cision sur la convergence d'un cas de calcul non-lin aire, ce qui affecte la pr cision sur le champ de contraintes calcul . Il s'agit, par exemple, de la pr cision sur la convergence d'un contact. Par corollaire, cela affecte la pr cision sur le calcul de la contrainte  quivalente   chaque point d'int gration et donc de la contrainte  quivalente maximale.
- Le type d' l ments pour r aliser le maillage de la structure. La forme des  l ments (cubiques, t tra driques) affecte la pr cision des r sultats, notamment pour des g om tries complexes. Le maillage doit repr senter le plus fid lement possible la structure. N anmoins,

les formes circulaires (perçages, congés, arcs de cercle) sont toujours discrétisées par une succession de segments. La précision sur l'interpolation des formes circulaires reste toujours discutable. Enfin le choix d'interpolation, linéaire ou quadratique, des éléments impacte directement les résultats de la simulation numérique. Pour un même nombre d'éléments, l'interpolation linéaire a moins de nœuds que l'interpolation quadratique. Par corollaire, il y a plus de points d'intégration dans un élément à interpolation quadratique que dans un élément à interpolation linéaire.

- La finesse du maillage. Cet aspect est en partie relié au point précédent. Un grand nombre d'éléments autour d'un contour circulaire permet de mieux représenter ce dernier qu'un faible nombre d'éléments. La finesse du maillage impacte également directement la formulation du volume équivalent discrétisé. Le passage d'une formulation intégrale du volume équivalent à une formulation somme n'est valide que s'il y a suffisamment de points d'intégration.

Le premier point dépend directement du logiciel de calcul, de sa méthode de résolution et de ses paramètres de convergence. Il intervient directement sur le calcul de la contrainte et indirectement sur la valeur de la probabilité de rupture, il ne sera donc pas étudié. En revanche, l'impact des deux autres points sur la probabilité de rupture peut être quantifié. Ces deux points sont directement reliés au maillage utilisé pour la modélisation. Etudier la sensibilité du modèle correspond à évaluer la sensibilité de la probabilité de rupture par rapport au maillage.

Nous nous intéressons dans la présente section à l'impact du maillage sur la probabilité de rupture d'une éprouvette en flexion quatre points.

Les appuis supérieurs et inférieurs sont considérés comme des corps rigides et ne se déforment donc pas sous l'action du chargement. Le contact entre l'éprouvette et les appuis est de type « hard contact ». Cela introduit des équations non-linéaires dans la résolution du calcul en autorisant une interpénétration des différents éléments dans les zones de contact. Le champ de contraintes au niveau des contacts est calculé par la méthode d'approximation des multiplicateurs de Lagrange. Ce choix pour la modélisation des contacts sera considéré pour toutes les simulations ultérieures. Le coefficient de frottement est fixé à zéro, c'est-à-dire un contact avec glissement sans frottement. Le problème possède également deux plans de symétrie : un premier plan au milieu de l'éprouvette dans le sens de la largeur et un second dans le sens de la longueur. Cela permet de simplifier la mise en données. Cette division du volume oblige, pour le calcul de volume équivalent total, à introduire un facteur multiplicatif de quatre.

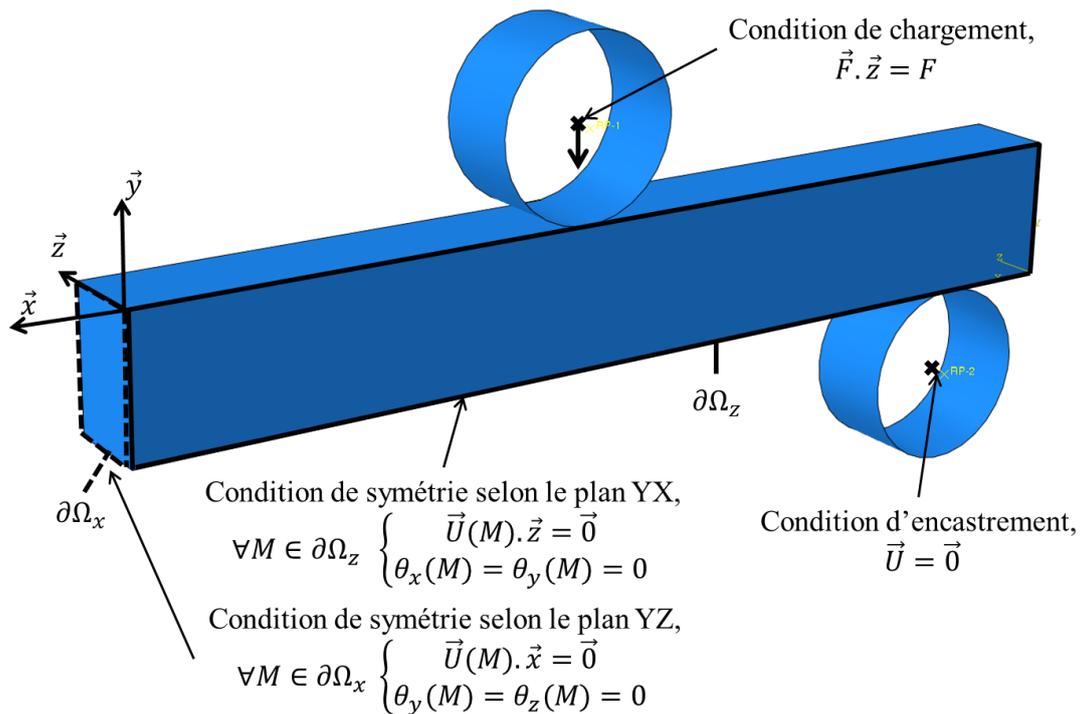


Figure 88 : Modélisation d'un essai de flexion quatre points avec deux plans de symétrie

La finalité de l'étude est de quantifier les variations de la probabilité de rupture de l'éprouvette pour une même valeur de chargement en fonction du nombre d'éléments dans l'épaisseur avec deux types d'interpolations différentes (linéaire et quadratique). La première interpolation est réalisée avec des éléments de type C3D8 (« Continuum « - « 3 Dimensions » - 8 nœuds dans un élément) et la seconde par des éléments de type C3D20. Il s'agit dans les deux cas d'éléments de géométrie parallélépipèdes rectangles.

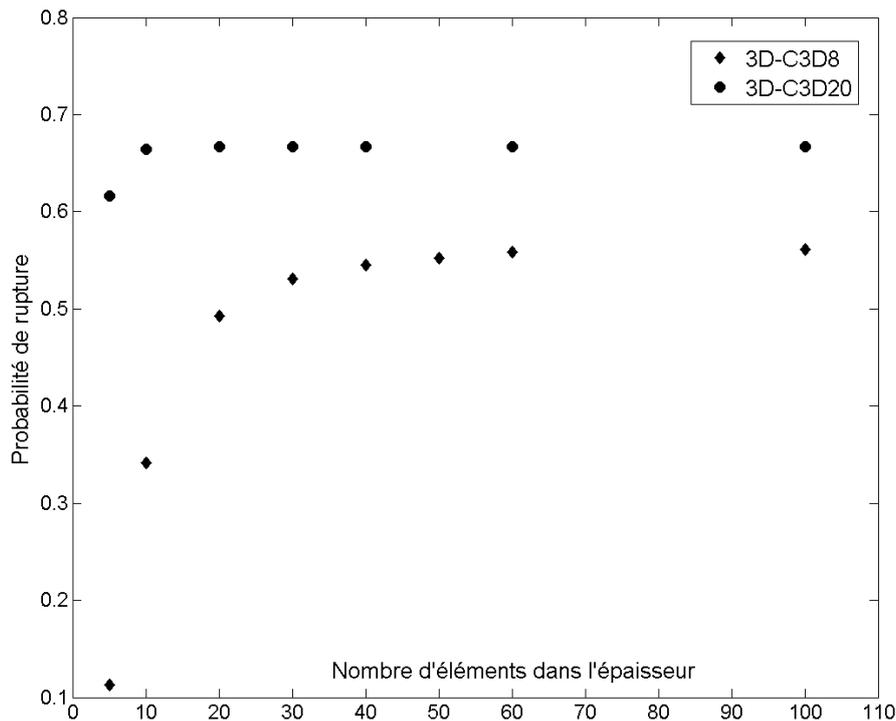


Figure 89 : Variation de la probabilité de rupture en fonction du nombre d'éléments dans l'épaisseur pour des interpolations linéaire et quadratique.

Les deux mises en données montrent une augmentation de la valeur de la probabilité de rupture en fonction du nombre d'éléments dans l'épaisseur puis une stabilité de la valeur à partir d'un certain nombre d'éléments. Cette stabilité a lieu à partir de 20 éléments pour une interpolation quadratique. Dans le cas de l'interpolation linéaire, la probabilité de rupture augmente rapidement dans un premier temps puis semble tendre vers un état stable pour un très grand nombre d'éléments dans l'épaisseur. La stabilité de la réponse en probabilité de rupture de la modélisation est plus rapide pour une interpolation quadratique. La Figure 89 présente aussi un écart notable sur l'estimation de la probabilité de rupture entre les deux types d'interpolations. La valeur de la probabilité de rupture est plus faible avec l'interpolation linéaire qu'avec l'interpolation quadratique pour une même valeur de contrainte.

La simulation calcule la contrainte équivalente maximale et le volume équivalent. L'évolution de ces deux paramètres en fonction du nombre d'éléments peut aussi être représentée sur la Figure 90.

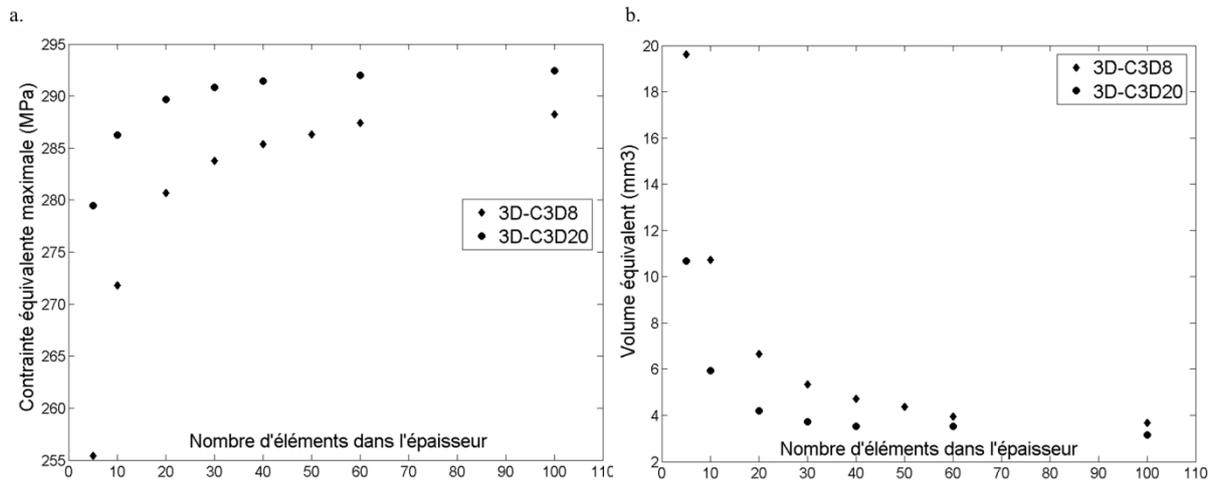


Figure 90 : Evolutions de la contrainte équivalente maximale et du volume équivalent en fonction du nombre d'éléments dans l'épaisseur de l'éprouvette pour deux types d'interpolation.

La Figure 90 présente une augmentation de la contrainte équivalente maximale par rapport au nombre d'éléments dans l'épaisseur pour les deux types d'interpolation. La Figure 90b présente une diminution du volume équivalent suivie également d'une stabilisation de la valeur calculée. En comparant les évolutions des Figure 89 et Figure 90 pour l'interpolation quadratique, il est intéressant de constater que la probabilité de rupture peut être stabilisée mais que les valeurs de la contrainte équivalente maximale et du volume équivalent continuent de varier.

Ce phénomène provient de la formulation du volume équivalent (Eq. (87)) qui dépend directement de la valeur de la contrainte équivalente maximale. Lorsque la valeur de cette dernière augmente uniquement à cause du raffinement du maillage, le volume équivalent associé diminue. Les deux variations peuvent se compenser. Le modèle reste stable alors uniquement sur la probabilité de rupture. La stabilisation de l'ensemble des différentes variables (contrainte et volume équivalent) a lieu pour un maillage plus fin.

Il sera alors plus aisé lors des comparaisons simulations/expériences de tracer des courbes de la probabilité de rupture en fonction de l'effort appliqué. Par ailleurs, lorsqu'il n'existe pas une formulation analytique de la contrainte dans le cas de chargements complexes, seuls les efforts à la rupture observés expérimentalement pourront être comparés avec les résultats des simulations numériques.

Il est important que le travail de recherche d'un maillage stable soit réalisé pour chaque cas de calcul pour les travaux de la présente thèse. Il n'est néanmoins pas relaté pour chaque cas car la méthode est similaire. Les éléments à interpolation quadratique seront privilégiés pour la réalisation des simulations ultérieures avec la recherche d'un maillage raffiné.

4.I.2 Confrontation avec les résultats expérimentaux

La mise en données de la section 4.I.1.3 correspond aux essais de flexion quatre points réalisés sur les deux matériaux, l'AlSi CE9F et l'alumine HTCC. L'étape suivante consiste à déterminer les écarts de prédiction (probabilité, efforts ou contraintes à la rupture) entre la simulation numérique et la formulation analytique des essais de flexion quatre points. Cette dernière avait été utilisée pour déterminer les paramètres de Weibull des deux matériaux. Les simulations semblent atteindre plus rapidement une stabilité par rapport au maillage dans le cas d'une interpolation quadratique. Les simulations suivantes seront effectuées avec des éléments C3D20.

4.1.2.1 Erreur d'estimation de la probabilité de rupture

La probabilité de rupture d'une éprouvette en flexion quatre points sous un chargement d'intensité F peut être définie par l'Eq. (89) en ne considérant que la composante traction/compression du tenseur des contraintes. L'écart entre la probabilité de rupture déterminée numériquement et celle obtenue par calcul analytique peut être quantifié. Deux comparaisons graphiques sont réalisées sur la Figure 91. La première dans un graphe représentant la probabilité de rupture en fonction de la contrainte à la rupture. Cette dernière se calcule selon la formulation de l'Eq. (52). La seconde représentation graphique correspond à la courbe de la probabilité de rupture en fonction de l'effort à la rupture.

$$P = 1 - \exp \left[- \left(\frac{3Fl_2}{\sigma_0 bh^2} \right)^m \left(\frac{bhl_1}{m+1} + \frac{bhl_2}{(m+1)^2} \right) \right] \quad (89)$$

Le module de Weibull intervient dans le calcul du volume équivalent et de la contrainte équivalente. Afin de mieux quantifier les écarts entre les résultats analytiques et les résultats de simulation, plusieurs couples de paramètres de Weibull sont considérés.

- (10 ; 300), un module de Weibull de 10 et un paramètre de forme de 300 MPa.
- (20 ; 300), seul le module de Weibull change par rapport au cas précédent.
- (31 ; 302,6), il s'agit du couple de paramètres correspondant à la courbe de Weibull identifiée sur l'ensemble des valeurs de contraintes à la rupture obtenues pour l'AlSi CE9F.

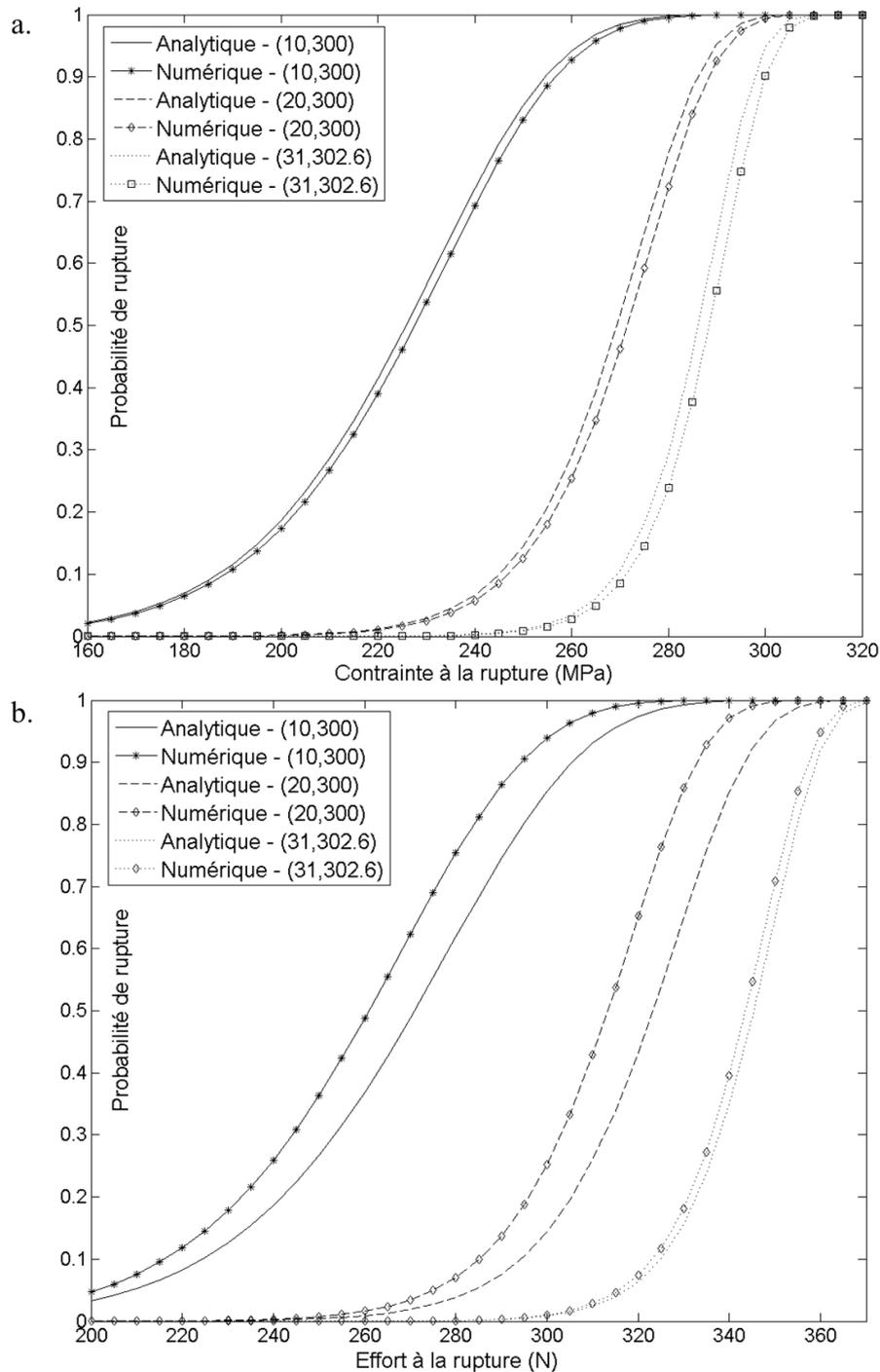


Figure 91 : Comparaison en contraintes (a.) et en efforts (b.) entre les courbes de Weibull obtenues analytiquement et numériquement pour un essai de flexion quatre points.

Pour une probabilité de rupture donnée (Figure 91), la valeur de la contrainte à la rupture est plus élevée, de l'ordre de 0,8%, avec la simulation numérique que celle obtenue par calcul analytique. La modélisation semble sous-estimer la probabilité de rupture de l'éprouvette en flexion quatre points. En revanche, la Figure 91b montre que pour un même chargement, la valeur de la probabilité de rupture pour la modélisation numérique est légèrement supérieure à la valeur obtenue analytiquement. Ces tendances sont identiques pour tous les couples de paramètres de Weibull représentés.

Ces résultats sont à mettre en relation avec les conclusions de la section précédente 4.I.1.3. La Figure 91 montre que pour un chargement donné, la probabilité de rupture est correctement calculée

avec une légère surestimation. En revanche, la valeur de la contrainte équivalente maximale obtenue par simulation est différente de la contrainte à la rupture calculée analytiquement. Les deux sont en effet déterminées à partir de deux théories différentes. Afin que les deux valeurs soient quasiment égales, le maillage doit être raffiné mais la simulation requiert alors une grande capacité de mémoire vive. Il existera toujours un écart entre les résultats analytiques et ceux issus de la simulation numérique en raison de la discrétisation des structures. En effet, la formulation analytique repose sur une approche uniaxiale et en deux dimensions contre une approche multiaxiale et en trois dimensions de la simulation numérique.

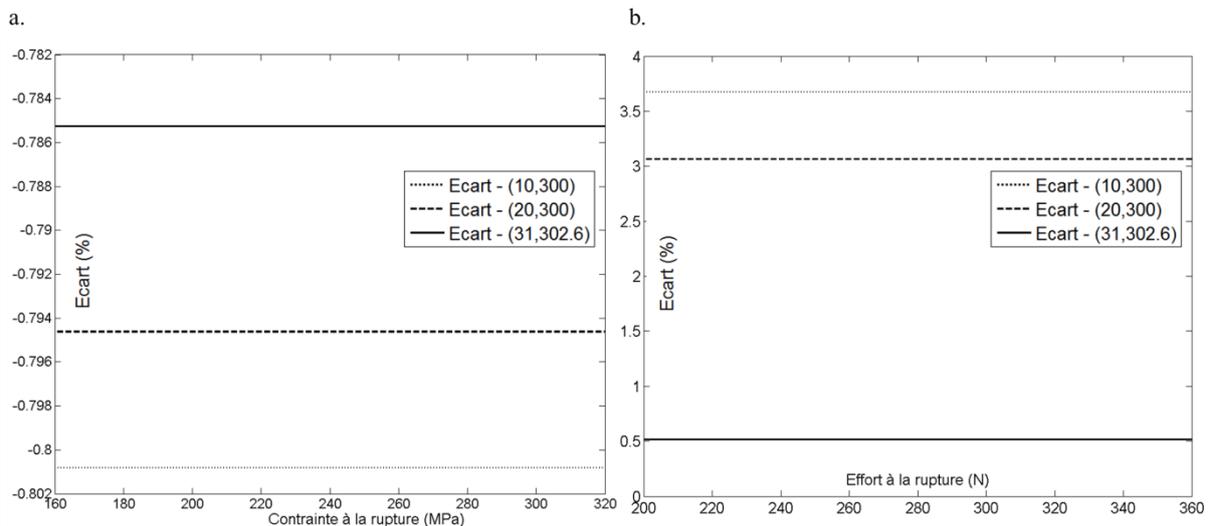


Figure 92 : Écart d'estimation entre le calcul numérique et le calcul analytique pour une même probabilité de rupture de la contrainte à la rupture (a.) et de l'effort à la rupture (b.)

La Figure 92a représente l'écart relatif d'estimation de la contrainte à la rupture entre la modélisation et le calcul analytique. La Figure 92b représente l'erreur relative d'estimation de l'effort à la rupture entre le calcul par simulation et le calcul par la formulation analytique. Les deux courbes montrent que l'erreur relative reste constante quelle que soit la valeur de la contrainte ou de l'intensité de l'effort appliqué. Les courbes montrent également que la précision du résultat dépend du module de Weibull. Plus la valeur de ce dernier est élevée, meilleure sera l'estimation de la contrainte à la rupture. En revanche, pour un module de Weibull faible, la modélisation aura tendance à surestimer l'effort à la rupture pour une probabilité de rupture donnée.

La précision d'une simulation basée sur le critère de la contrainte de Freudenthal est donc liée à la valeur même du module de Weibull. Cela est probablement lié à la formulation de la contrainte équivalente : une valeur faible de la seconde contrainte principale devient négligeable devant la valeur de la première contrainte principale pour un module de Weibull très élevé. La valeur de contrainte équivalente tend vers la valeur de la première contrainte principale et donc vers une formulation uniaxiale du problème.

Néanmoins, il est important de noter que dans les différentes modélisations, les erreurs d'estimation sont inférieures à 4% par rapport aux résultats analytiques, et inférieures à 1% pour le cas de l'AlSi CE9F. Malgré toutes les hypothèses de mise en données, la précision du modèle est satisfaisante. Dans le cadre du dimensionnement de structures réelles, un coefficient de sécurité peut être pris en compte afin de compenser l'erreur d'estimation.

Le champ de contrainte équivalente peut être représenté graphiquement par l'utilisation d'un sous-programme du type « uvarm » et peut être comparé avec le champ analytiquement calculé de la contrainte uniaxiale de traction en flexion quatre points.

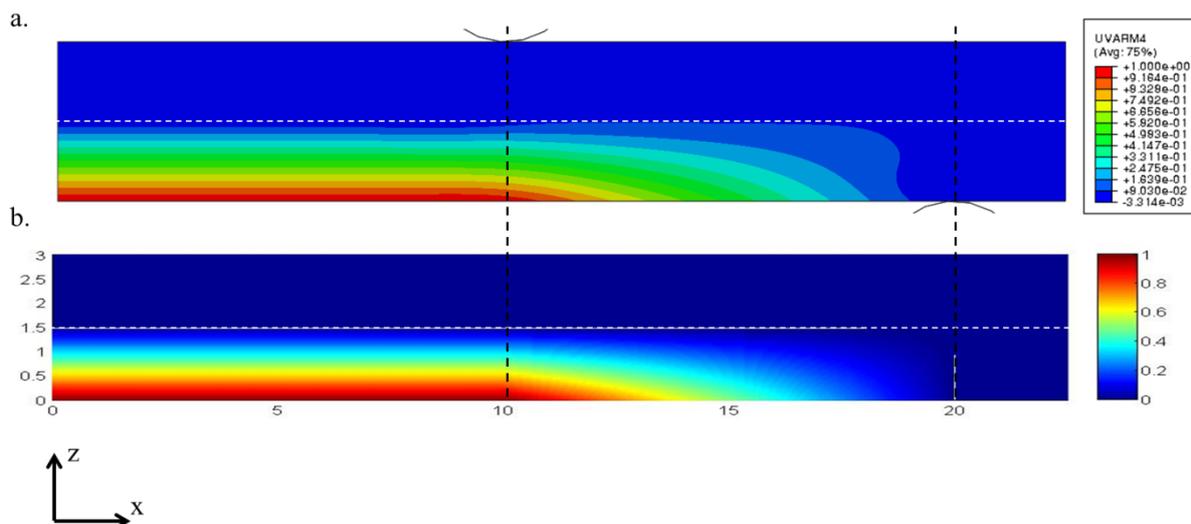


Figure 93 : Représentations graphiques du champ de la contrainte équivalente obtenu numériquement (a.) et du champ de contrainte analytique (b.) pour la moitié d'une éprouvette en flexion quatre points. La contrainte équivalente correspond à la variable utilisateur nommée UVARM4.

La Figure 93 représente les deux champs de contraintes. La contrainte calculée analytiquement est normée par rapport à la contrainte maximale en flexion quatre points, ce qui correspond à la zone entre de la face inférieure de l'éprouvette située entre les deux appuis supérieurs. A noter que la formule analytique est basée sur une approche en deux dimensions en contraintes planes alors que le champ de la contrainte équivalente est une modélisation en trois dimensions. La comparaison permet de constater que les deux champs sont constants selon x mais décroissent selon z dans la zone située sous la fibre neutre et à gauche de l'appui supérieur. Entre l'appui supérieur et l'appui inférieur, les deux champs calculés décroissent pour les x et z croissants. Il y a une très forte similarité entre les deux champs de contraintes. La seule différence notable est l'impact de l'effort tranchant issu de l'appui inférieur qui modifie localement le champ de la contrainte équivalente.

4.1.2.2 Représentation des effets de volume

Les sections 3.I.3.3 et 3.II.3.2 avaient mis en évidence les effets de volume sur le comportement de l'alumine HTCC et sur l'AlSi. Il a été montré qu'ils sont compatibles avec l'utilisation du modèle de Weibull pour ces matériaux. Ces effets, associés à la notion de volume équivalent présentée en section 1.II.4.1, permettent également de réaliser les prédictions de rupture pour des problèmes complexes à partir d'un problème mécanique simple.

L'objectif de cette section est de vérifier si les effets de volume sont correctement reproduits par la simulation numérique. Vérifier ces effets consiste à analyser les résultats des simulations numériques de l'essai de flexion trois points. En effet, pour une même probabilité de rupture, le rapport des contraintes à la rupture en flexion quatre points et en flexion trois points doit être proportionnel aux rapports des volumes équivalents selon la théorie de Weibull. Une prévision des contraintes à la rupture est alors réalisée à partir de l'Eq. (27) et sera comparée avec les valeurs des contraintes à la rupture obtenues par la simulation de l'essai de flexion trois points.

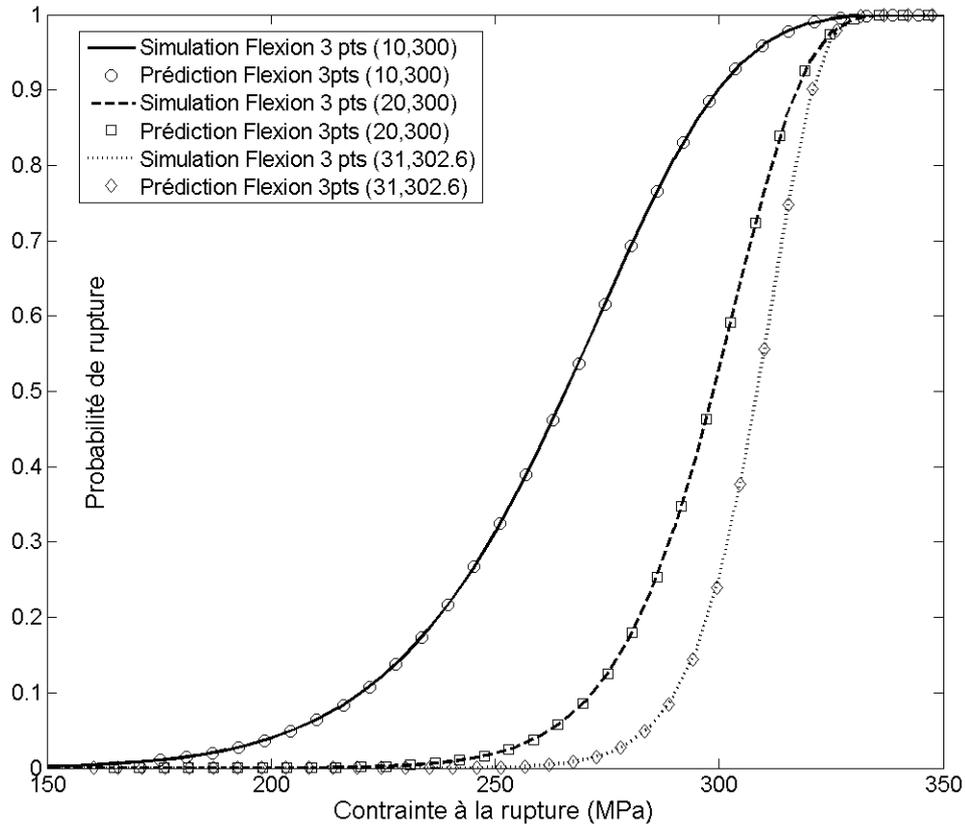


Figure 94 : Mise en évidence des effets de volumes des modèles numériques en flexion quatre points et en flexion trois points

Les prévisions représentées sur la Figure 94 sont calculées à partir des résultats numériques de flexion quatre points présentés en section 4.1.2.1. Le volume équivalent de l'éprouvette en flexion trois points est calculé numériquement. Les valeurs des contraintes à la rupture issues des prédictions respectent donc la relation de l'Eq. (27) qui explicite les effets de volume. Les résultats des simulations montrent que pour tous les couples de paramètres de Weibull, les résultats des simulations de la flexion trois points coïncident avec les prévisions. La relation de l'Eq. (27) relie alors effectivement les contraintes à la rupture obtenues en flexion trois points et les contraintes à la rupture obtenues en flexion quatre points.

Les résultats démontrent que la modélisation numérique respecte l'Eq. (27) sur les effets de volume. Les principes de la théorie du modèle de Weibull sont alors respectés par le modèle discrétisés.

4.1.2.3 Influence du coefficient de frottement

Dans les modélisations précédentes, la valeur du coefficient de frottement a été considérée comme nulle afin de représenter un contact sans frottement. Il s'agit ici de quantifier l'influence éventuelle de valeur du coefficient de frottement acier-AlSi CE9F sur le calcul de la probabilité de rupture. En plus de la valeur nulle, deux valeurs ont été arbitrairement choisies pour rendre compte des variations du coefficient de frottement : 0,1 et 0,2. Les courbes de Weibull obtenues par simulation numérique pour les différentes valeurs de coefficient sont représentées sur la Figure 95 pour les paramètres de Weibull de l'AlSi CE9F et comparées avec la courbe identifiée expérimentalement.

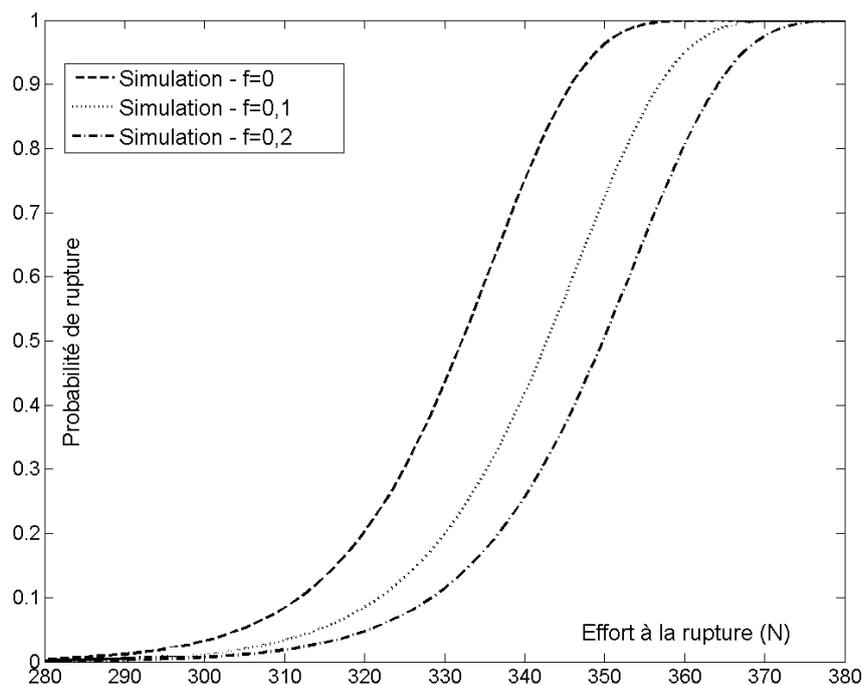


Figure 95 : Influence du coefficient de frottement Acier-AISI sur la probabilité de rupture ($m=29,8$ et $\sigma_0=303$ MPa).

La Figure 95 montre l'influence de la valeur du coefficient de frottement sur la distribution de Weibull obtenue par simulation. Pour une même valeur d'effort à la rupture, les simulations numériques avec une valeur de coefficient de 0,1 et 0,2 sous-estiment la probabilité de rupture par rapport à la simulation avec une valeur nulle de coefficient de frottement. Ce paramètre a donc une influence sur les résultats de la simulation. Cela démontre alors l'importance de caractériser le frottement entre l'acier et l'AISI CE9F afin de réaliser des simulations plus précises. Pour les simulations suivantes, la valeur du coefficient de frottement sera toujours dans un premier temps considéré comme nulle puis une étude de l'influence de sa valeur sur la probabilité sera menée dans un second temps.

4.II Confrontation expérience/simulation pour des cas de chargements complexes

Les sections suivantes sont consacrées aux essais sur les éprouvettes reproduisant des singularités ainsi qu'à la confrontation entre les simulations numériques des essais et les résultats expérimentaux. Contrairement aux séries d'essais sur les éprouvettes normées où il était possible de calculer analytiquement la contrainte à la rupture, les résultats des essais sur les éprouvettes technologiques sont analysés en effort à la rupture. Les valeurs en effort des paramètres de forme des différents essais diffèrent. En revanche, la valeur du module de Weibull doit être conservée si la relation contrainte-effort à la rupture est linéaire.

4.II.1 Flexion quatre points sur éprouvette en T

Une série de 15 essais de flexion quatre points a été réalisée avec les éprouvettes en T avec une vitesse de déplacement de traverse de $0,5 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$. La surépaisseur est centrée entre les appuis. L'effort moyen à la rupture est de 280 N avec une valeur minimale de 258 N et une valeur maximale de 284 N. L'écart-type est d'environ 10 N.

Il est intéressant de constater que 8 éprouvettes ont rompu à droite du T et 7 éprouvettes ont rompu à gauche (Figure 96). En théorie, le champ de contraintes dans le matériau possède un plan de symétrie qui passe au milieu de la géométrie du T. A chaque essai, il y a une probabilité de 50% que la rupture ait lieu à droite et inversement. Le fait que cette répartition soit expérimentalement obtenue démontre que les éprouvettes étaient correctement positionnées, c'est-à-dire centrées par rapport aux appuis, lors des essais, et que la symétrie du chargement et des conditions aux limites est bien respectée par l'ensemble du dispositif. Un décalage sur la position de l'éprouvette aurait favorisé la rupture sur un côté.

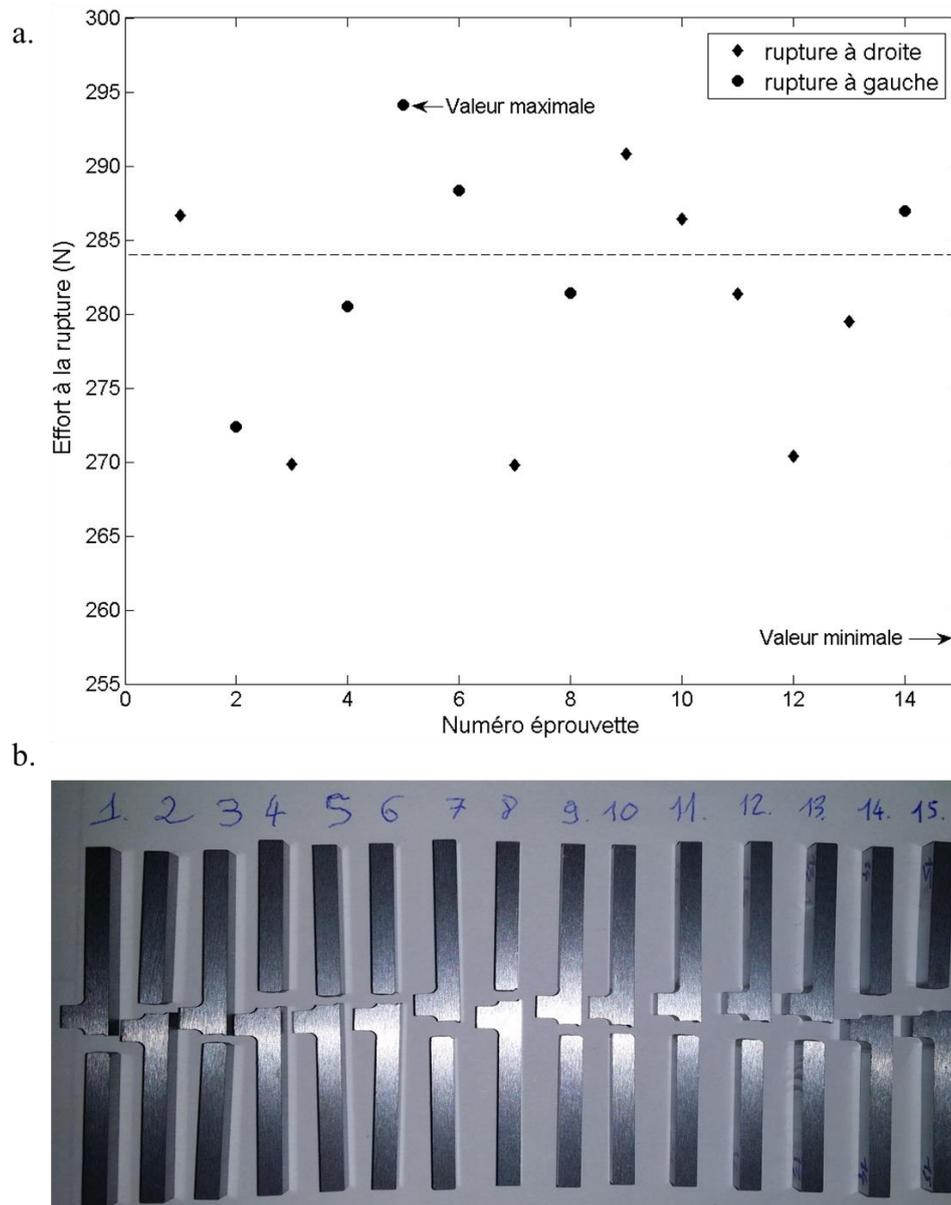


Figure 96 : Distribution des efforts à la rupture de l'éprouvette en T d'AlSi CE9F en flexion quatre points à 20°C (a.) et éprouvettes en T classées par ordre croissant de numéro d'essai (b.).

La Figure 96b montre la localisation des surfaces de rupture des différentes éprouvettes. Les plans de rupture se situent pour chaque éprouvette à l'extrémité du rayon de raccordement entre la surépaisseur et la section courante de l'éprouvette. La présence de la géométrie en T affecte le champ de contrainte. En effet, pour les éprouvettes normées en flexion quatre points, il n'existe pas de localisation préférentielle du plan de fissuration. Dans le cas des éprouvettes en T, la rupture a toujours

lieu dans la zone de jonction, d'où l'existence d'un effet de la géométrie du T sur la répartition des contraintes.

La simulation numérique des éprouvettes en T a été réalisée avec le code de calcul Abaqus® en considérant les paramètres de Weibull de l'AlSi CE9F identifiés sur les éprouvettes normées dans la section 3.II.3.4. De la même manière que dans la section 4.I.1.3, l'essai de flexion quatre points possède deux plans de symétrie. Le contact entre l'AlSi CE9F et les deux appuis est de type « hard contact » avec un coefficient de frottement fixé à zéro. L'appui inférieur est encastré et l'appui supérieur est piloté en effort pour obtenir la prévision de la rupture de l'éprouvette en T en flexion quatre points (Figure 97).

En parallèle de la réalisation des simulations, les résultats expérimentaux ont été analysés via la méthode du maximum de vraisemblance afin de réaliser une interpolation des résultats expérimentaux pour cette géométrie. L'interpolation servira de référence pour calculer les erreurs d'estimation entre les résultats issus de la simulation numérique et les résultats expérimentaux. Le module de Weibull, rendant compte de la dispersion des efforts à la rupture, doit être en théorie de la même valeur que celui obtenu pour l'AlSi CE9F sur les éprouvettes normées de la section 3.II.3.4. La courbe de Weibull identifiée est représentée sur la Figure 98. Le module de Weibull de la flexion quatre points des éprouvettes en T est de 33, donc très proche de la valeur de 31 précédemment déterminée sur les éprouvettes normées en AlSi CEF. La différence de valeur sur le module peut être issue du nombre de valeurs expérimentales. Il a été démontré dans le chapitre 1 que le nombre de valeurs d'effort à la rupture influe sur l'estimation des paramètres de Weibull. Avec seulement 15 données expérimentales, il existe alors probablement une erreur sur l'estimation sur la valeur du module de Weibull. Cette valeur étant une indication sur la dispersion des efforts à la rupture, cette dernière est donc sensiblement identique pour les deux géométries.

Une étude de sensibilité au maillage a également été réalisée en analysant l'impact du nombre d'éléments dans l'épaisseur et dans la zone de jonction sur la probabilité de rupture de l'éprouvette. Elle n'est pas détaillée dans la présente section mais suit la même démarche que celle explicitée à la section 4.I.1.3. L'étude a aussi montré la nécessité d'avoir un maillage suffisamment fin pour obtenir une valeur de probabilité indépendante du maillage.

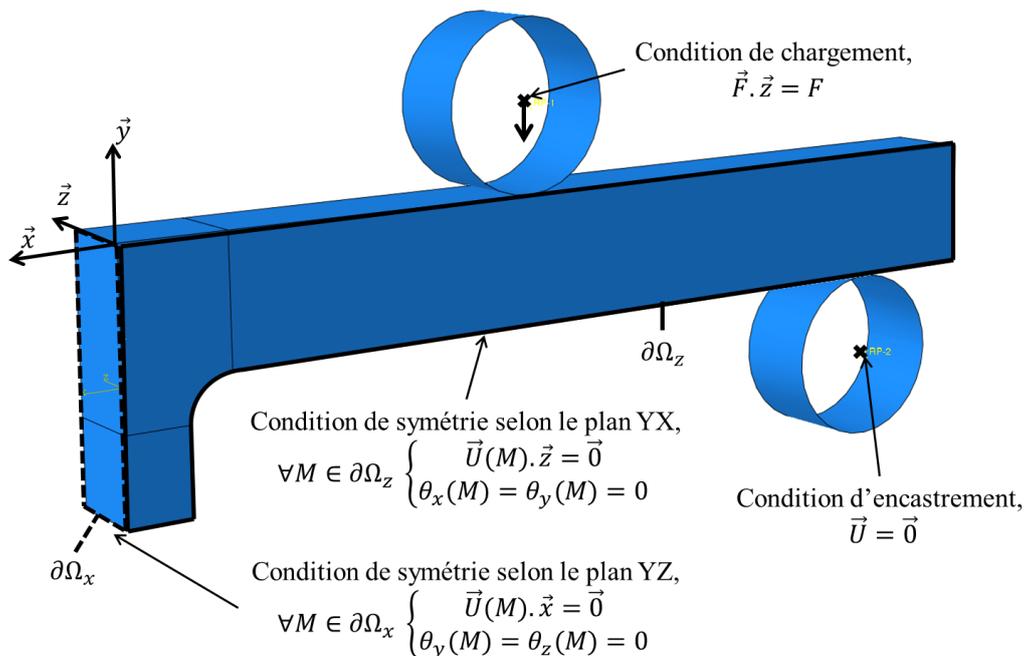


Figure 97 : Mise en données de l'essai de flexion quatre points sur éprouvette en T d'AlSi CE9F.

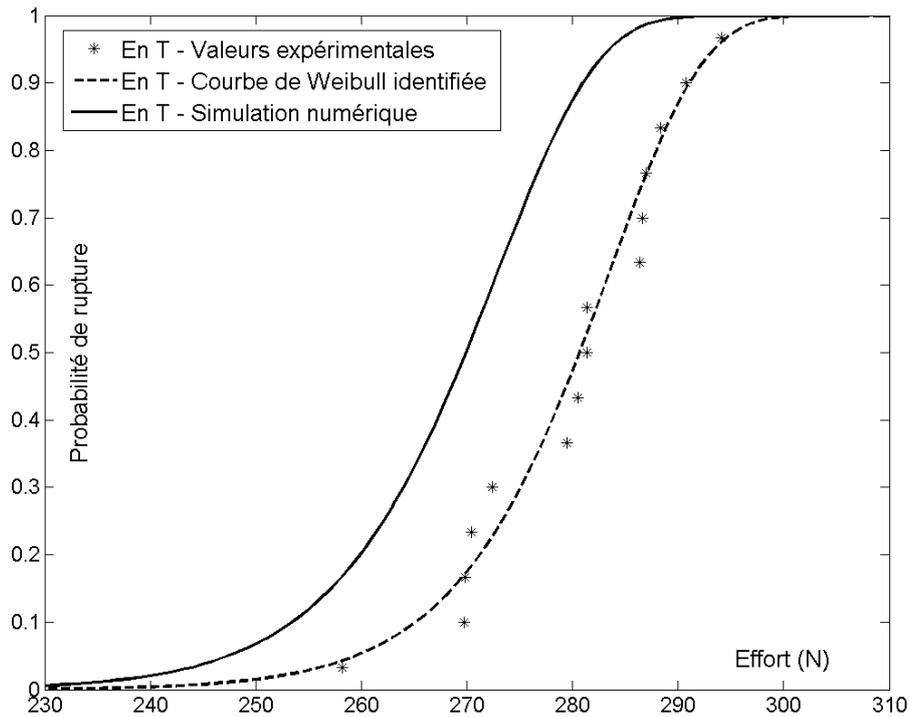


Figure 98 : Courbe de Weibull de l'éprouvette en T en flexion quatre points obtenue numériquement et résultats expérimentaux.

La Figure 98 montre que la distribution expérimentale des efforts à la rupture des éprouvettes en T correspond à une loi de Weibull. Elle présente également que la simulation numérique surestime la probabilité de rupture des éprouvettes en T en flexion quatre points. Pour une même probabilité de rupture, il y a en moyenne un écart de 6 % entre la valeur de l'effort à la rupture calculé par la simulation numérique et celle obtenue à partir de la courbe de Weibull expérimentale. Comme les deux courbes n'ont pas le même module de Weibull, l'erreur d'estimation n'est pas constante. Elle est maximale pour une probabilité de rupture de $3,2 \cdot 10^{-7}$ % où l'erreur sur la valeur de l'effort à la rupture est de 9 %.

De la même manière que dans la section 4.I.2.3, l'influence de la valeur du coefficient de frottement sur la probabilité de rupture a été étudiée. Les valeurs de 0,1 et de 0,2 ont aussi été choisies. Les résultats des différentes simulations comparées avec la courbe expérimentalement identifiée sont représentés sur la Figure 99.

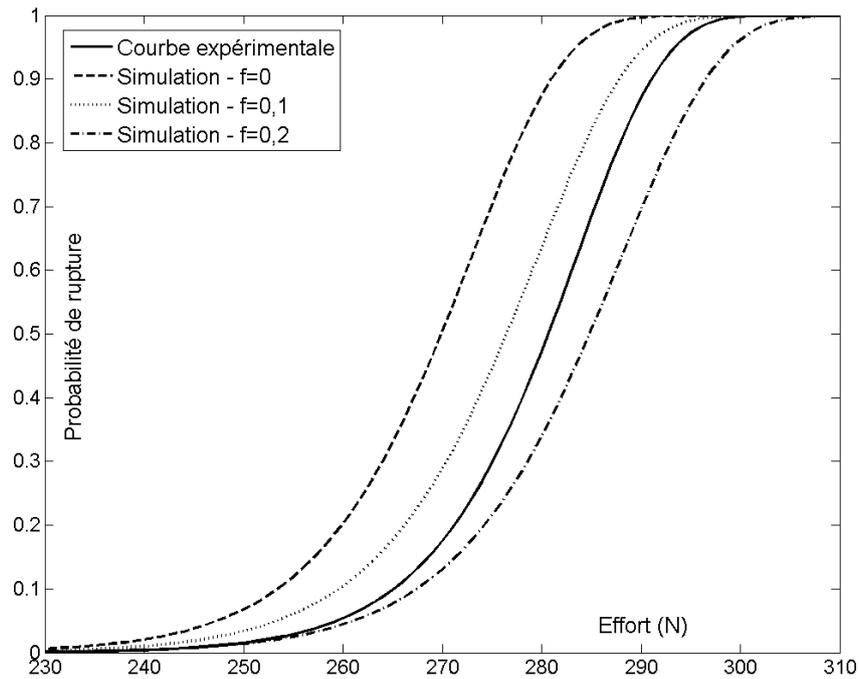


Figure 99 : Influence du coefficient de frottement dans le cas de l'éprouvette en T

Les résultats montrent la même tendance que celle relevée dans la section 4.I.2.3. Pour une même valeur d'effort à la rupture, la probabilité de rupture est d'autant plus faible que la valeur du coefficient de frottement est élevée. La simulation surestime la rupture par rapport aux résultats expérimentaux lorsque les contacts sont supposés parfaits et sans frottement. La Figure 99 permet de constater que la simulation est plus précise lorsque la valeur du coefficient de frottement entre l'acier et l'AlSi CE9F est de 0,1. L'erreur relative passe de 6% pour une valeur nulle de coefficient de frottement à 1,5% lorsque la valeur est égale à 0,1. La même constatation avait été relevée sur les éprouvettes normées en flexion quatre points. Cependant la simulation continue de surestimer la probabilité de rupture pour un effort donné. L'erreur relative d'estimation de la simulation est alors en partie la cause d'une mauvaise valeur de coefficient de frottement.

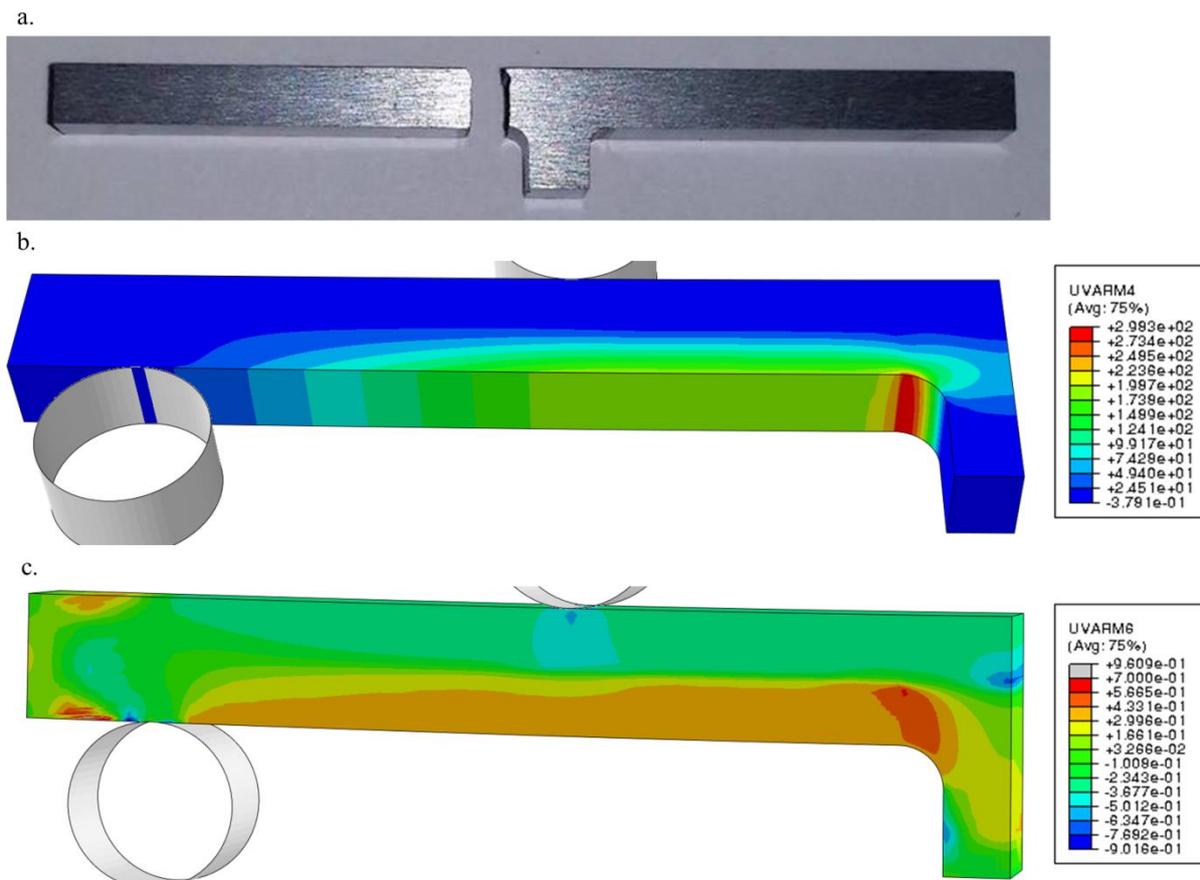


Figure 100 : Epreuve en T d'AlSi CE9F (a.), champ de la contrainte équivalente (UARM4, en MPa) dans l'éprouvette en T d'AlSi CE9F obtenu numériquement (b.) et représentation du taux de triaxialité (UARM6) calculé numériquement (c.)

La Figure 100 permet la comparaison entre le champ de contrainte équivalente obtenu par simulation numérique et la position du plan de rupture sur une éprouvette. Elle montre que la fissure s'est propagée dans la zone où la simulation présente les concentrations de contraintes les plus grandes. Cette concentration de contraintes numériquement calculée démontre que la géométrie en T modifie le champ de contraintes par rapport à une éprouvette normée.

Le champ de triaxialité peut aussi être représenté graphiquement sur l'ensemble de la géométrie de l'éprouvette. Il est intéressant de constater que le taux de triaxialité n'atteint pas sa valeur maximale lorsque la contrainte équivalente est maximale. En revanche, la valeur maximale du taux de triaxialité est atteinte dans une zone proche de la jonction et correspond sensiblement au plan de fissuration de l'éprouvette (Figure 100a et c). Le taux est compris entre 0,4 et 0,7 dans cette zone. Cela signifie qu'il y a les contributions de deux contraintes principales avec celle d'un léger cisaillement dans cette partie de la structure. Cette accumulation de contributions a probablement favorisé la propagation de la rupture dans cette partie de l'éprouvette. En revanche, le taux de triaxialité est de 0,33 dans la zone où la contrainte équivalente est maximale. Les Figure 100b et c présentent alors une indépendance entre le critère de contrainte à la rupture et la valeur du taux du triaxialité.

La contrainte équivalente permet ainsi d'identifier la zone d'amorçage de la fissure. L'estimation de l'effort à la rupture par le modèle numérique est réalisée avec une erreur conservative de 6 % pour une valeur de coefficient de frottement nulle, ce qui est correct. Cette erreur est par ailleurs réduite à 1,5% pour une valeur de coefficient de frottement fixée à 0,1. Cela rejoint les conclusions de la section 4.I.2.3 sur l'étude de l'influence de la valeur du coefficient de frottement sur l'estimation de la probabilité de rupture.

4.II.2 Flexion quatre points sur éprouvette percée

Une série de 15 essais de flexion quatre points a été réalisée sur les éprouvettes présentant un perçage avec une vitesse de déplacement de la traverse de $0,5 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$. Les ruptures ont plus précisément eu lieu au niveau du perçage (Figure 101b), témoignant du caractère concentrateur de contraintes de cette singularité géométrique.

L'effort moyen à la rupture est de 382 N avec une valeur minimale de 360 N et une valeur maximale de 404 N. L'écart-type est d'environ 13 N. Les valeurs des efforts à la rupture sont beaucoup plus élevées que celles obtenues avec les éprouvettes en T, notamment parce que la section des éprouvettes est de $8,1 \times 3 \text{ mm}^2$ contre $4 \times 3 \text{ mm}^2$.

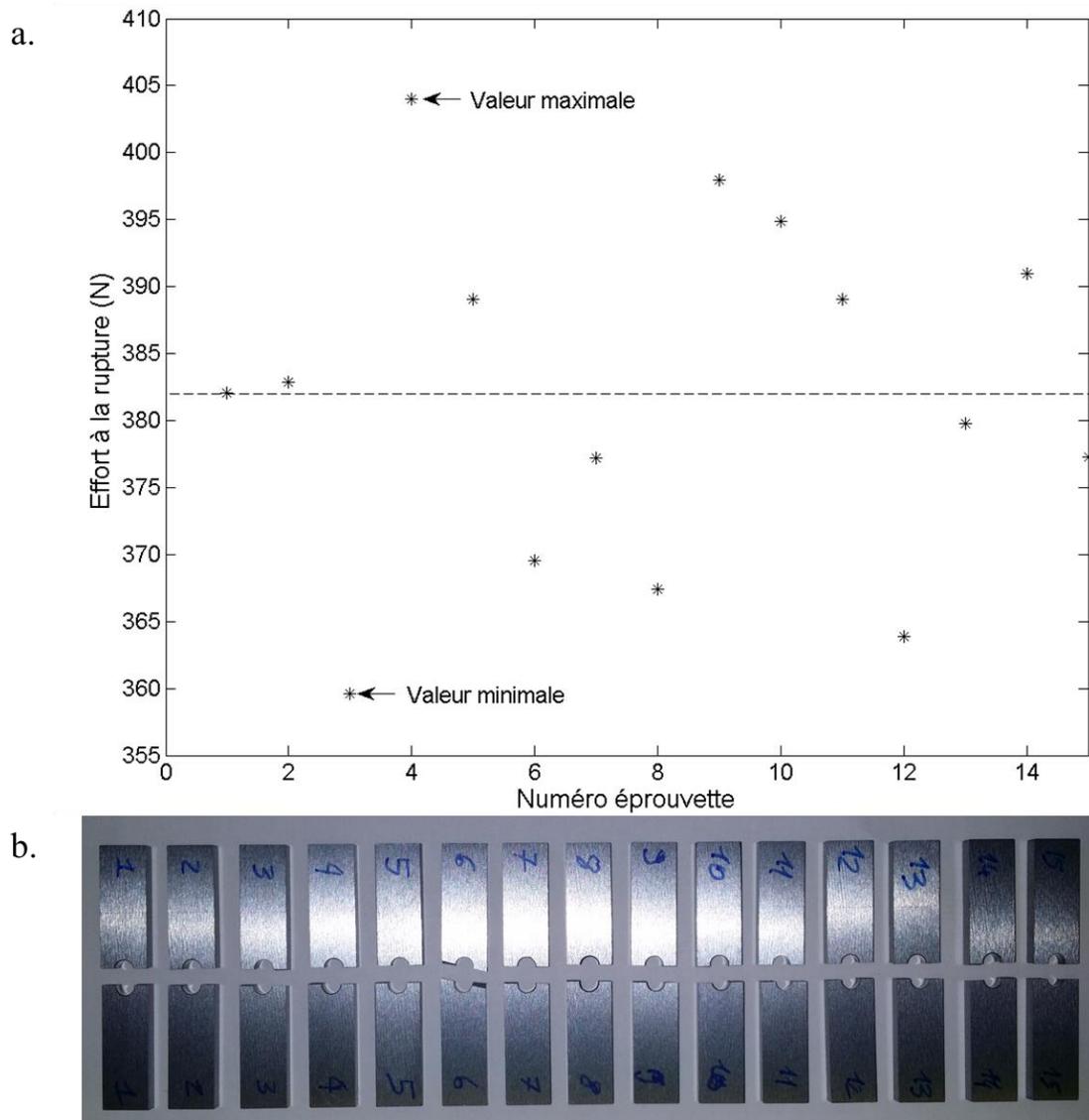


Figure 101 : Distribution des efforts à la rupture de l'éprouvette percée d'AlSi CE9F en flexion quatre points à 20°C (a.) et éprouvettes percées classées par ordre croissant de numéro d'essai (b.).

Les valeurs des efforts à la rupture des éprouvettes percées ont été analysées par la méthode du maximum de vraisemblance. Le module de Weibull est estimé à 30,7, soit une valeur très proche (31) de celle déterminée pour les éprouvettes normées en AlSi CE9F. Cela démontre que les deux distributions ont la même dispersion des efforts à la rupture. La courbe de Weibull obtenue est représentée sur la Figure 103. La différence sur la valeur du module de Weibull est probablement due

à l'erreur sur l'estimation du paramètre. En effet, avec seulement 15 valeurs d'effort à la rupture, le module ne peut être correctement estimé (cf. chapitre 3).

Toujours dans l'objectif d'une confrontation entre l'expérience et les prédictions du modèle de Weibull de l'AlSi CE9F, une simulation de l'essai de flexion quatre points sur les éprouvettes percées a été réalisée. La mise en données de la simulation est sensiblement identique à celle mise en place sur les éprouvettes en T : deux plans de symétries, un pilotage en effort et des contacts qui sont modélisés de la même manière que précédemment avec un coefficient de frottement fixé à zéro (Figure 102).

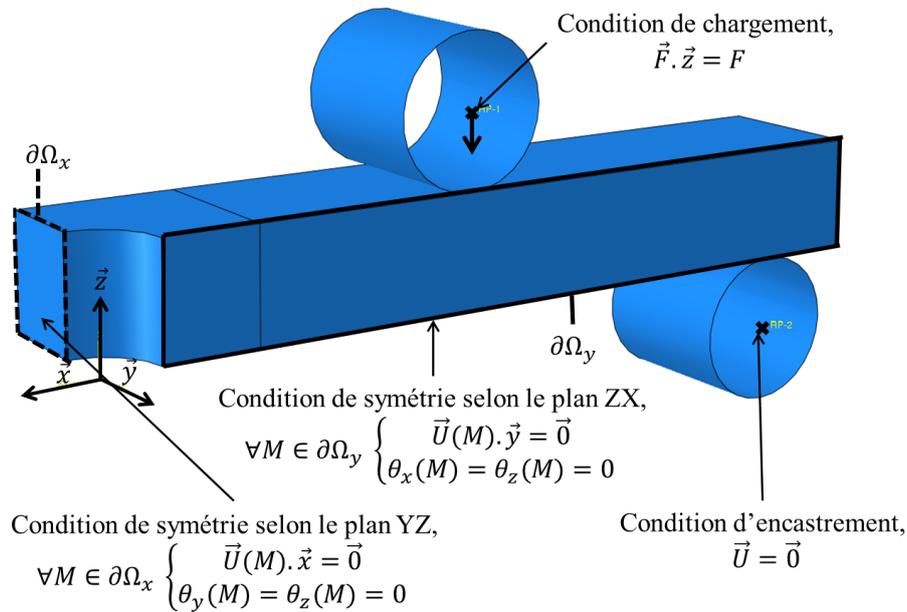


Figure 102 : Mise en données de l'essai de flexion quatre points sur éprouvette percée en AlSi CE9F

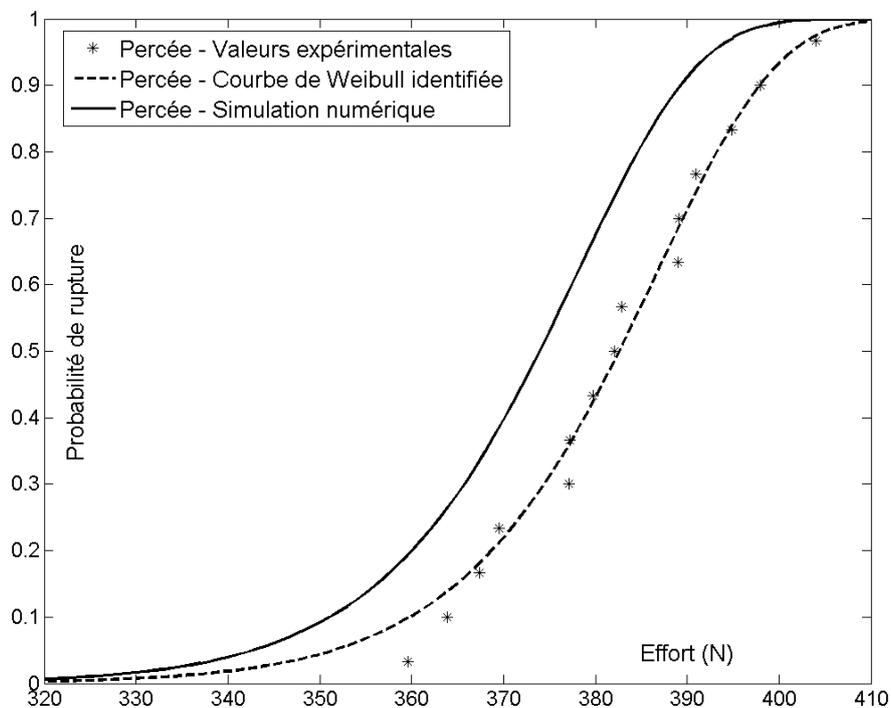


Figure 103 : Courbe de Weibull de l'éprouvette percée en flexion quatre points obtenue numériquement et résultats expérimentaux.

La Figure 103 présente la courbe de Weibull identifiée à partir des valeurs expérimentales et la prédiction de la probabilité de rupture déterminée avec le logiciel de calcul Abaqus[®]. Elle montre que la distribution expérimentale des efforts à la rupture peut être représentée par une courbe de Weibull unimodale. Comme les modules de Weibull sont quasiment identiques pour les deux distributions, l'erreur d'estimation de l'effort à la rupture entre la prédiction et le résultat expérimental est quasiment constante. Elle est de 4% en moyenne avec toujours une surestimation de la probabilité de rupture par la simulation numérique. La précision de la prédiction de la rupture est donc meilleure pour cette série d'essais, notamment parce que le module de Weibull de la distribution expérimentale des efforts à la rupture des éprouvettes percées correspond à celui de l'AlSi CE9F déterminé sur les éprouvettes normalisées.

L'influence de la valeur du coefficient de frottement entre l'acier et l'AlSi a aussi été étudiée en considérant les valeurs de 0,1 et de 0,2. Les résultats sont présentés sur la Figure 104.

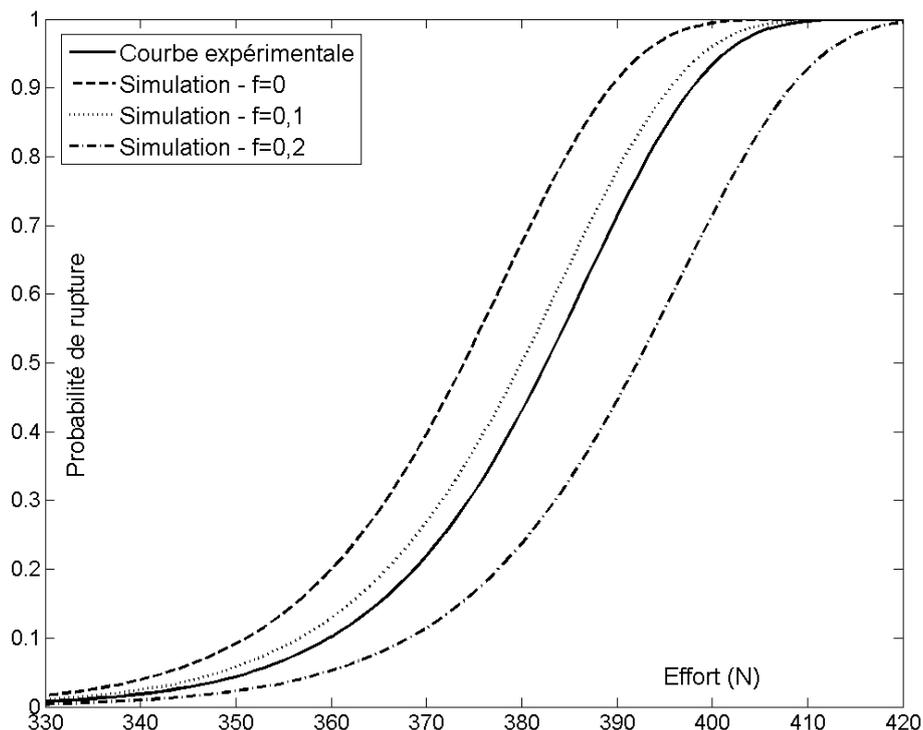


Figure 104 : Influence du coefficient de frottement sur la probabilité de rupture pour l'éprouvette percée

Les résultats montrent un net impact du coefficient de frottement sur la probabilité de rupture. Les résultats sont similaires à ceux déjà obtenus en flexion quatre points sur l'éprouvette normalisée et sur l'éprouvette en T. Pour une valeur d'effort définie, la probabilité de rupture diminue lorsque la valeur du coefficient de frottement du contact acier-AlSi CE9F augmente. Les résultats montrent par ailleurs qu'avec une valeur de 0,1, la simulation numérique reproduit assez correctement les résultats expérimentaux avec une faible surestimation. L'erreur relative diminue et est de seulement 0,7% lorsque la valeur du coefficient de frottement est fixé à 0,1. L'erreur d'estimation de la simulation numérique est alors probablement en partie issue de la méconnaissance des propriétés du contact acier-AlSi CE9F.

Les résultats des études sur l'influence du coefficient de frottement pour les différentes éprouvettes montrent l'importance d'une détermination des propriétés du frottement. Ils indiquent qu'une valeur de coefficient de frottement entre l'acier et l'AlSi CE9F de l'ordre de 0,1 permettrait de s'approcher des données expérimentales dans toutes les configurations.

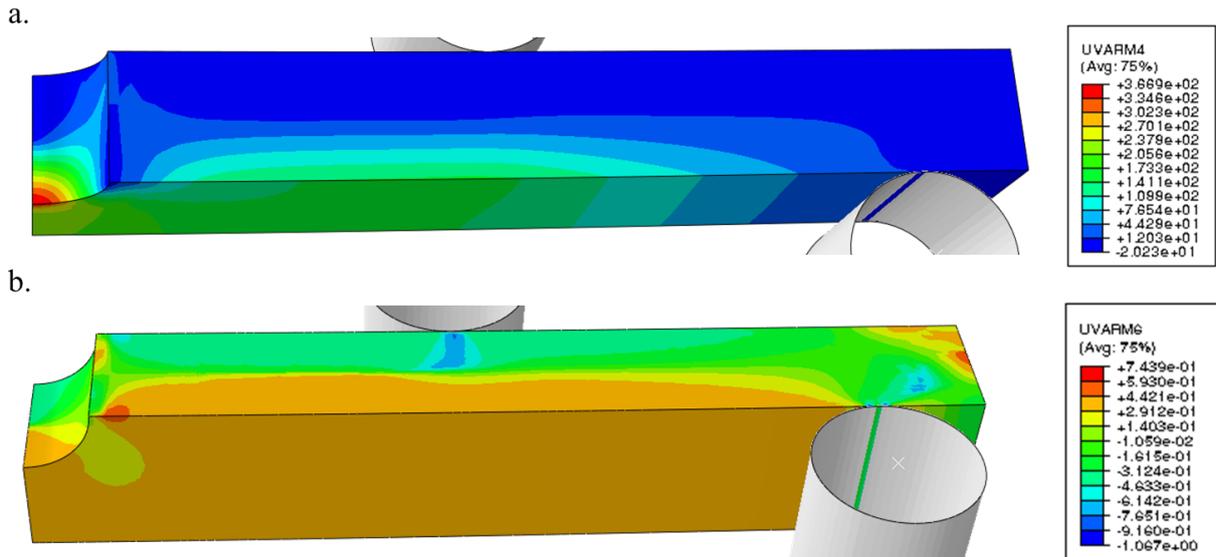


Figure 105 : Champ de la contrainte équivalente (UARM4, en MPa) dans l'éprouvette percée d'AlSi CE9F obtenue numériquement (a.) et représentation du taux de triaxialité (UARM6) calculé numériquement (b.)

La Figure 105a présente le champ de la contrainte équivalente issu des simulations numériques. Ce résultat démontre la présence d'une concentration de contraintes au niveau du perçage et la capacité de la contrainte équivalente selon Freudenthal à la représenter. Cette concentration était en effet attendue en raison de la présence du perçage au milieu de l'éprouvette. La Figure 105b présente la cartographie du taux de triaxialité et démontre qu'elle diffère de celle du champ de la contrainte équivalente, suggérant une indépendance entre les deux critères.

Le modèle numérique, basé sur le critère du principe des actions indépendantes permet une estimation satisfaisante de la probabilité de rupture de l'éprouvette percée en flexion quatre points. Comme il a déjà été mis en évidence pour les cas de la flexion quatre points sur l'éprouvette normée et l'éprouvette en T, la valeur du coefficient de frottement entre l'acier et l'AlSi CE9F influe sur la précision de la simulation. Cette dernière est plus précise lorsque la valeur est fixée à 0,1, comme ce fut le cas pour les deux séries d'essais précédentes.

4.II.3 Flexion simple sur éprouvette vissée

4.II.3.1 Résultats expérimentaux

Une série d'essais de flexions sur 30 éprouvettes encastrées-libres a été réalisée. Les éprouvettes sont vissées sur un support en acier en appliquant un effort de serrage de 1000 N. En pratique, la valeur exacte de ce dernier est difficile à assurer. Un capteur d'effort permet de contrôler la valeur de l'effort et de mesurer ses évolutions au cours de l'essai. Une rondelle est ajoutée entre la vis et l'éprouvette puis une seconde entre le capteur de serrage et l'écrou de fixation. L'appui d'application de l'effort descend ensuite avec une vitesse de $0,5 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$. Les variations de l'effort de serrage appliquées sur la vis sont mesurées via le capteur de serrage. Le montage a déjà été décrit dans la section 2.I.5.2.

L'effort moyen à la rupture est de 110 N avec une valeur minimale de 93 N et une valeur maximale de 121 N. L'écart-type est d'environ 7 N. Les valeurs des efforts à la rupture sont beaucoup plus faibles que celles obtenues sur les éprouvettes en T et percées.

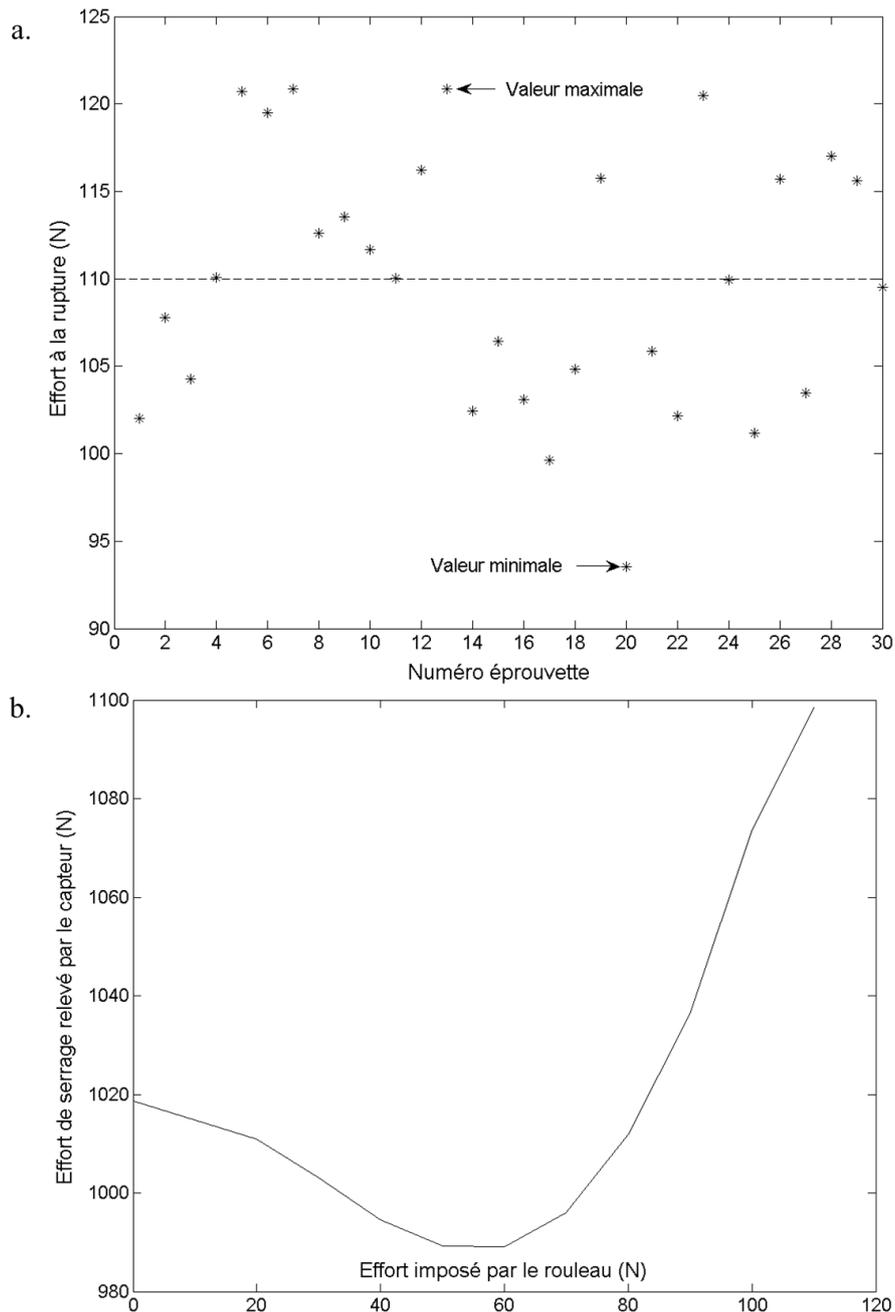


Figure 106 : Distribution des efforts à la rupture de l'éprouvette vissée d'AlSi CE9F en flexion à 20°C (a.) et variation de l'effort de serrage en fonction de l'effort imposé sur l'éprouvette (b.).

La Figure 106b représente la variation moyenne de l'effort de serrage lors de l'essai en fonction de l'effort imposé sur l'éprouvette. Elle permet de constater que l'effort de serrage relevé par le capteur varie au cours de l'essai. Il diminue puis augmente jusqu'à dépasser la valeur initialement imposée. L'éprouvette en flexion vient en effet appuyer sur la rondelle, lors de sa flexion, et modifie donc indirectement la valeur d'effort de serrage mesurée de par le capteur. La localisation des surfaces de rupture présentée sur la Figure 107 montre que l'ensemble des éprouvettes présente des plans de rupture obliques et situés près de la vis de fixation.



Figure 107 : Photographie des éprouvettes vissées après rupture, classées par ordre croissant du numéro d'essai.

La distribution des efforts à la rupture a été ensuite analysée par la méthode du maximum de vraisemblance pour déterminer le module de Weibull de la distribution. Ce dernier a une valeur de 16,44, ce qui est très différent de la valeur de 31 initialement obtenue sur les éprouvettes normées et qui ne peut être expliqué par une erreur d'estimation de la valeur du module à cause du nombre d'éprouvettes. Cette valeur plus faible témoigne d'une dispersion plus importante des efforts à la rupture par rapport à ce qui était attendu. La dispersion est la résultante de tous les paramètres aléatoires qui ont été introduits dans l'expérience. L'effort de serrage n'est pas rigoureusement le même pour tous les essais. La position des rondelles et de la vis par rapport à l'éprouvette varie d'un essai à l'autre. La dispersion des efforts à la rupture s'en trouve alors amplifiée.

4.II.3.2 Première mise en données – cas de référence

La mise en données numérique de l'essai comporte plusieurs hypothèses :

- Le support en acier sur lequel l'ensemble vis-éprouvette-rondelles-capteur est vissé, est supposé rigide. Il a été dimensionné de telle sorte qu'il le soit effectivement. Il est donc représenté sur Abaqus® par un corps rigide rattaché à un point de référence, ce dernier étant fixé.
- Le capteur de mesure d'effort de serrage et l'écrou ne sont pas représentés dans la simulation. Il a été supposé qu'ils n'influent pas sur les résultats de l'essai.
- Enfin, il existe en pratique un jeu entre la vis et le perçage du support. Il peut avoir initialement une erreur de positionnement. Il est également possible qu'au cours de l'essai, la vis se déplace en suivant les efforts qui lui sont imposés. Il sera supposé dans un premier temps que la vis de fixation est placée au centre, de même que la rondelle. Il s'agira donc d'un cas parfait.
- Il est affecté à l'ensemble des matériaux un comportement élastique linéaire isotrope. La vis et les rondelles ne travaillent pas dans leurs domaines plastiques respectifs.
- Le rouleau d'appui permettant la flexion de l'éprouvette est supposé rigide.

L'étape de serrage est simulée dans un premier temps (Figure 108). L'effort de 1000 N est appliqué sur la vis qui vient donc comprimer la rondelle et l'éprouvette en AISi CE9F. Par l'application de cet effort, la position de la vis est modifiée. Cette nouvelle position est conservée (« fixed at current position » dans Abaqus®, ce qui correspond à une condition d'encastrement) pour la seconde étape de la simulation, la flexion de l'éprouvette en AISi CE9F. Cette dernière étape se déroule de la même manière que les simulations antérieures : le rouleau rigide est piloté en effort et permet de reconstituer la courbe de Weibull. La rondelle et la vis sont composées de TA6V, dénomination du Ti-6Al-4V grade 5, et les propriétés du matériau leur sont attribuées [149]. Leur module d'élasticité est alors fixé à 113,8 GPa et le coefficient de Poisson à 0,342, en affectant un comportement élastique linéaire isotrope.

Il existe trois contacts supplémentaires par rapport aux essais antérieurs : vis-rondelle, rondelle-éprouvette et éprouvette-support. Le premier correspond à un contact titane-titane et le second à un

contact titane-AISI CE9F avec un coefficient de frottement pour les deux contacts de 0,2 déterminé par Thalès AleniaSpace. Le troisième est un contact AISI CE9F-acier (support). Les contacts sont modélisés selon le type « hard contact ». Lorsque le coefficient de frottement est non-nul, la méthode numérique de pénalisation est utilisée pour rendre compte d'un frottement suivant la loi de Coulomb. L'appui vient en effet décoller l'éprouvette en AISI CE9F de son support. L'impact de la valeur du coefficient de frottement des deux premiers contacts sera étudié dans la section 4.II.3.3.

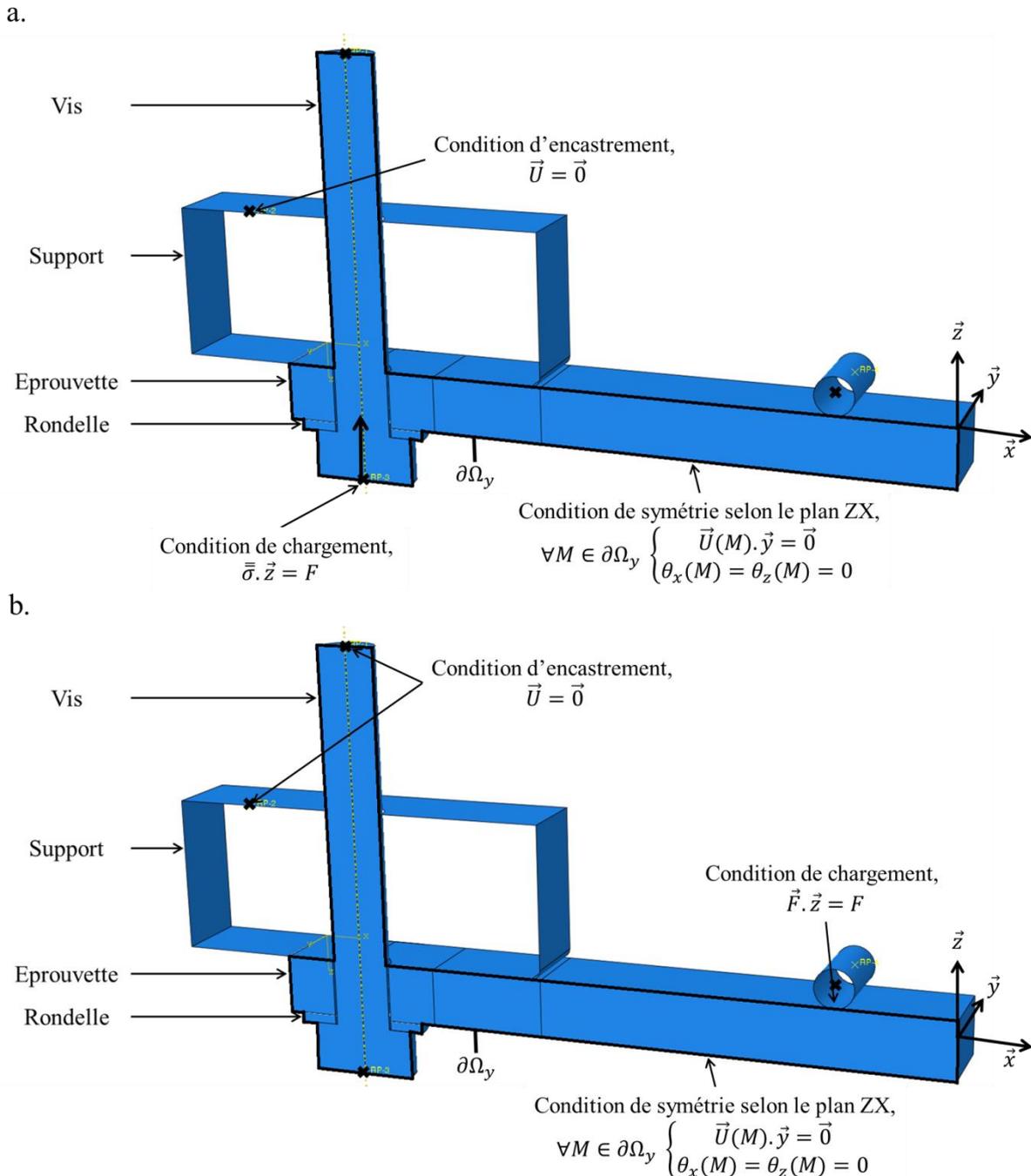


Figure 108 : Mise en données de l'essai de flexion sur éprouvette vissée en AISI CE9F lors de la première étape (a.) et de la deuxième étape de la simulation (b.).

Les résultats des probabilités et des efforts à la rupture des simulations numériques sont ensuite comparés avec les résultats expérimentaux sur la Figure 109.

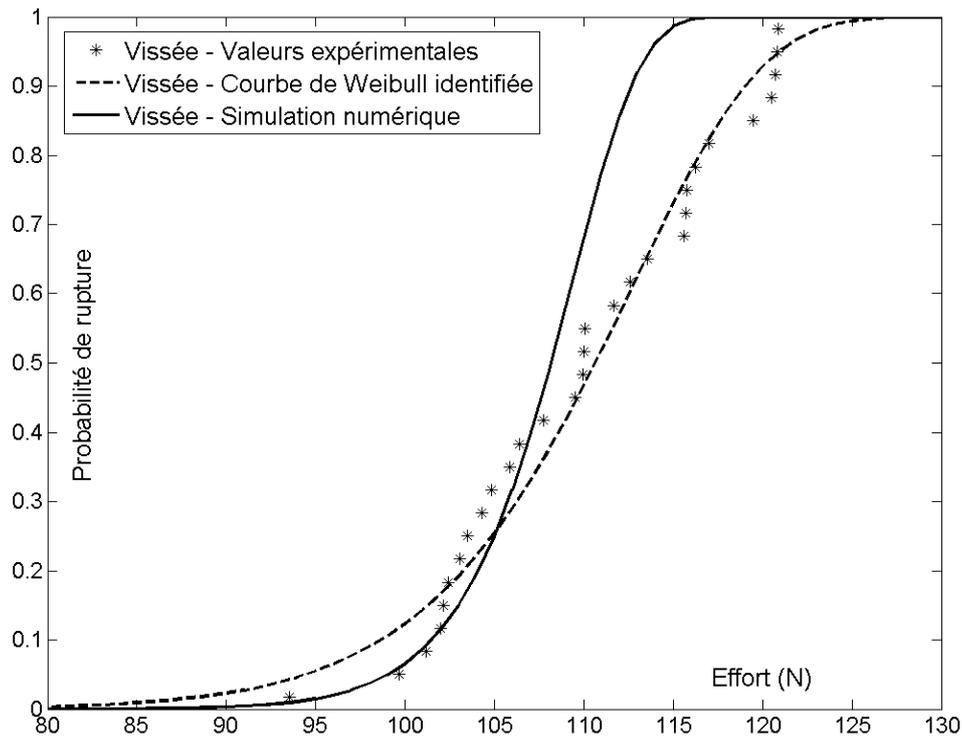


Figure 109 : Courbe de Weibull de l'éprouvette vissée en flexion obtenue numériquement et courbe identifiée à partir des résultats expérimentaux.

La Figure 109 montre que la simulation numérique apporte une estimation correcte de l'ordre de grandeur de l'effort à la rupture. Il existe néanmoins un écart entre les deux distributions. A noter que le module de Weibull issu de la courbe de Weibull calculée numériquement a une valeur de 29,6. Cette dernière est très proche de la valeur de 31 mais diffère légèrement car la relation entre la contrainte équivalente et l'effort à la rupture n'est pas linéaire dans ce type d'essais. Avec des modules de Weibull différents, l'erreur d'estimation de l'effort à la rupture pour une même probabilité n'est pas constante. Elle est nulle au point d'intersection avec une probabilité de rupture de 24,9 % et un effort de 104,9 N. L'erreur est maximale pour les probabilités de rupture faible : 22,5 % d'erreur, soit 15 N d'écart sur l'estimation des valeurs d'effort à la rupture pour une probabilité de 10^{-8} %. Il s'agit par ailleurs d'une sous-estimation de la rupture par la simulation numérique. La forte différence entre les valeurs des modules de Weibull entraîne une forte erreur relative. Le module de Weibull expérimentalement identifié a une valeur faible à cause des nombreux paramètres aléatoires introduits dans l'expérience qui augmentent la dispersion des efforts à la rupture.

Dans un second temps, les représentations graphiques du champ de contrainte équivalente et du taux de triaxialité sont analysées et comparées avec les faciès de rupture obtenus expérimentalement.

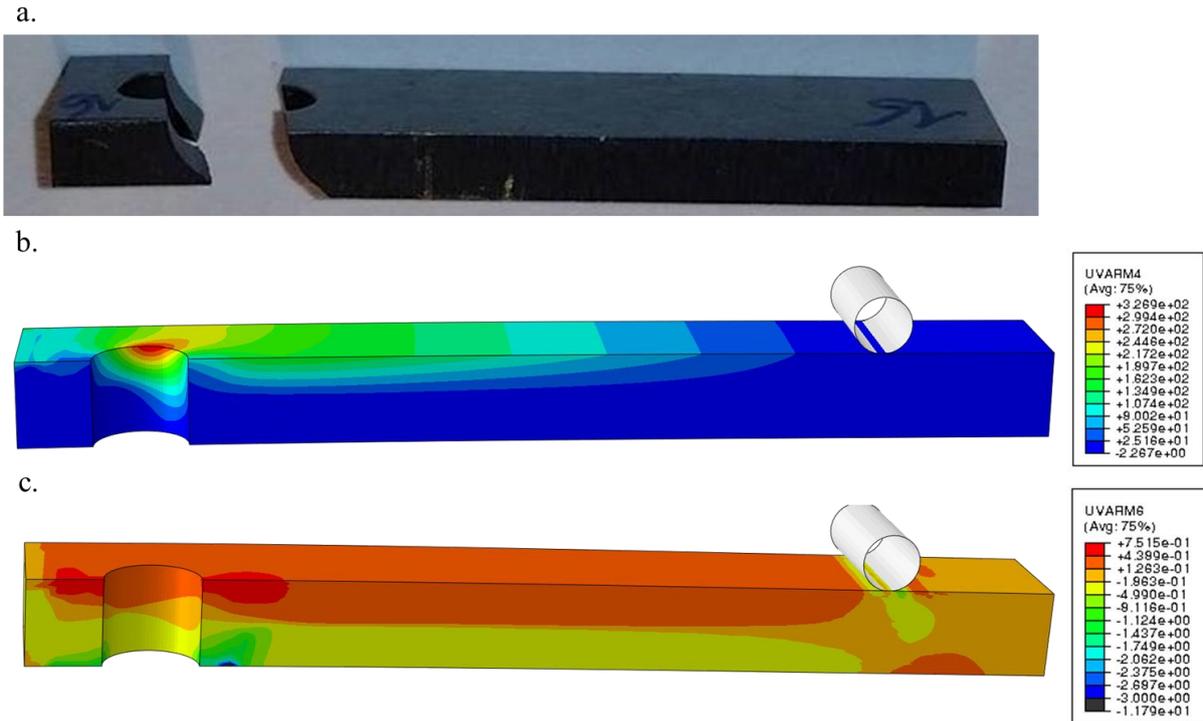


Figure 110 : Photo d'une éprouvette vissée d'AlSi CE9F après rupture (a.), champ de la contrainte équivalente (UARM4, en MPa) dans l'éprouvette vissée d'AlSi CE9F obtenu numériquement (b.) et représentation du taux de triaxialité (UARM6) calculé numériquement (c.)

La Figure 107 avait mis en évidence le caractère oblique des surfaces de rupture des éprouvettes vissées. La Figure 110 permet de comparer un faciès de rupture avec le champ théorique de contrainte équivalente et avec la cartographie du taux de triaxialité dans l'éprouvette lors de la simulation de l'essai. L'amorçage de la fissuration semble avoir eu lieu dans la zone où la contrainte équivalente est maximale. La concentration de contrainte témoigne de l'amorçage potentiel de la rupture. La propagation se réalise de manière oblique. La Figure 110c montre une répartition complexe du taux de triaxialité autour du perçage. Ce dernier est maximal dans la partie supérieure de l'éprouvette et est positif. Le champ de contraintes correspond donc majoritairement à un champ de traction. En revanche, dans la partie inférieure, il est négatif, exprimant la présence du champ de compression localement généré par la rondelle et la vis. Le taux de triaxialité est continu entre ces deux extrêmes et prend les valeurs comprises entre -11 et 0,75. Ces différences entre les deux cartographies démontrent une indépendance entre le taux de triaxialité et le critère de rupture.

4.II.3.3 Influence du positionnement sur la probabilité de rupture

La première mise en données considère la position des différentes pièces comme étant parfaite. Il existe cependant des jeux. En effet le corps de vis est plus petit que le diamètre interne de la rondelle. Il est également plus petit que le diamètre du perçage réalisé sur l'éprouvette et sur le support en acier. Il existe ainsi trois jeux qui amènent à plusieurs positions possibles des différentes pièces les unes par rapport aux autres. Il y a au total 27 combinaisons. L'objectif ici est de vérifier si ces jeux peuvent en partie expliquer les erreurs d'estimation de l'effort à la rupture.

Deux cas sont ici considérés. Le premier correspond à un positionnement des pièces permettant une longueur minimale en flexion de l'éprouvette. Le deuxième représente des positionnements offrant une longueur en flexion maximale. Les simulations numériques permettent d'affirmer que les courbes de probabilité de rupture calculées pour d'autres cas de positionnement sont encadrées par ces deux cas extrêmes.

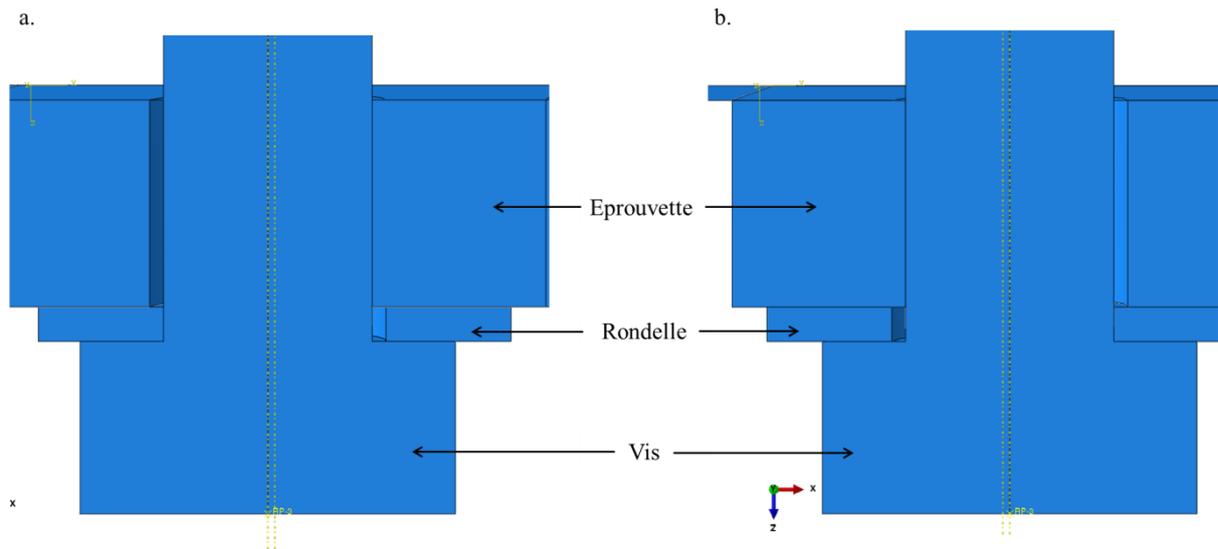


Figure 111 : Vue sur coupe du cas 1 (a.) de positionnement offrant une longueur minimale en flexion et du cas 2 (b.) offrant une longueur maximale en flexion.

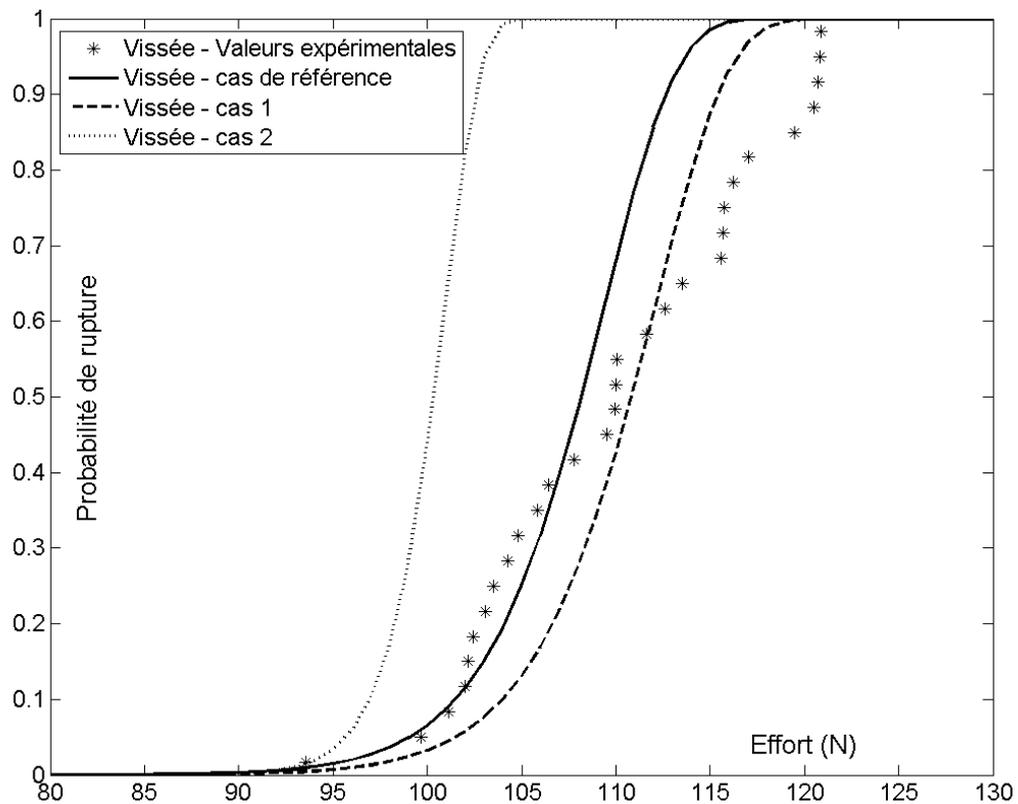


Figure 112 : Comparaison des courbes de Weibull obtenues pour deux cas extrêmes de mauvais positionnement par rapport à celle obtenue sur le cas de référence.

La Figure 112 montre que les courbes de Weibull obtenues à partir des deux cas permettent d'encadrer la majorité des efforts à la rupture. Seules les valeurs expérimentales les plus élevées ne sont pas représentées. Les études sur les deux éprouvettes technologiques précédentes avaient démontré que la simulation numérique surestime la probabilité de rupture pour un effort donné. Les hautes probabilités de rupture sont mal représentées.

Cela témoigne de l'influence du positionnement des différentes pièces sur la probabilité de rupture. Dans un second temps, ces simulations démontrent aussi que le positionnement est une variable aléatoire pendant un essai, qui est en partie responsable de la dispersion des efforts à la rupture et d'un module de Weibull plus faible que celui uniquement dû au comportement du matériau.

4.II.3.4 Influence de l'effort de serrage sur la probabilité de rupture

L'effort de serrage imposé a une valeur théorique de 1000 N mais dans la pratique, l'effort moyen relevé est de 1018 N avec un écart type de 7 N.

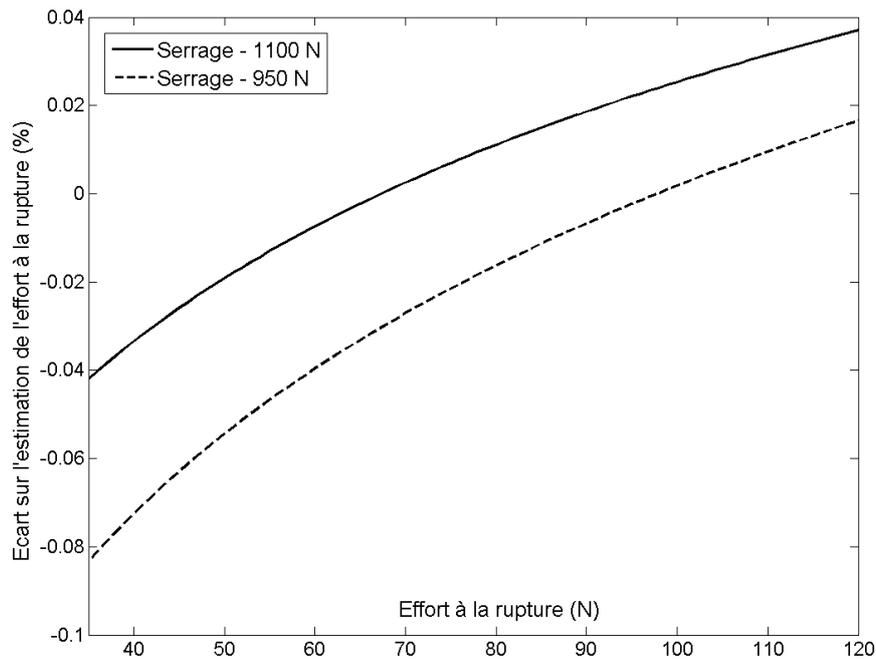


Figure 113 : Influence de l'effort de serrage sur l'estimation de l'effort à la rupture.

La Figure 113 présente l'erreur d'estimation de l'effort à la rupture entre une valeur d'effort de serrage de 1100 N ou de 950 N et une valeur d'effort de 1000 N, correspondant au cas parfait. L'effort de serrage de la vis impacte la valeur de la probabilité de rupture de l'éprouvette. Néanmoins, son influence est faible par rapport à l'influence de la position des différentes pièces. En effet, pour un effort de serrage de 1100 N, il y a une erreur moyenne de 0,03 % sur l'estimation de l'effort à la rupture et pour un effort de serrage de 950 N, l'erreur moyenne est de 0,005 %. Ces différences sont très faibles et, d'un point de vue graphique, les courbes de Weibull pour des valeurs d'effort identiques sont quasiment confondues. La valeur exacte de l'effort de serrage ne suffit donc pas à expliquer la dispersion expérimentale des efforts à la rupture.

4.II.3.5 Influence du coefficient de frottement au contact titane-ALSi CE9

La valeur initiale du coefficient de frottement de 0,2 a été utilisée car mesurée par Thalès AleniaSpace. Il s'agit ici de vérifier l'influence du coefficient de frottement du contact titane-ALSi CE9F sur la probabilité de rupture obtenue par simulation.

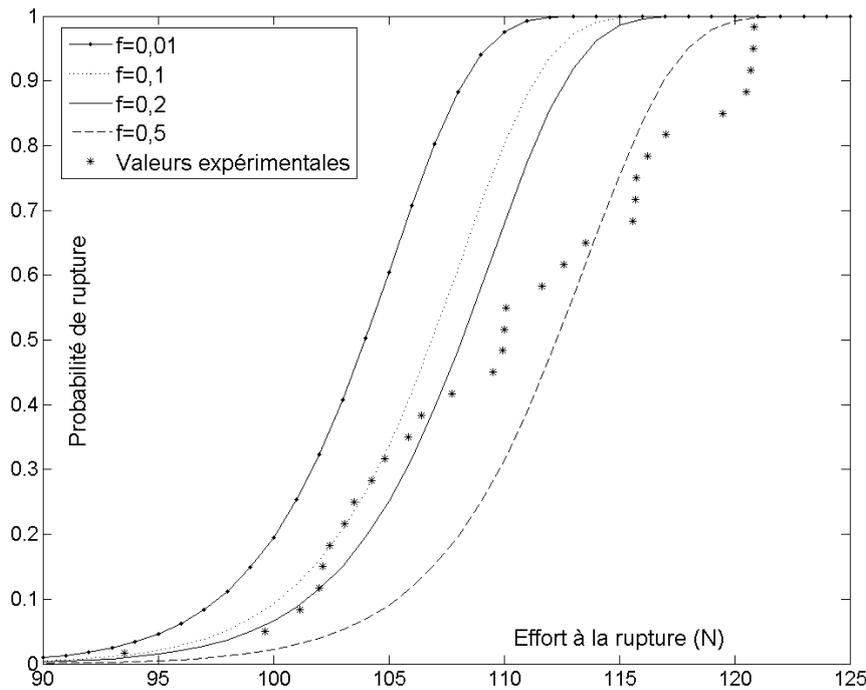


Figure 114 : Influence du coefficient de frottement sur la probabilité de rupture dans le cas de l'éprouvette vissée.

La Figure 114 présente les courbes d'estimation de la probabilité de rupture de l'éprouvette pour différentes valeurs du coefficient de frottement entre l'alliage de titane et l'AlSi. Elle démontre que ce dernier impacte significativement la probabilité de rupture et de manière plus importante que l'effort de serrage. Plus le coefficient de frottement est faible, plus la probabilité de rupture est surestimée pour un effort à la rupture défini et inversement pour des valeurs de coefficients de frottement plus élevées. La comparaison des résultats pour les différentes valeurs de coefficient de frottement montre que la valeur de 0,2, initialement retenue, permet la meilleure estimation des efforts à la rupture parmi les valeurs de coefficient de frottement testées.

En conclusion, la simulation numérique avec le critère de la contrainte équivalente basée sur le principe d'indépendance des actions arrive fidèlement à rendre compte des résultats expérimentaux. Malgré la présence de nombreuses variables aléatoires qui ont contribué à augmenter la dispersion des efforts à la rupture, l'estimation de l'effort à la rupture par la simulation est correcte. Sa précision pourrait probablement être améliorée si certains paramètres physiques tels que les valeurs de coefficient de frottement, étaient expérimentalement déterminés. Dans le cadre d'une démarche d'un bureau d'étude où la caractérisation du frottement n'est pas nécessairement une priorité, il sera nécessaire de considérer un coefficient de sécurité pour le dimensionnement.

4.II.4 Bilan sur l'étude des cas de chargements complexes

Les résultats des confrontations expérience/simulation sur les trois éprouvettes montrent une estimation assez correcte de la probabilité de rupture par le modèle numérique avec le critère du principe des actions indépendantes. L'erreur relative d'estimation est par ailleurs réduite en modifiant les valeurs des coefficients de frottement des contacts acier-AlSi CE9F et titane-AlSi CE9F.

Les simulations de la flexion quatre points de l'éprouvette en T et de l'éprouvette percée présentent une erreur relative sur l'estimation de l'effort à la rupture avec les résultats expérimentaux de respectivement 6% et 4%. Cette erreur peut être réduite. En effet, l'étude sur la représentation numérique de l'éprouvette normée en flexion quatre points a montré l'influence de la valeur du coefficient de frottement sur la précision de la simulation par rapport à l'expérience. En affectant une

valeur de 0,1, la précision était améliorée. De même pour les simulations des éprouvettes en T et percée, en fixant la valeur du coefficient de frottement à 0,1, les erreurs relatives diminuent respectivement jusqu'à 1,5% et 0,7%. Ces résultats sous-entendent une possible estimation de la valeur de coefficient de frottement du contact acier-ALSi CE9F autour de la valeur de 0,1. Les résultats démontrent aussi la complexité de réaliser une simulation précise avec la nécessité de caractériser les différents contacts afin d'effectuer un dimensionnement optimal.

La précision de l'estimation de l'effort à la rupture sur l'éprouvette vissée est certes moindre. De plus, la dispersion des efforts à la rupture obtenus expérimentalement est plus élevée que celle attendue par les prévisions de la simulation. L'étude a mis en évidence la présence de plusieurs paramètres difficilement contrôlables lors de l'essai. Les valeurs des différents coefficients de frottement impactent la précision mais elles peuvent être déterminées afin d'améliorer la précision. La valeur de l'effort de serrage influe peu sur les efforts à la rupture. Le paramètre le plus influant est le positionnement entre les différentes pièces du montage : la vis, la rondelle, l'éprouvette et leurs positionnements respectifs par rapport au support en acier. Ces derniers sont difficilement contrôlables durant les essais et sont probablement la cause première d'une dispersion des efforts à la rupture plus élevée que celle attendue.

La zone de rupture est pour l'ensemble des séries d'essais localisée et déterministe : au niveau du perçage pour l'éprouvette percée et l'éprouvette encastrée-libre et dans l'extrémité du rayon de raccordement entre la surépaisseur et la section courante de l'éprouvette en T. Les singularités géométriques ont favorisé l'amorçage de la fissuration dans ces zones particulières. Néanmoins, le modèle de Weibull de l'ALSi CE9F associé au critère de la contrainte équivalente de Freudenthal réussit à représenter les distributions expérimentales des efforts à la rupture et témoigne du maintien du comportement probabiliste malgré la présence de singularité.

La Figure 115 représente les valeurs de triaxialité et du critère de Von Mises correspondantes au point d'intégration, là où la contrainte équivalente est maximale pour les trois séries d'essais.

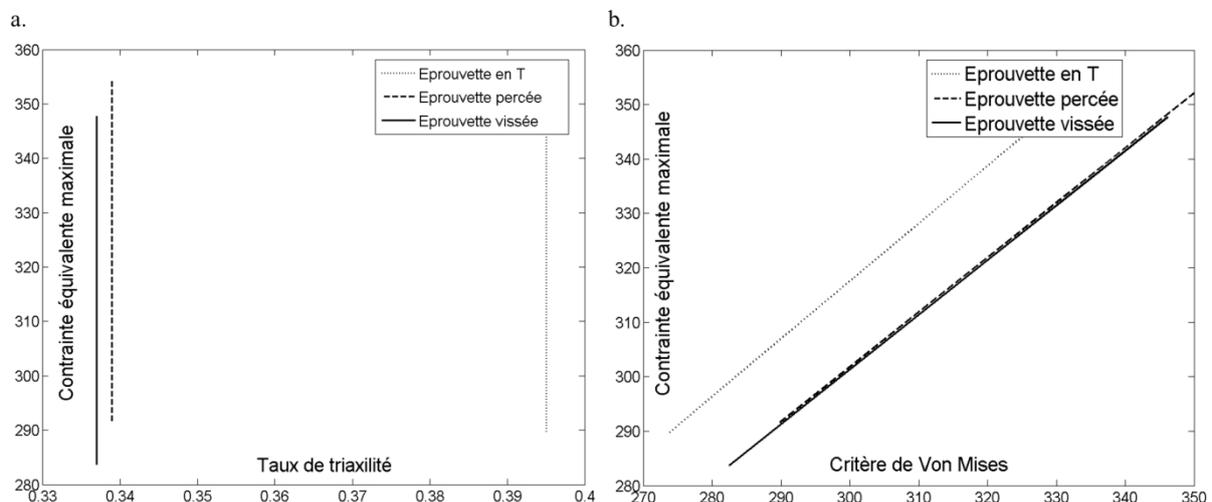


Figure 115 : Relation contrainte équivalente maximale et taux de triaxialité (a.) et relation contrainte équivalente maximale et critère de Von Mises (b.).

Le graphe de la Figure 115a montre, pour toutes les éprouvettes technologiques, que la valeur du taux de triaxialité reste constante malgré les variations de la contrainte équivalente au niveau de la zone d'amorçage de la rupture. Ceci indique l'absence de relation de dépendance entre ce descripteur du tenseur des contraintes et la contrainte équivalente. Par corollaire, il n'y pas d'influence du taux de triaxialité sur le critère à la rupture retenu dans les simulations. Quelle que soit la valeur du taux de triaxialité à l'amorçage de la rupture, la contrainte équivalente de Freudenthal est un critère correct pour représenter le comportement probabiliste de l'ALSi CE9F.

La Figure 115b montre une relation linéaire entre la contrainte équivalente et la contrainte du critère de Von Mises. La valeur de la contrainte équivalente maximale est, pour toutes les éprouvettes, légèrement différente de la valeur du critère de Von Mises : 17,5 MPa d'écart pour l'éprouvette en T, 1,95 MPa pour l'éprouvette percée et enfin 1,4 MPa pour l'éprouvette encadrée-libre. Les deux critères sont calculés à partir du champ de contraintes via des formulations différentes. Dans le cadre de la théorie de la rupture fragile, toutes les composantes négatives du tenseur des contraintes ne sont pas considérées dans le critère de Freudenthal alors qu'elles sont prises en compte dans le critère de Von Mises. De cette différence de considération des composantes du tenseur des contraintes résultent en partie les écarts de valeurs entre les deux critères.

Les différents résultats de l'étude, estimation correcte de la probabilité de rupture et indépendance du critère avec les descripteurs du tenseur des contraintes, valident la contrainte équivalente de Freudenthal en tant que critère pour décrire le comportement à la rupture de l'AlSi CE9F.

4.III Etude d'un composant en alumine HTCC

Cette étude porte sur une pièce industrielle principalement constituée d'alumine HTCC. Elle a pour objectif de valider l'utilisation du modèle de Weibull précédemment déterminé (chapitre 3) sur des éprouvettes normalisées d'alumine, pour la représentation de la résistance à la rupture d'un composant en alumine HTCC. Une série d'essais de flexion quatre points est alors réalisée. Des simulations numériques de ces essais sont également réalisées en utilisant le critère de Freudenthal. Les résultats expérimentaux obtenus en termes d'efforts à la rupture sont par la suite comparés avec la prévision réalisée numériquement.

4.III.1 Définition du composant et retour d'expérience

Les boîtiers hybrides de protection des composants embarqués sont hermétiques. L'AlSi CE9F permet, par sa haute conductivité thermique, d'évacuer la chaleur produite par les composants internes. Il faut néanmoins pouvoir alimenter les composants en énergie électrique et échanger des informations avec l'extérieur du boîtier. Une des solutions utilisées est la constitution d'une fenêtre ayant des fonctions entrée/sortie. Elle se compose d'un matériau électriquement isolant et de pistes en matériau conducteur. La fenêtre est par la suite brasée avec le boîtier pour assurer l'herméticité.

La pièce assure deux fonctions. La première est la fonction de transport du signal électrique avec un minimum de pertes électriques. La seconde est de compléter la fonction hermétique du boîtier. La pièce ne doit pas présenter de fissures pouvant amener à la perte d'herméticité sans perte de la fonction de transport du signal. La fenêtre étudiée est constituée d'alumine et de pistes conductrices réalisées à partir d'une encre de tungstène. Le procédé d'élaboration a été explicité dans la section 1.I.2.2 sur l'élaboration de composant en alumine HTCC. Les pistes conductrices (Figure 116) sont constituées de plans, parallélogrammes rectangles, fabriqués à partir d'encre de tungstène. Les vias assurent les connections entre les plans.

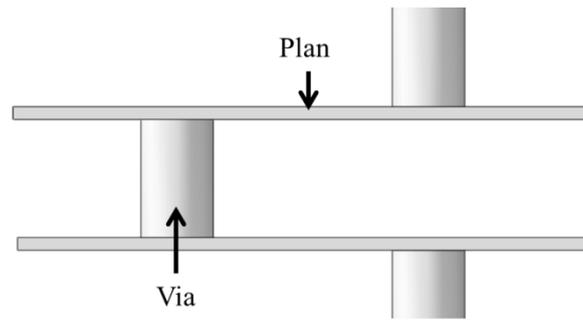


Figure 116 : Schématisation en deux dimensions d'une structure de piste conductrice.

Lors des tests de qualification des boîtiers, des fissures sont apparues à la surface de la fenêtre en alumine HTCC pendant la phase de validation de la tenue aux chocs thermiques. Des tests de fuites, ont mis en évidence qu'une partie des boîtiers possédant des fissures uniquement sur leur fenêtre ont perdu leur caractère hermétique, démontrant que ces fissures traversent l'ensemble de la fenêtre.

L'alumine HTCC utilisée pour l'élaboration de la fenêtre est la même nuance que celle qui a été mécaniquement caractérisée dans le chapitre 3. Les paramètres de Weibull identifiés dans le chapitre 3 permettent de constituer un modèle de la rupture fragile de la fenêtre en alumine HTCC. Les travaux suivants présentent la démarche de validation de la modélisation numérique de la fenêtre, permettant de caractériser la résistance à la rupture de cette dernière. Il s'agit d'un premier cas de validation d'un modèle soumis à un chargement quasi-statique isotherme. Ce modèle numérique validé permettra de comprendre ultérieurement l'apparition des fissures lors des chocs thermiques.

4.III.2 Résultats expérimentaux – flexion quatre points

Dans l'optique d'une comparaison expérience – simulation, une série d'essais de flexion quatre points a été réalisée pour déterminer la résistance à la rupture de la fenêtre en alumine HTCC. La distance entre les appuis inférieurs est fixée à 10 mm et la distance entre les appuis supérieurs est de 2,4 mm.

Afin de réaliser la série d'essais de flexion sur les fenêtres, il a fallu une pièce d'adaptation permettant de transformer le montage de flexion trois points en un montage de flexion quatre points. En effet, Il était impossible d'effectuer une flexion quatre points avec le montage initial, à cause des petites dimensions de l'objet étudié. La pièce intermédiaire est placée sous l'appui central supérieur et sa géométrie permet d'amener l'effort de flexion sur deux appuis. L'avantage de ce type d'essais est que, contrairement à la flexion trois points, la contrainte maximale est répartie sur un volume, et non une section, contenant deux pistes conductrices.

La série d'essais comporte 12 valeurs d'effort à la rupture. Il s'agit d'un faible nombre de valeurs pour une analyse dans le cadre de la théorie de Weibull. Il y avait néanmoins peu de composants disponibles pour les essais expérimentaux. Les résultats sont présentés dans le graphe de la Figure 117. L'effort moyen à la rupture est de 138 N, avec une valeur minimale de 94 N et une valeur maximale de 183 N. L'écart-type est d'environ 35 N.

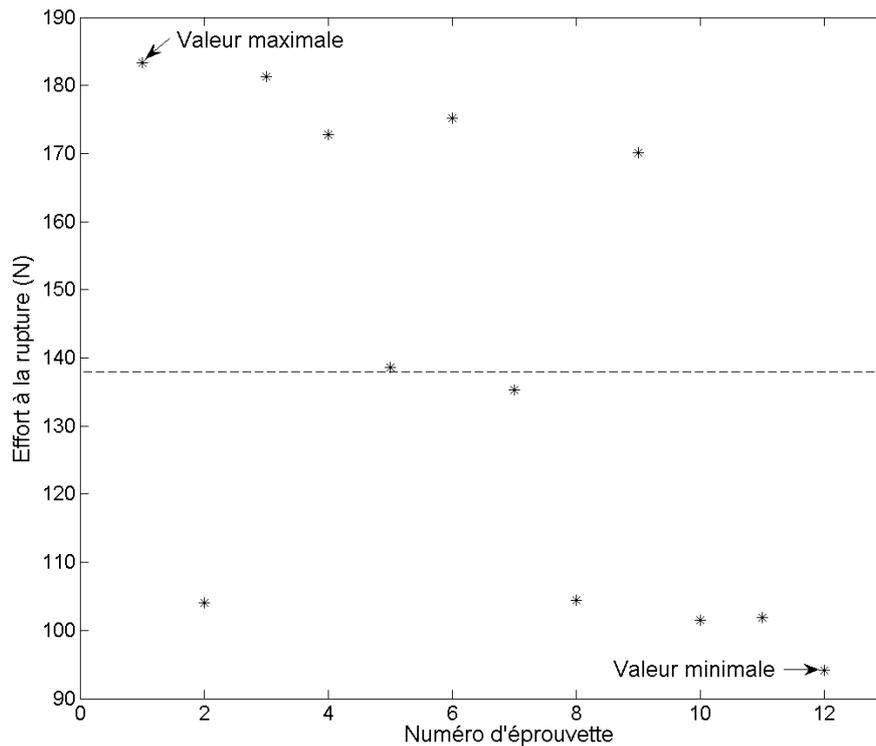


Figure 117 : Distribution expérimentale des efforts à la rupture en flexion quatre points de la fenêtre en alumine HTCC.

La Figure 117 semble affiner la présence de deux distributions des efforts à la rupture, ainsi que deux valeurs intermédiaires. La première pour des efforts à la rupture faibles, de l'ordre de 101 N et la seconde pour des valeurs d'efforts à la rupture plus élevées de l'ordre de 176 N.

4.III.3 Observation des faciès de rupture

Les faciès de rupture des fenêtres provenant de la série d'essais ont été observés au microscope optique et au MEB. L'ensemble des faciès permet une visualisation totale ou partielle d'une piste conductrice, montrant que la rupture a lieu dans le plan de la piste ou dans son proche environnement (Figure 118). Sept des faciès en flexion quatre points ont au moins un via visible sur leurs surfaces de fissuration. Sur les cinq autres, seule une portion d'un ou de plusieurs plans est visible. La comparaison entre l'aspect du faciès de rupture et l'intensité de l'effort de rupture a montré une correspondance. Un via de tungstène est toujours visible pour un faible effort à la rupture relevé. Les deux distributions observées sur la Figure 117 sont alors également présentes lors de l'observation des faciès. Les deux valeurs intermédiaires d'effort à la rupture présentent aussi au moins un via sur leurs faciès respectifs, ce qui laisse entendre qu'elles appartiennent à la première distribution. Cela renforce l'idée d'une présence de deux types de fissurations pour le composant.

Lorsqu'un via est visible, la fissure s'est probablement amorcée dans le plan, ou à proximité du plan, où se situent tous les vias en tungstène d'une piste conductrice. Si aucun via n'est observable sur le faciès, alors la rupture s'est propagée hors de ce plan. Le fait qu'un via de la piste conductrice soit visible dans la majorité des cas de rupture sous-entend l'implication mécanique de cette dernière dans le processus de fissuration de la fenêtre.

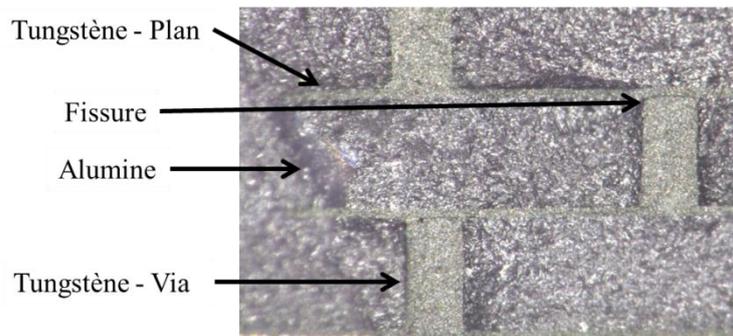


Figure 118 : Photographie d'un faciès de rupture présentant une piste conductrice visible

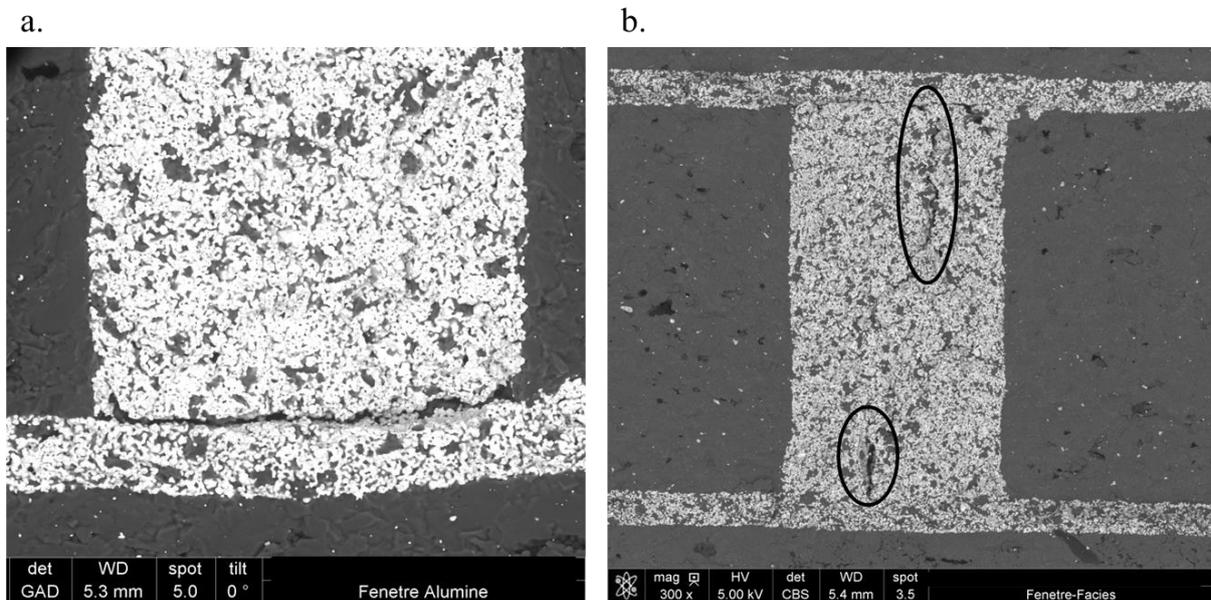


Figure 119 : Observations au MEB (électrons rétrodiffusés) de faciès de rupture présentant une piste conductrice visible. Les ellipses entourent des microfissures dans un via en tungstène.

La Figure 119 présente des images réalisées au MEB en mode électrons rétrodiffusés. Les zones claires sur les deux images correspondent à des domaines chimiquement riches en tungstène. Ces domaines ne présentent pas un niveau de gris uniforme et semblent avoir une certaine porosité.

La Figure 119a montre une fissure au niveau de l'interface entre un via et un plan en tungstène. Ce décollement peut avoir eu lieu avant, donc correspondant à un défaut de fabrication, ou lors de la rupture. La Figure 119b présente deux fissures importantes de longueurs 50 et 100 μm , au sein d'un via en tungstène. Elle présente aussi une désolidarisation entre le via et un plan en tungstène dans la partie supérieure de l'image.

Ces résultats suggèrent que les pistes conductrices ont probablement une porosité assez importante avant les essais mécaniques. Ces domaines sont alors des zones mécaniquement moins résistantes, la porosité facilitant l'amorçage et la propagation des fissures. Les observations amènent aussi à une hypothèse sur l'origine de la rupture des fenêtres. Ces fissures de grandes tailles visibles dans les vias en tungstène peuvent correspondre à des défauts critiques de la théorie de Weibull. Elles sont probablement initialement de plus petites dimensions que celles observées mais, sous l'action du champ de contraintes de flexion, elles se propageraient dans le tungstène. Elles seraient alors les responsables de l'amorçage de la fissuration dans la fenêtre, hypothèse que la simulation numérique ne peut infirmer.

4.III.4 Simulation numérique de la fenêtre en alumine HTCC

4.III.4.1 Hypothèses de la mise en données

Des simulations numériques ont été réalisées en intégrant dans le code de calcul Abaqus[®], le modèle de Weibull de la rupture fragile de la nuance d'alumine HTCC avec les paramètres correspondants. L'hypothèse est alors prise de considérer l'alumine comme étant le matériau possédant les défauts responsables de la rupture de la pièce. Il s'agit d'une hypothèse forte qui néglige la possible influence mécanique de l'interaction entre les différents matériaux constituants. Elle considère ainsi que les phases riches en tungstène ne sont pas responsables de l'amorçage de la fissuration. Le calcul de la probabilité de rupture dépend alors uniquement des valeurs du champ de contrainte équivalente dans l'alumine HTCC.

Plusieurs hypothèses ont également été considérées pour les simulations des essais de flexion quatre points.

- La fine couche d'or qui recouvre une partie de la fenêtre n'a pas été représentée dans le modèle numérique. En effet, par sa faible épaisseur, l'influence de cette couche sur le comportement mécanique de la pièce est négligeable.
- Les appuis supérieurs et inférieurs en acier sont modélisés sous la forme de corps rigides qui ne se déforment donc pas.
- Le contact entre le composant en alumine HTCC et les appuis en acier est modélisé par le type « hard contact » du logiciel Abaqus[®]. Le champ de contraintes au niveau des contacts est calculé par la méthode d'approximation des multiplicateurs de Lagrange. La valeur du coefficient de frottement est, dans un premier temps, fixée à zéro.
- Les pistes conductrices sont modélisées comme des pièces à part entière. Une piste conductrice est considérée comme une pièce monolithique et non comme un assemblage.
- Les propriétés mécaniques du tungstène avec un comportement élastique linéaire sont attribuées aux pistes conductrices. C'est-à-dire un module d'élasticité d'une valeur de 406 GPa et un coefficient de Poisson de 0,28. Le matériau est supposé dense, homogène et isotrope dans Abaqus[®].
- L'assemblage entre les pistes conductrices et la pièce en alumine pure est réalisé à partir de contrainte « Tie ». C'est-à-dire que les pièces sont supposées solidaires et qu'il ne peut y avoir de décollement.

Ces hypothèses seront toujours considérées pour l'ensemble des simulations, sauf pour le module d'élasticité des pistes conductrices qui sera étudié par la suite.

4.III.4.2 Simulation de l'essai de flexion quatre points - Cas de référence

Une étude sur la stabilité du modèle par rapport au maillage a été réalisée dans un premier temps. En raison des géométries complexes des pistes conductrices, ces dernières sont maillées avec des éléments tétraédriques alors que le reste de la fenêtre est maillé avec des éléments hexaédriques.

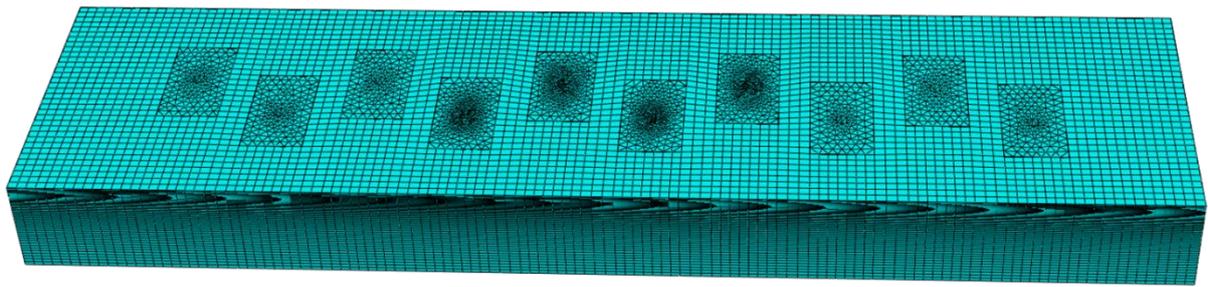


Figure 120 : Maillage de la fenêtre en alumine HTCC

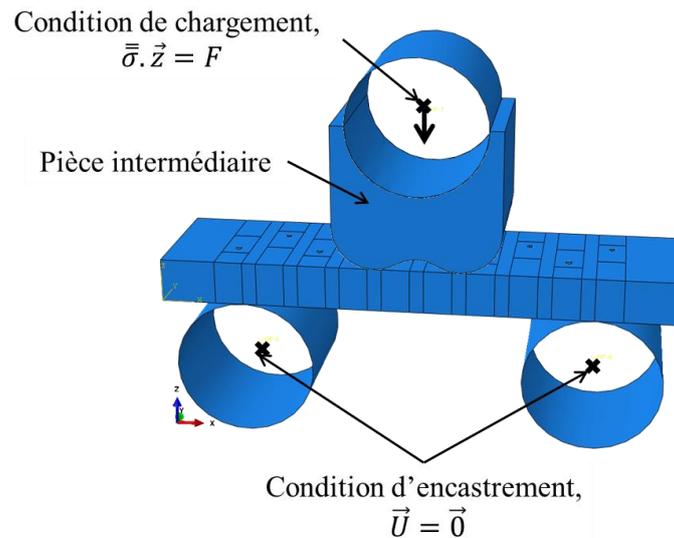


Figure 121 : Mise en données de la configuration de flexion quatre points sur la fenêtre en alumine HTCC.

La comparaison entre expérience et simulation est réalisée à partir des efforts à la rupture. En effet, bien qu'il s'agisse d'essais de flexion quatre points, la structure interne complexe de la pièce ne permet pas de calculer analytiquement les contraintes à la rupture.

Les simulations sont réalisées avec les hypothèses précédentes et la mise en données présentée dans la Figure 121. Les résultats de la modélisation sont disponibles sur la Figure 122.

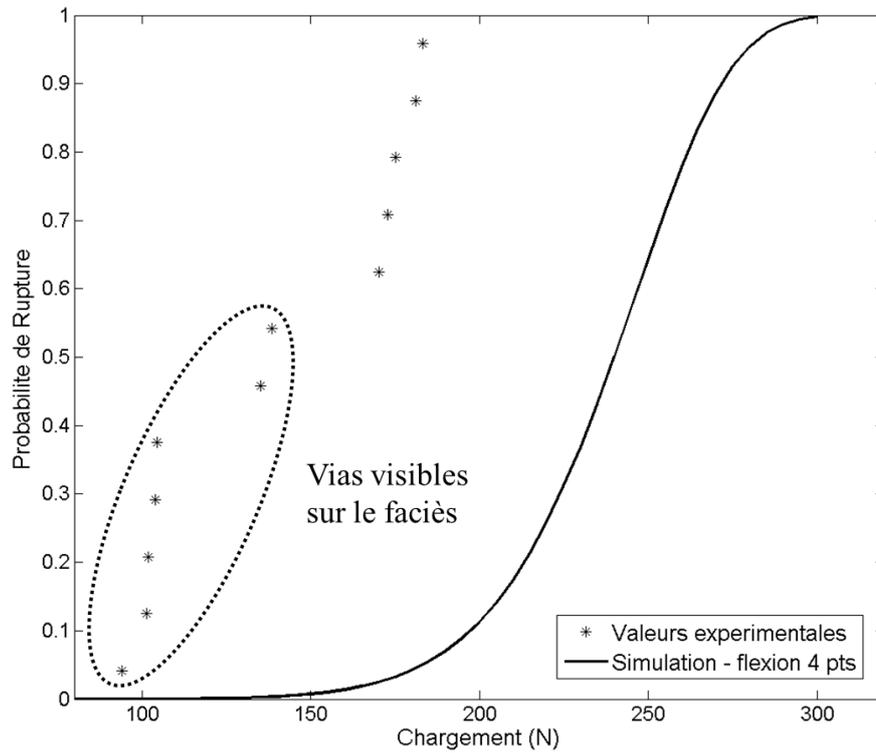


Figure 122 : Comparaison entre les efforts à la rupture obtenus expérimentalement et la prévision numérique des efforts à la rupture.

Les efforts à la rupture sur la Figure 122 sont surestimés par la prévision numérique dans le cas de la flexion quatre points. La simulation numérique prévoit une valeur moyenne d'effort à la rupture de 235 N avec un écart-type de 25 N. Il existe un écart sur les valeurs moyennes de 97 N, soit 41% d'erreur relative. De plus, avec seulement douze valeurs expérimentales, la représentation graphique des efforts à la rupture semble montrer une répartition en plusieurs populations. Ceci laisse suggérer que la distribution expérimentale en flexion quatre points de la fenêtre en alumine est une loi de Weibull bimodale. Cependant, en raison du faible nombre de valeurs expérimentales, les paramètres de la loi expérimentale ne peuvent être estimés. Cela était par ailleurs déjà visible sur la Figure 117.

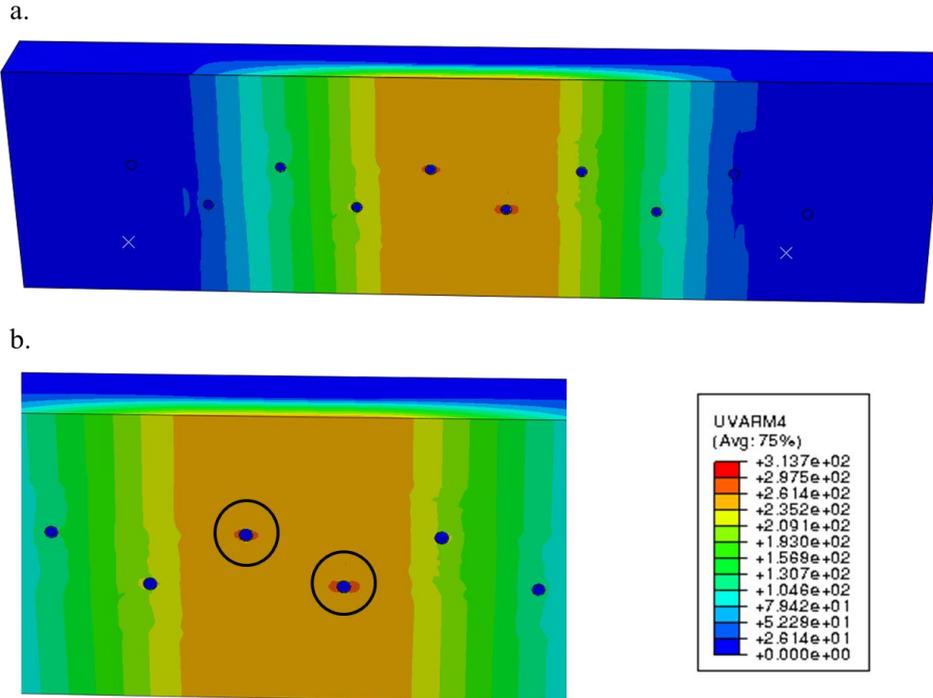


Figure 123 : Cartographie du champ de contrainte équivalente (UARM4) de la fenêtre en alumine HTCC en sollicitation de flexion quatre points.

La Figure 123 présente la cartographie du champ de contrainte équivalente selon le critère de Freudenthal sur la fenêtre en alumine. La répartition des contraintes dans cette géométrie est proche de celle déterminée sur les éprouvettes normalisées en AlSi CE9F (4.I.2). Le champ de contraintes est quasiment uniforme sur la surface en traction située entre les appuis supérieurs. La cartographie présente néanmoins la présence de concentrations de contraintes (cerclées de noir sur la Figure 123) autour de l'entrée des deux pistes conductrices situées entre les appuis supérieurs de flexion quatre points. Ces concentrations sont générées par les pistes conductrices.

Les résultats de la simulation numérique démontrent un fort écart entre l'estimation numérique et les valeurs d'efforts à la rupture expérimentalement observées. Les sections suivantes vont s'intéresser aux facteurs potentiellement à l'origine de cette erreur relative.

4.III.4.3 Influence du positionnement sur la probabilité de rupture

En raison des petites dimensions de la fenêtre en alumine, sa manipulation est difficile. Le positionnement de la fenêtre dans le montage de flexion est également difficile en pratique. La répétabilité des essais est alors impactée. Dans le cas de référence de la simulation numérique, la fenêtre est centrée par rapport aux appuis. La présente section va s'intéresser à quantifier l'influence du positionnement de la fenêtre par rapport aux appuis sur l'estimation des efforts à la rupture via les simulations numériques. Trois décalages longitudinaux par rapport à la position du cas de référence sont ici considérés : 0,1 mm, 0,5 mm et 0,8 mm, et les résultats des différentes simulations sont présentés dans la Figure 124. Le premier décalage correspond à une erreur de positionnement expérimentalement possible à réaliser. L'écart entre deux pistes étant périodique, les deux valeurs de décalages considérées, 0,5 et 0,8mm, permettent d'englober l'ensemble des positions possibles de décalages.

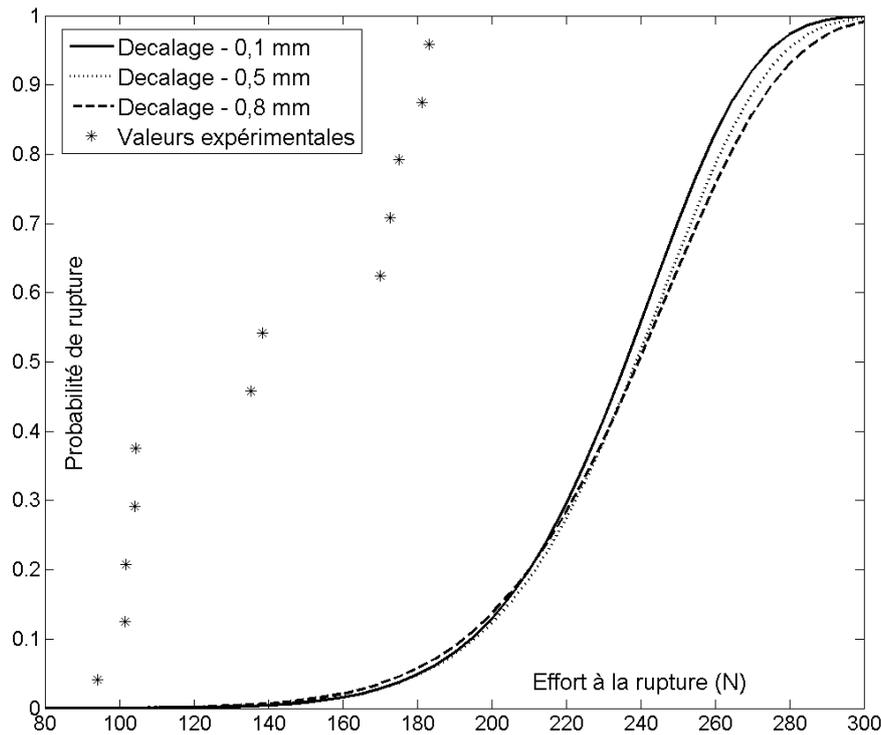


Figure 124 : Influence du positionnement de la fenêtre sur la prévision numérique des efforts à la rupture.

La Figure 124 présente une évolution de la probabilité de rupture en fonction du décalage du composant par rapport à la position de référence. La courbe du cas de référence n'est pas représentée car elle est superposée au premier cas de décalage étudié. La relation entre l'effort et la contrainte à la rupture est directement impactée par le décalage et l'écart d'estimation par rapport au cas de référence n'est alors pas constant. Il y a par exemple un écart moyen relatif de 0,5% d'effort à la rupture par rapport au cas de référence pour un décalage de 0,5 mm. L'influence du décalage du composant par rapport à une position de référence n'est en revanche pas suffisamment importante pour permettre d'expliquer l'origine de l'écart d'estimation entre la simulation numérique et les résultats expérimentaux.

4.III.4.4 Influence du coefficient de frottement sur la probabilité de rupture

Les travaux sur les éprouvettes technologiques en AISi CE9F ont montré l'influence du coefficient de frottement du contact entre les appuis et le matériau étudié, sur la probabilité de rupture. L'étude de l'influence de ce paramètre est également nécessaire pour le cas de la fenêtre en alumine HTCC. En effet, la valeur du coefficient de frottement est initialement fixée à zéro. Les valeurs de 0,1 et de 0,2 sont considérées afin d'estimer l'influence de ce paramètre.

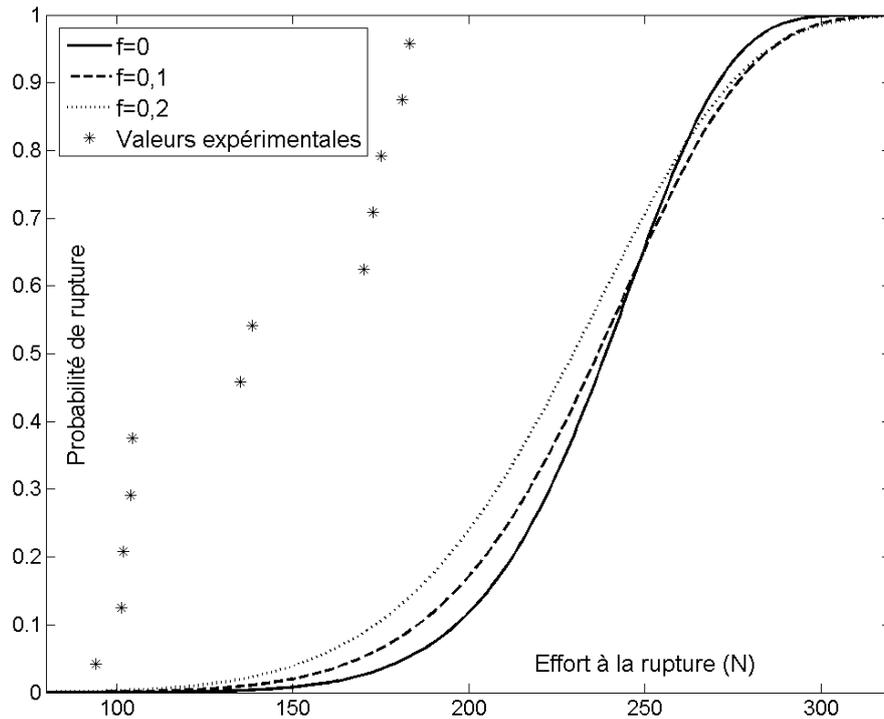


Figure 125 : Influence de la valeur du coefficient de frottement sur la prévision numérique des efforts à la rupture.

La Figure 125 présente différentes courbes de Weibull issues de la prévision numérique pour plusieurs valeurs de coefficient de frottement alumine-acier avec une comparaison par rapport aux résultats expérimentaux. La comparaison graphique des courbes montre une influence du coefficient de frottement sur la prévision de la probabilité de rupture. La dispersion des efforts à la rupture croît avec l'augmentation de la valeur du coefficient de frottement. En effet, ce dernier modifie la relation numérique entre effort et contrainte. De la même manière que pour le décalage, son influence sur les prévisions de la probabilité de rupture n'est pas suffisante pour recalibrer le modèle numérique sur les valeurs expérimentales.

4.III.4.5 Influence du module d'élasticité de la phase riche en tungstène

Lors de la mise en données du cas de référence, la valeur du module d'élasticité du tungstène, supposé dense, homogène et isotrope, a été attribuée à la phase riche en tungstène. La valeur réelle du module d'élasticité n'est en effet pas connue. Des essais de nanoindentation ont été réalisés sur des pistes conductrices afin d'en estimer la valeur. Ces derniers ont permis d'estimer une valeur moyenne de 330 GPa avec une dispersion forte suivant la zone visée (± 50 GPa). La valeur estimée correspond également au module d'élasticité de la nuance d'alumine utilisée. Cela semble indiquer que l'alumine a probablement joué un rôle mécanique lors des indentations. La valeur ainsi estimée est donc sujette à caution.

L'étude numérique s'est alors intéressée à l'influence de la valeur attribuée au module d'élasticité des pistes conductrices sur la probabilité de rupture. Les résultats de simulation pour des valeurs de module de 200, 40 et 10 GPa sont présentés sur la Figure 126.

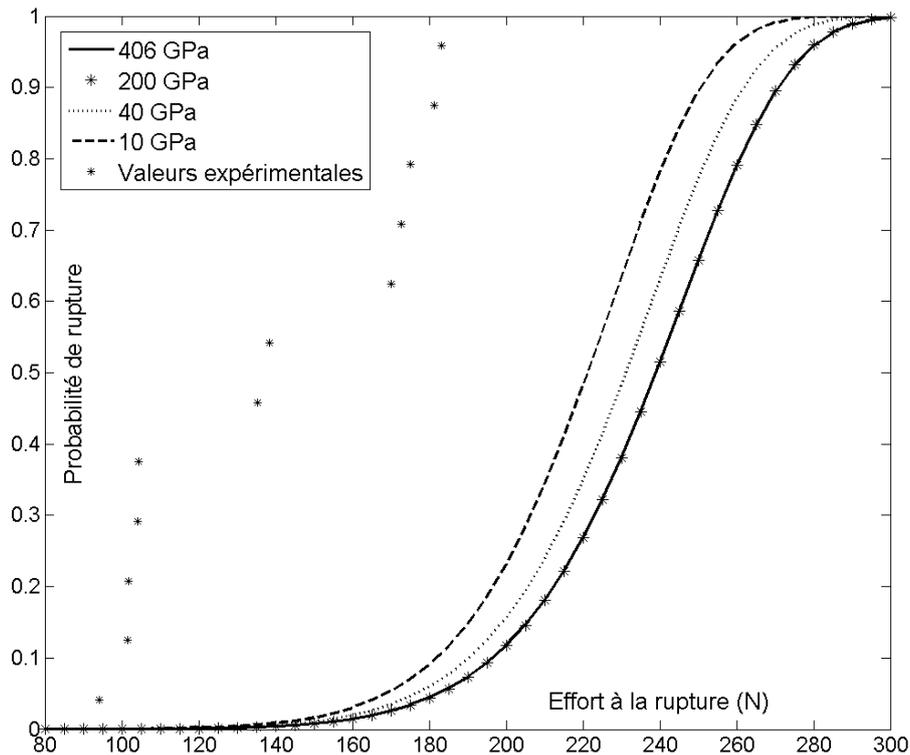


Figure 126 : Influence de la valeur du module d'élasticité des pistes conductrices sur la prévision numérique des efforts à la rupture.

La Figure 126 permet de constater que lorsque la valeur du module d'élasticité diminue, la valeur d'effort à la rupture estimée par la simulation diminue également. Cela démontre dans un premier temps que le module d'élasticité de la phase riche en tungstène impacte le calcul numérique de la probabilité de rupture. Il faut néanmoins une forte diminution de la valeur du module d'Young pour en percevoir les effets. En effet, avec des valeurs de 300 GPa ou 200 GPa, les courbes de Weibull sont quasiment superposées avec le cas de référence.

Une diminution du module d'élasticité diminue localement la rigidité de la fenêtre. La déformation résultante de la fenêtre en flexion quatre points est alors amplifiée localement. Des concentrations de contraintes apparaissent autour de la piste conductrice et la probabilité de rupture augmente pour un effort défini. Cela témoigne de l'importance de définir les propriétés mécaniques des pistes conductrices afin de réaliser des simulations plus précises. L'effet n'est néanmoins pas suffisant pas pour se rapprocher de l'expérience.

4.III.4.6 Effet d'une décohésion plan – via sur la probabilité de rupture

Dans les cas précédents, les pistes conductrices avaient été considérées comme des pièces monolithiques. Dans cette section, les deux pistes situées entre les appuis supérieurs, qui sont donc les plus sollicitées, sont considérées comme un assemblage de plans et de cylindres.

Ce changement de modélisation est à mettre en relation avec les résultats des observations au MEB présentés en Figure 119 où des fissurations entre un via et un plan de la phase en tungstène avaient été relevées. Ces observations démontrent un phénomène de décohésion entre les différents éléments de la piste conductrice. Les liaisons entre les différents éléments d'une piste sont représentées par des contacts avec un coefficient de frottement de 0,5. La relation entre l'alumine et les éléments en tungstène conserve la mise en données du cas de référence par une modélisation de type « Tie », solidarissant les deux domaines. Bien que le phénomène de décohésion soit en partie pris

en compte dans cette approche, on suppose toujours que l'alumine est le matériau responsable de la rupture du composant.

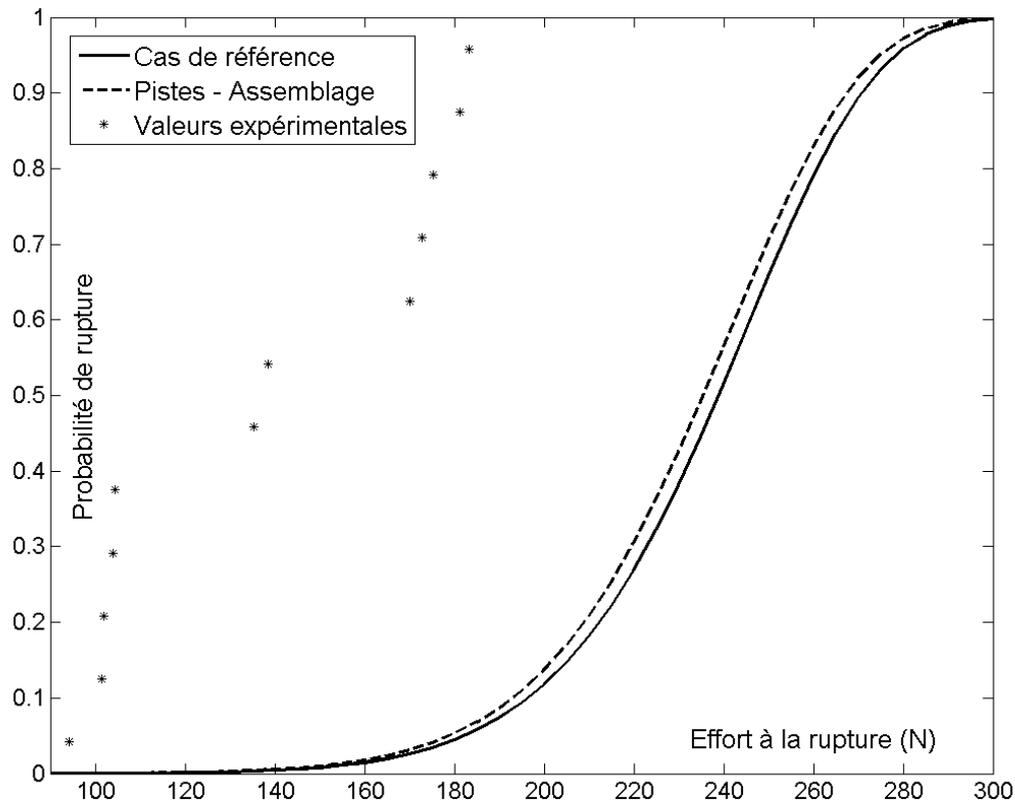


Figure 127 : Influence d'une décohésion plans et vias en tungstène sur la prévision numérique des efforts à la rupture.

La Figure 127 montre que la manière de représenter les pistes conductrices impacte la probabilité de rupture globale du composant. Cependant, comme pour les paramètres précédents, cette influence reste faible. Le cas représenté graphiquement présente le plus d'écart avec le cas de référence et cette différence ne permet pas de recalibrer le modèle sur les résultats expérimentaux.

4.III.5 Discussion sur la fenêtre en alumine HTCC

Les résultats des simulations numériques présentent une erreur d'estimation assez élevée, 41%, de l'effort à la rupture par rapport aux valeurs expérimentales. La distribution expérimentale des efforts à la rupture tend également à montrer la présence de deux distributions distinctes. L'influence de certains paramètres de la simulation a été considéré dans l'objectif d'expliquer la ou les origines de cette erreur d'estimation. Il s'agit notamment de la position du composant par rapport au montage, difficilement contrôlable avec précision, du coefficient de frottement entre l'acier et l'alumine et du module d'élasticité de la phase riche en tungstène.

L'influence de la valeur du coefficient de frottement entre l'acier et l'alumine peut être quantifiée expérimentalement mais son influence dans les simulations n'est pas suffisante pour expliquer l'écart entre le modèle numérique et l'expérience. Le positionnement est un paramètre aléatoire expérimentalement difficile à quantifier. Il dépend de l'opérateur. Ce dernier impacte également les prévisions de l'effort à la rupture mais de manière moins importante que la valeur du coefficient de frottement. La diminution de la valeur du module d'élasticité tend à diminuer la probabilité de rupture calculée par la simulation en raison d'une modification locale de la rigidité de la fenêtre. Néanmoins, l'influence de ces paramètres ne permet pas d'expliquer l'écart important entre l'estimation numérique des efforts à la rupture et les valeurs expérimentales.

L'étude des faciès de rupture de la fenêtre apporte un éclaircissement sur les mécanismes probablement en jeu lors de la rupture de la pièce. En effet, ils mettent en évidence le caractère poreux de la piste conductrice ainsi que la présence de microfissures dans les domaines riches en tungstène. Ces dernières peuvent avoir une taille importante, de l'ordre de 50 μm , qui peut être à l'origine de la fissuration et de la rupture de la pièce. Ces microfissures peuvent correspondre à des défauts critiques, notion importante dans la formulation de la rupture fragile dans le cadre de la théorie de Weibull, mais présents dans les domaines riches en tungstène. Ces observations démontrent l'implication forte de la piste conductrice dans le comportement mécanique mais cela suppose également que les défauts critiques se situent probablement dans les domaines de la fenêtre riches en tungstènes et pas uniquement dans l'alumine.

Or la simulation numérique est basée sur l'hypothèse que les défauts critiques sont présents uniquement dans la phase alumine. Les deux hypothèses se contredisent et les simulations numériques ne peuvent infirmer l'hypothèse de la présence des défauts critiques dans la phase riche en tungstène. Cette contradiction est probablement la raison pour laquelle les prévisions numériques ne coïncident pas avec les résultats expérimentaux malgré la considération de plusieurs paramètres influents. Cela ne vient pas pour autant invalider l'ensemble de l'étude numérique sur la fenêtre. En effet, la comparaison entre la simulation et l'expérience met en évidence l'importance des domaines en tungstène sur la résistance à la rupture. Les travaux démontrent alors la complexité du comportement mécanique du composant. Les modèles numériques ne peuvent être mécaniquement représentatifs qu'en étudiant le composant dans son ensemble et non en considérant indépendamment chacune des phases en jeu.

4.IV Synthèse sur le chapitre

Ce chapitre a vu la mise en place du modèle de Weibull discrétisé et la démarche pour calculer la probabilité de rupture à partir des valeurs de contrainte déterminées aux points d'intégration.

Le calcul de la probabilité de rupture dépend en partie du maillage utilisé. Les éléments à interpolation linéaire semblent sous-estimer la valeur de la probabilité de rupture par rapport à des éléments à interpolation quadratique. Le nombre d'éléments impacte également la valeur de la probabilité de rupture calculée. En effet, cette dernière est obtenue à partir du produit des probabilités de rupture locales obtenues à chaque point d'intégration. Les valeurs du volume équivalent et de la contrainte équivalente maximale varient également en fonction du nombre d'éléments présents dans la structure avant de se stabiliser. Il est intéressant de noter que la valeur de la probabilité de rupture peut se stabiliser sans que la valeur de la contrainte équivalente maximale ne le soit. Le modèle réussit à représenter fidèlement les efforts à la rupture d'un essai de flexion quatre points pour différentes valeurs des paramètres de Weibull. Il existe néanmoins une légère surestimation de la probabilité de rupture qui augmente avec la valeur du module de Weibull. Les effets de volume entre un essai de flexion quatre points et un essai de flexion trois points sont correctement représentés par la simulation numérique et respectent la formulation du rapport des volumes équivalents de la théorie de Weibull décrivant les effets de volume.

La deuxième partie du chapitre porte sur les éprouvettes technologiques. Ces dernières possèdent des champs de contraintes plus complexes que le champ induit dans une éprouvette normée lors d'un essai de flexion quatre points. Cela résulte d'une singularité géométrique de l'éprouvette (en T ou perçage) ou d'un chargement complexe (sous la tête de vis pour l'éprouvette vissée). Les simulations numériques des essais de ces éprouvettes sont réalisées à partir de la contrainte équivalente de Freudenthal qui doit prendre en compte ces différentes directions de sollicitation. La comparaison des résultats issus des simulations numériques avec les résultats expérimentaux montre une estimation correcte de la probabilité à la rupture par le modèle numérique. La contrainte équivalente réussit à représenter les résultats expérimentaux malgré les écarts d'estimation dus à des hypothèses de simulation ou à des paramètres difficilement contrôlables expérimentalement (positions des pièces, effort de serrage).

Ces résultats permettent de valider le choix de la contrainte équivalente de Freudenthal afin de représenter le comportement en rupture de l'AlSi CE9F. Ils ouvrent la voie à des simulations sur des pièces complexes en AlSi CE9F.

L'étude de la fenêtre en alumine HTCC a montré un fort écart entre les résultats expérimentaux et les prévisions numériques. Ces dernières supposent que les défauts critiques responsables de la rupture se situent dans l'alumine HTCC. La considération de l'influence de plusieurs paramètres tels que le coefficient de frottement, la rigidité du tungstène ou le positionnement, ne permet pas de recalibrer le modèle sur les résultats expérimentaux. Cet écart maintenu montre alors une contradiction entre le modèle numérique et les phénomènes physiques mis en œuvre lors de la rupture. Par ailleurs, l'observation des faciès de rupture du composant a permis de mettre en évidence la présence de microfissures au sein des pistes en tungstène. Ces microfissures peuvent être responsables de l'amorçage et de la rupture du composant. De plus, les observations ont démontré le caractère poreux des domaines riches en tungstène. Ils ont alors une résistance mécanique faible. Ce travail d'observation révèle que les pistes conductrices ont une influence importante dans le comportement mécanique de la fenêtre. L'étude invalide ainsi l'utilisation seule du modèle de Weibull de l'alumine pour décrire le comportement en rupture du composant. Elle montre en revanche l'importance du rôle des pistes en tungstène sur le comportement en rupture du composant. Enfin, l'étude démontre la complexité de réaliser une représentation numérique valide pour ce type de composant.

CHAPITRE 5	ETUDES SUR BOITIER HYBRIDE EN ALSI CE9F	179
5.I	CALCUL DE LA PROBABILITE DE RUPTURE EN CONDITIONS ANISOTHERMES.....	179
5.I.1	<i>Cas général du calcul de la probabilité de rupture</i>	179
5.I.2	<i>Application à une plaque encastrée soumise un gradient de température</i>	180
5.I.2.1	Définition et hypothèses du problème	181
5.I.2.2	Etude sous un chargement thermique stationnaire.....	182
5.I.2.3	Etude d'un chargement thermique transitoire.....	184
5.I.3	<i>Bilan de l'étude</i>	185
5.II	SIMULATIONS NUMERIQUES D'ESSAIS DE CERTIFICATION D'UN BOITIER.....	186
5.II.1	<i>Définition du composant et hypothèses</i>	186
5.II.2	<i>Simulation d'un cas thermomécanique</i>	187
5.II.2.1	Hypothèses spécifiques aux cas thermiques	187
5.II.2.2	Evolution de la probabilité de rupture en fonction du temps	188
5.II.3	<i>Simulation du comportement sous sollicitation dynamique</i>	192
5.II.3.1	Hypothèses spécifiques au cas dynamique	192
5.II.3.2	Evolution en fonction du temps de la probabilité de rupture	193
5.II.3.3	Courbe de Weibull en fonction de l'amplitude d'accélération.....	196
5.II.3.4	Critiques et limites du modèle numérique	197
5.III	SYNTHESE SUR LE CHAPITRE.....	199

Chapitre 5 Etudes sur boîtier hybride en AlSi CE9F

Ce dernier chapitre de l'étude est intégralement consacré au boîtier hybride constitué en partie d'AlSi CE9F. Ce dernier, pour remplir sa fonction de dissipation thermique, compose le fond du boîtier en contact avec le support. La production de chaleur s'évacue majoritairement alors par conduction à travers le fond du boîtier.

Afin de garantir le bon fonctionnement du boîtier lors de son cycle de vie, de nombreux essais de qualification sont réalisés : chocs thermiques, stockage isotherme, etc.... Deux d'entre eux ont été étudiés et modélisés. Le premier correspond à des cycles thermiques entre -55°C et 125°C . Ils s'inscrivent ainsi dans la continuité de la démarche de caractérisation de l'AlSi CE9F par rapport à la température. Le second essai de qualification correspond à un test mécanique complexe : des chocs mécaniques avec une accélération en demi-sinus.

La première section porte sur la méthode de calcul de la probabilité de rupture d'une structure en condition anisotherme. L'exemple d'une plaque encastrée soumise à un gradient de température est par la suite considéré. Il s'agit d'une simplification du boîtier en ne considérant que le fond en AlSi CE9F. L'étude s'est intéressée à l'effet des différentes configurations thermiques sur la probabilité de rupture de la plaque en considérant également ses variations au cours du temps.

La seconde section présente les simulations numériques des cycles thermiques et des chocs mécaniques sur la géométrie exacte du boîtier. Elles sont réalisées à partir du modèle de Weibull de l'AlSi CE9F identifié en mécanique quasi-statique au Chapitre 3 et du critère de la rupture de Freudenthal validé au Chapitre 4. Une comparaison entre les retours d'expériences industriels et les résultats des simulations numériques est présentée. Une validation du modèle de Weibull de l'AlSi CE9F sur ces cas de sollicitations complexes permettra la constitution de premières règles de dimensionnement.

5.I Calcul de la probabilité de rupture en conditions anisothermes

5.I.1 Cas général du calcul de la probabilité de rupture

Dans les chapitres précédents, les objets, éprouvettes normées et technologiques, ont été étudiés avec une température homogène. Les paramètres de Weibull étaient alors constants partout dans la structure. Cette section s'intéresse au calcul de la probabilité de rupture dans le cas où l'objet est soumis à des conditions anisothermes. Les propriétés thermomécaniques des matériaux de la structure sont alors différentes suivant la position dans la structure. Par corollaire, les valeurs des paramètres de Weibull varient également dans la structure. Le module de Weibull et le paramètre de forme s'écrivent alors respectivement $m(T)$ et $\sigma_0(T)$, avec T , la température appliquée, afin de représenter la dépendance en température des paramètres.

Supposons que la structure soit constituée d'un même matériau avec deux domaines, chacun ayant une température différente. Le matériau est défini par les paramètres de Weibull m_1 , $\sigma_{0,1}$ dans le

domaine à la température T_1 et il est défini par les paramètres $m_2, \sigma_{0,2}$ dans le domaine à la température T_2 (Figure 128a). La probabilité de rupture de chacun des domaines peut être calculée indépendamment de l'autre à partir de l'Eq. (85). D'un point de vue physique, cela amène à l'hypothèse que la rupture d'un domaine n'est aucunement influencée par la probabilité de rupture du domaine voisin. La structure est alors considérée comme l'assemblage de deux sous-structures.

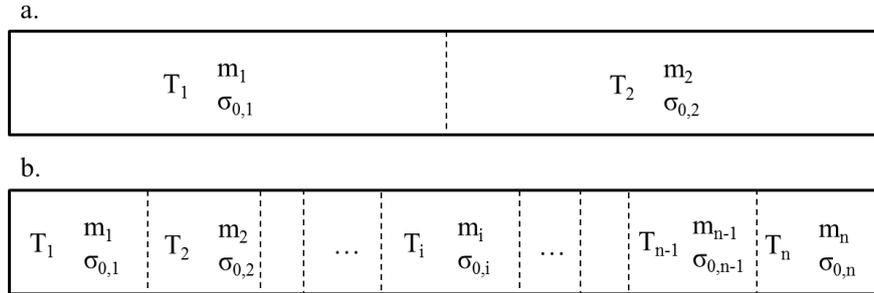


Figure 128 : Schématisation de chargement anisotherme pour deux domaines thermiques (a.) et pour n-domaines thermiques (b.)

Ce raisonnement peut être poursuivi pour un nombre quelconque n de domaines, chacun défini par une température et un couple de paramètres de Weibull (Figure 128b). D'un point de vue numérique, un domaine peut alors correspondre à un point d'intégration du maillage de la structure. Les paramètres de Weibull sont alors définis à chaque point d'intégration à partir de la valeur de la température nodale. La contrainte équivalente selon Freudenthal est supposée uniforme dans chaque domaine et se calcule suivant l'Eq. (90) à partir des contraintes principales positives de chaque domaine. A noter que lorsqu'un domaine est uniquement soumis à des contraintes de compression, sa contrainte équivalente a une valeur nulle.

$$\sigma_{Eq,i} = ((\sigma_I)^{m(T)} + (\sigma_{II})^{m(T)} + (\sigma_{III})^{m(T)})^{1/m(T)} \quad (90)$$

La probabilité globale de rupture se formule alors numériquement et analytiquement selon l'Eq. (91) à partir de l'intégrale sur le volume de l'ensemble des domaines définis uniquement pour lesquels les contraintes principales sont positives.

$$P = 1 - \exp \left[-\frac{1}{V_0} \int_{\Omega \text{ pour } \sigma \geq 0} \frac{(\sigma_I)^{m(T)} + (\sigma_{II})^{m(T)} + (\sigma_{III})^{m(T)}}{(\sigma_0(T))^{m(T)}} dV \right] \quad (91)$$

Pour ce type de chargement, la contrainte équivalente maximale peut être calculée. En revanche, du fait de la variation du module de Weibull et du paramètre de forme dans la structure, le paramètre volume équivalent disparaît. En effet, il n'existe pas une valeur uniforme du module de Weibull qui permet de revenir à une formulation de la probabilité de rupture telle que définie par l'Eq. (88).

5.1.2 Application à une plaque encadrée soumise un gradient de température

L'application principale de l'AlSi CE9F est le boîtier de protection des composants électroniques embarqués. Les composants électroniques, à l'intérieur du boîtier, sont une source de chaleur lors de leur fonctionnement et à l'extérieur, la température peut varier en fonction de l'ambiance thermique du satellite. Les boîtiers sont fixés à la plateforme au niveau de leurs pattes de fixations. Ces différences thermiques vont alors induire des contraintes thermiques par dilatation et

contraction de l'AlSi CE9F et des autres matériaux. Ces contraintes peuvent amener à la fissuration puis à la rupture du boîtier de protection. Le problème de dimensionnement est alors de déterminer quels sont les gradients de température maximaux admissibles par le boîtier, c'est-à-dire pour quels gradients la probabilité de rupture reste en dessous d'un seuil de dimensionnement défini.

Dans cette première analyse, la structure en AlSi CE9F peut être schématisée par une plaque rectangulaire bloquée à ses extrémités, représentant le fond du boîtier fixé par ses pattes.

5.1.2.1 Définition et hypothèses du problème

Une plaque de volume fini en appuis à ses extrémités est considérée. Elle a ici une base carrée de longueur L . La température T_0 représente la température de référence du calcul de la dilatation thermique. Lorsque la plaque est à la température homogène T_0 , il n'y a pas de distorsion thermique. La capacité thermique C_p , la masse volumique ρ et la conduction thermique λ de l'AlSi CE9F sont considérées comme indépendantes de la température. Cette hypothèse sur les propriétés matériau est nécessaire à l'obtention de formulations analytiques suffisamment simples pour être étudiées. Pour une prise en compte des variations des propriétés du matériau en fonction de la température, les méthodes de résolution numérique, différences finies ou éléments finis, sont plus adaptées.

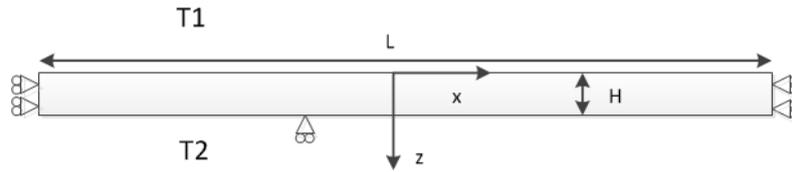


Figure 129 : Schématisation de la plaque soumise à un gradient de température.

La température ne varie qu'en fonction de l'épaisseur et du temps. L'équation de la chaleur unidimensionnelle de l'Eq. (92) est alors applicable. T_1 représente la température de la paroi interne du boîtier, T_2 , la température de la paroi externe et T_i , la valeur initiale du champ homogène de température.

$$\frac{\partial^2 T(z, t)}{\partial z^2} - \frac{\rho C_p}{\lambda} \frac{\partial T(z, t)}{\partial t} = 0 \quad (92)$$

Dans le cas d'un équilibre statique et avec les conditions aux limites imposées sur la Figure 129, seuls les déplacements suivant z sont autorisés. Le tenseur des contraintes $\bar{\sigma}$ est réduit à l'Eq. (93)a [150]. En supposant l'hypothèse de petites déformations et que la valeur du coefficient de dilatation α est constante, les composantes σ_x et σ_y du tenseur des contraintes sont égales et s'expriment selon l'Eq. (93)b.

$$\bar{\sigma} = \begin{bmatrix} \sigma_x & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_y & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad a. \quad (93)$$

$$\sigma_x(z, t) = \sigma_y(z, t) = - \frac{\alpha E(T(z, t))(T(z, t) - T_0)}{(1 - \nu)} \quad b.$$

Le champ de contrainte étant multiaxial, la contrainte équivalente basée sur le principe des actions indépendantes est utilisée. Le chapitre 4 avait démontré que la contrainte équivalente de Freudenthal représentait assez correctement le comportement en rupture fragile de l'AlSi CE9F dans le cas de chargements multiaxiaux.

$$\begin{aligned} \sigma_{Eq}(z, t) &= \left(\sigma_x^{m(z,t)}(z, t) + \sigma_y^{m(z,t)}(z, t) \right)^{1/m(z,t)} & a. \\ P(t) &= 1 - \exp \left[-\frac{1}{V_0} \int_{\Omega \text{ pour } \sigma \geq 0} \left(\frac{\sigma_{eq}(z, t)}{\sigma_0(z, t)} \right)^{m(z,t)} dV \right] & b. \end{aligned} \quad (94)$$

La loi de Weibull avec les paramètres de l'AlSi CE9F est utilisée pour relier au chargement thermique imposé, une probabilité de rupture de la plaque. Le calcul de l'intégrale de l'Eq. (94)b dépend du champ de température à l'instant t et donc des conditions aux limites en température. En effet, comme le matériau a un comportement de type fragile, les contraintes de traction pure sont plus critiques que les contraintes de compression, ces dernières ne sont alors pas prises en compte. L'intervalle d'intégration ne comprend donc que la fraction de volume où au moins la valeur d'une contrainte principale est positive. Il est alors important de remarquer que pour une température supérieure à T_0 , la contrainte correspondante est négative et n'est donc pas considérée. A noter que si la plaque a une base rectangulaire, le problème thermomécanique reste identique et la formulation générale de la probabilité de rupture n'est pas modifiée

5.1.2.2 Etude sous un chargement thermique stationnaire

La première étude se focalise sur un chargement thermique stationnaire. Il s'agit de déterminer la probabilité de rupture du fond du boîtier en AlSi CE9F sous un gradient de température permanent. La dimension temps des équations précédentes (Eq. (92), (93) et (94)) est alors supprimée et permet leurs simplifications. Il a été démontré dans le chapitre 3 que la température ne modifie pas les paramètres de Weibull de l'AlSi CE9F sur de courtes périodes. Il a été donc supposé dans cette étude que les paramètres de Weibull de l'AlSi CE9F sont constants.

Cette étude a déjà été explicitée et présentée dans un article publié [151]. Elle avait mis en évidence la capacité à produire des abaques de probabilité de rupture en fonction des valeurs des températures des deux faces de la plaque T_1 et T_2 à partir de l'Eq. (94)b. Les travaux avaient démontré que la probabilité de rupture atteint sa valeur maximale pour des températures négatives dans le cas d'un chargement thermique uniforme. En effet, le volume équivalent correspond, dans ce cas, au volume total de la plaque. Les effets de volume ont été mis en évidence. L'abaque de probabilité de rupture d'une plaque d'un volume défini peut être calculé par homothétie à partir de l'abaque d'une autre plaque de volume différent. Il a été également rendu possible par les abaques d'estimer le gradient de température maximal admissible par la plaque dans cette configuration afin de ne pas dépasser une valeur de probabilité de rupture préalablement définie, usuellement 10^{-6} .

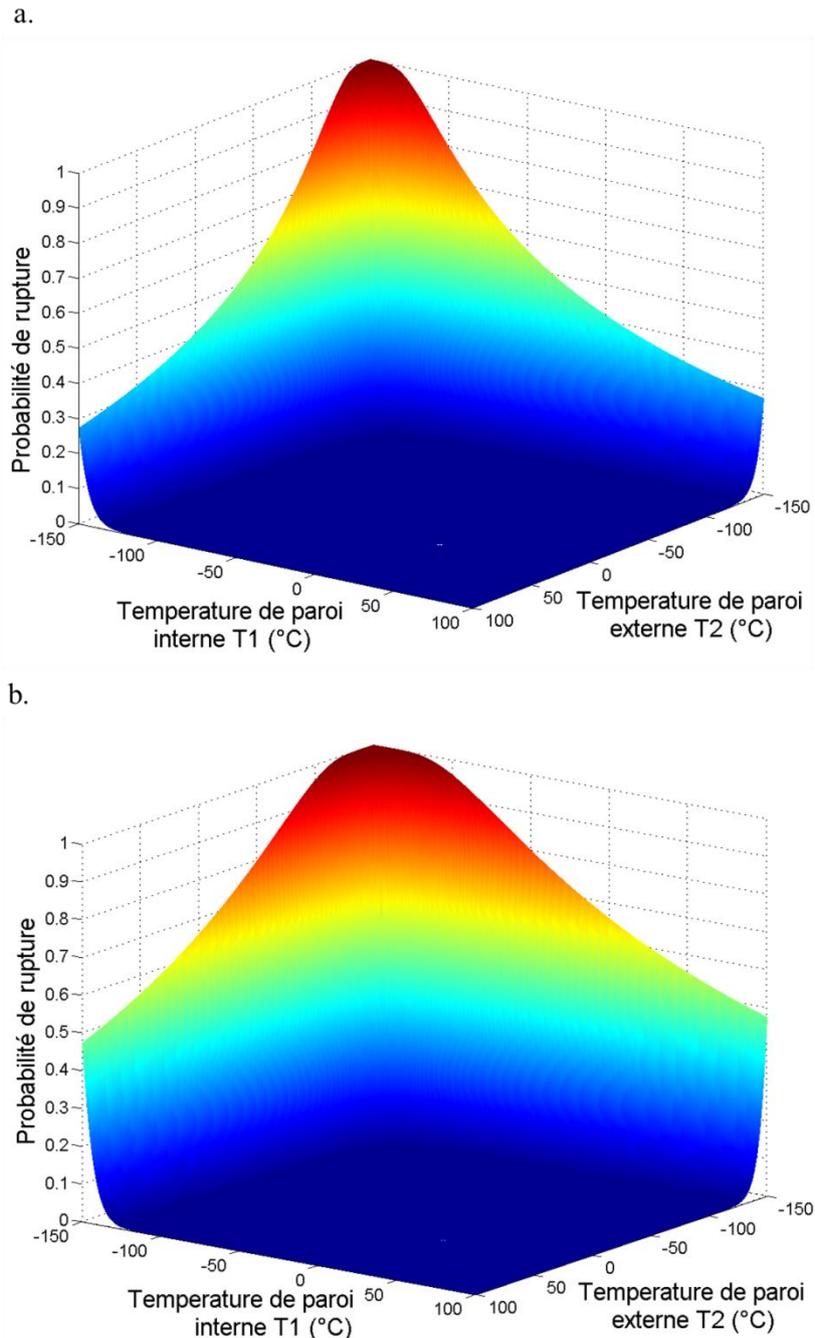


Figure 130 : Comparaison entre un abaque obtenu pour un module d'élasticité constant (a.) et un abaque obtenu pour un module d'élasticité dépendant de la température (b.).

Enfin, l'étude a souligné l'importance de considérer les variations des propriétés mécaniques du matériau en fonction de la température. En effet, dans un premier temps, le module d'élasticité avait été considéré comme indépendant de la température et les abaques de probabilité de rupture ont pu être calculés. Dans un second temps, ses variations, explicitées dans le chapitre 3, ont été prises en compte pour le calcul des abaques. Une comparaison entre les résultats obtenus pour un module d'élasticité constant et pour un module d'élasticité variable est représentée sur la Figure 130. Le module d'élasticité de l'AlSi CE9F varie peu en fonction de la température mais ces quelques fluctuations impactent fortement la valeur de la probabilité de rupture. Il est alors indispensable, dans une démarche de dimensionnement, de prendre en compte les dépendances entre température et propriétés mécaniques, afin de réaliser des simulations plus précises.

5.1.2.3 Etude d'un chargement thermique transitoire

Le cas de la plaque de base rectangulaire bloquée à ses extrémités est toujours considéré. La dimension temporelle est à présent prise en compte afin d'étudier les variations de la probabilité de rupture en fonction du temps et de la température. Les parois sont portées instantanément aux températures données. Ce type de conditions limites signifie physiquement que la plaque est sollicitée en chocs thermiques.

Dans cette section, le passage d'un état initial à la température homogène T_i vers un état final à avec gradient de température défini par les deux températures de parois T_1 et T_2 est considéré. Cet état final correspond par ailleurs au cas de la résolution en régime stationnaire précédemment étudié.

L'équation de la chaleur de l'Eq. (92) est résolue en considérant la dimension temps en utilisant la méthode de séparation des variables. La température est le produit d'une fonction définie par rapport à l'espace et d'une fonction par rapport au temps.

La température en régime transitoire s'exprime selon la formulation de l'Eq. (95) et est constituée d'une combinaison linéaire de solutions particulières de l'équation de la chaleur unidimensionnelle [152].

$$T(z, t) = T_1 + \frac{T_2 - T_1}{H} z - \frac{2}{\pi} \sum_{k=1}^{\infty} \frac{T_1 - T_i - (T_2 - T_i) \cos(k\pi)}{k} \sin\left(\frac{k\pi z}{H}\right) \exp\left(-\frac{\rho C p}{\lambda} \frac{k^2 \pi^2}{H^2} t\right) \quad (95)$$

L'expression de la température associée à la formulation de l'Eq. (94)a de la contrainte équivalente permet de définir, selon l'Eq. (96), le calcul de la contrainte équivalente maximale en régime transitoire en considérant le maximum du gradient de température à chaque instant.

$$\sigma_{Eqmax}(t) = 2^{\frac{1}{m}} \frac{\alpha E(T(z, t))}{1 - \nu} (\max(T_0 - T(z, t)))^m \quad (96)$$

L'expression de la contrainte équivalente permet dans un premier temps la formulation de la probabilité de rupture de la plaque en régime thermique transitoire via l'Eq. (97). A noter que le module d'élasticité du matériau est de nouveau considéré constant lors des applications afin de simplifier les équations et de rester sur une formulation analytique du problème.

$$P(t) = 1 - \exp\left[-2 \left(\frac{E\alpha}{(1-\nu)\sigma_0}\right)^m \int_{\substack{\Omega \text{ pour} \\ T_0 - T(z,t) \geq 0}} (T_0 - T(z, t))^m dV\right] \quad (97)$$

A partir des formulations de la probabilité de rupture et de la contrainte équivalente maximale en régime transitoire, la valeur du volume équivalent peut être exprimée et calculée au cours du temps selon l'Eq. (98).

$$V_{eq}(t) = \int_{\substack{\Omega \text{ pour} \\ T_0 - T(z,t) \geq 0}} \left[\frac{T_0 - T(z, t)}{\max(T_0 - T(z, t))} \right]^m dV \quad (98)$$

Plusieurs cas de calcul ont été réalisés et ont pu mettre en évidence différentes variations de la probabilité de rupture en fonction du temps. Les deux types de variations observées sont représentées sur la Figure 131 pour l'AlSi CE9F et l'alumine HTCC. Les valeurs du volume équivalent et de la probabilité de rupture sont normalisées afin de réaliser la comparaison entre les deux matériaux.

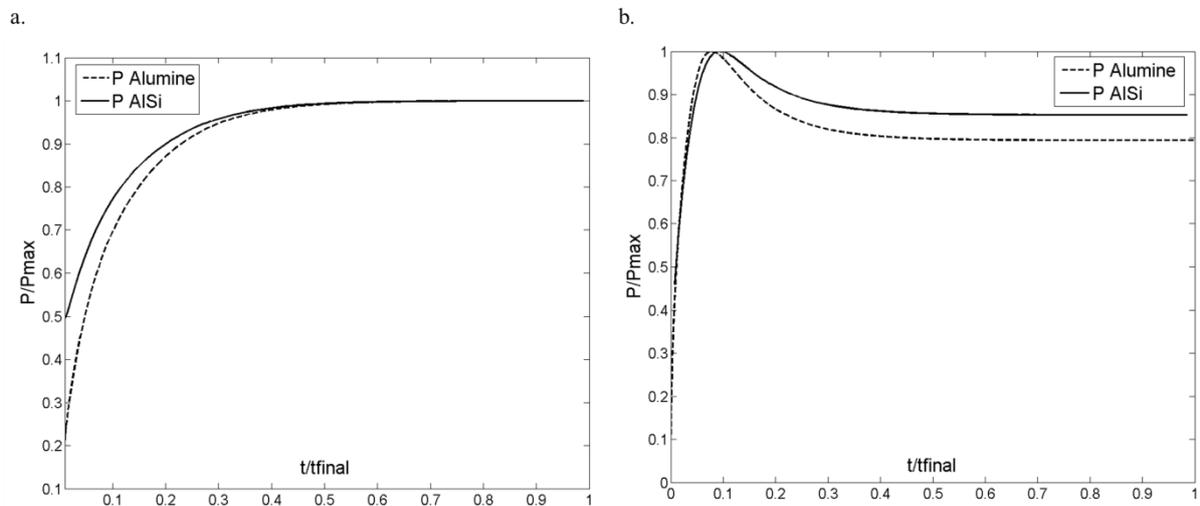


Figure 131 : Premier type de variation (a.) et second type de variation (b.) de la probabilité de rupture en fonction du temps.

La première est une variation monotone, une augmentation ou une diminution, d'une valeur initiale vers une valeur finale de la probabilité de rupture en fonction du temps. La seconde présente une augmentation de la probabilité vers une valeur maximale, puis une diminution et stabilisation vers une valeur finale. Cette seconde variation est la plus intéressante. En effet, la probabilité de rupture peut être maximale durant un état transitoire. Elle affirme que l'état thermique le plus critique pour la plaque avec les conditions limites correspondantes peut être un état de chargement thermique temporaire. La seconde variation apparaît pour les deux matériaux, malgré des propriétés thermomécaniques différentes.

5.1.3 Bilan de l'étude

L'étude en régime stationnaire a permis de constituer des abaques de dimensionnement. La probabilité de rupture de la plaque peut être calculée par rapport aux conditions thermiques et par rapport aux dimensions de la plaque. Ces dimensions impactent de manière égale la probabilité de rupture. Il est possible de déterminer le gradient de température critique à partir d'un volume et d'une probabilité de rupture définie. L'étude a démontré l'importance de considérer les variations, même faibles, des propriétés mécaniques du matériau. Ces variations influent fortement sur la valeur de la probabilité de rupture de la plaque. Il est alors nécessaire de prendre en compte toutes les variations de propriétés dans le cadre d'une démarche de dimensionnement précise.

Cette étude a également permis de mettre en évidence l'importance d'étudier les régimes thermiques transitoires dans le cadre du dimensionnement de boîtier. En effet, dans certains cas, la probabilité de rupture est maximale durant la transition d'un état thermique stable à un autre. Cela signifie que le cas thermique le plus critique pour la survie de la structure peut être un état transitoire. Dans le cas de l'AlSi CE9F, ce dernier étant un bon conducteur thermique, les états thermiques transitoires sont alors très courts. Le régime transitoire s'apparente également plus à des phénomènes de chocs thermiques en raison des conditions limites considérées.

5.II Simulations numériques d'essais de certification d'un boîtier

5.II.1 Définition du composant et hypothèses

Le boîtier en AISi CE9F a pour fonction de protéger les composants internes du milieu extérieur et de garantir une parfaite herméticité. Il existe de nombreuses géométries de boîtier, produites en très petites séries. Leurs tailles et leurs formes dépendent de la nature des objets à protéger et de leur emplacement dans la charge utile. La présente section s'intéresse à une seule géométrie.

Afin de réaliser les simulations des deux tests de qualification considérés et de simplifier certains aspects de la modélisation, les hypothèses suivantes ont été considérées pour les deux cas de simulations :

- Le chapitre 4 avait permis de valider l'utilisation du critère de rupture de Freudenthal dans la représentation du comportement à la rupture de l'AISI CE9F dans le cadre de la théorie de Weibull. Ce critère est naturellement utilisé pour les simulations numériques portant sur le boîtier.
- Les parties du boîtier réalisées en Kovar[®] ont les propriétés mécaniques correspondantes : un module d'élasticité de 138 GPa et un coefficient de Poisson de 0,317. Les propriétés thermiques du Kovar[®] leurs sont également attribuées : un coefficient de dilatation de $5,13 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, une conductivité thermique de $17,3 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ et une capacité thermique de $439 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$. La masse volumique est de $8360 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$.
- Les liaisons entre le fond et le mur et entre le mur le couvercle sont modélisées par un encastrement : tous les degrés de liberté relatifs sont supprimés entre les deux zones en contact (Interaction « Tie » dans Abaqus[®]). Les brasures ne sont donc pas représentées et leurs propriétés ne sont pas considérées.
- Le boîtier contient une grille en Kovar[®] représentant environ la moitié de la masse totale du boîtier. Elle permet de définir les compartiments des différents composants. Elle est maintenue au fond du boîtier par des goujons au niveau de son couvercle (Figure 132). Les murs du boîtier et le couvercle de la grille relié au fond en AISi CE9F bloquent les déplacements de cette dernière. Les propriétés thermomécaniques du Kovar[®] lui sont affectées.
- Certains objets, tels que la fenêtre en alumine et les goujons, faisant partie de l'assemblage ne sont pas géométriquement représentés. Leurs masses sont en revanche prises en compte. Des points de référence sont placés aux barycentres respectifs des objets et les masses correspondantes sont affectées. Les points de référence sont ensuite reliés aux surfaces de brasure entre le boîtier et les objets. L'ensemble des degrés de liberté des points de référence et des nœuds des surfaces est relié (Interaction « coupling » dans Abaqus[®]). L'inertie de ces objets est alors prise en compte pour le calcul de la probabilité de rupture.
- Les goujons en Kovar[®] sont des constituants permettant de relier le couvercle de la grille en Kovar[®] avec le fond du boîtier en AISi CE9F. Ils sont modélisés par des éléments ressorts avec la raideur du goujon en Kovar[®] (Figure 132). Les éléments ressorts sont reliés à deux points de références. L'un est rattaché au fond en AISi CE9F et le second au couvercle de la grille en Kovar[®].

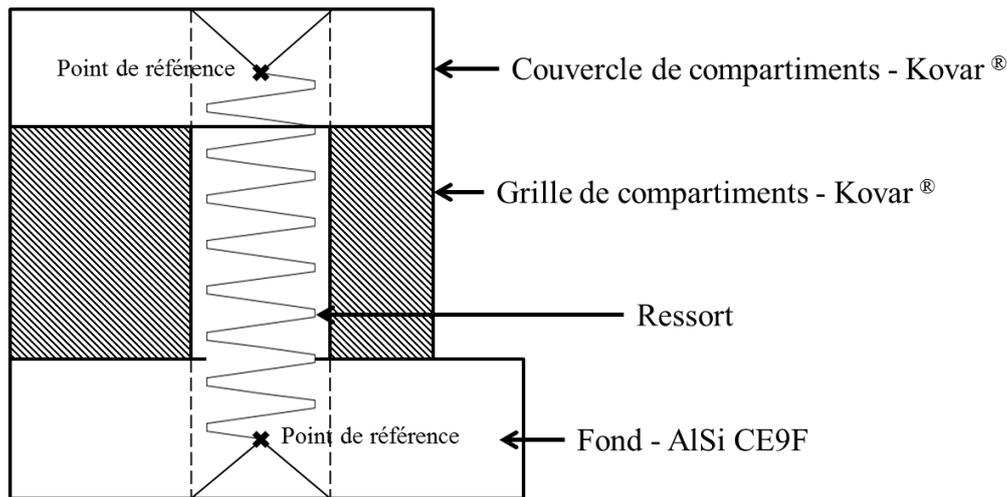


Figure 132 : Schématisation de la modélisation des goujons en Kovar®.

Des hypothèses supplémentaires, propres à chaque cas de calcul considéré, sont aussi prises en compte et explicitées dans les sections correspondantes.

5.II.2 Simulation d'un cas thermomécanique

Cette section s'intéresse à l'étude de la probabilité de rupture du boîtier soumis à un chargement thermique. Il s'agit de variations cycliques entre -50°C et 125°C . L'étude de la plaque en régime transitoire dans la section 5.I.2.3, a permis de constater que dans certaines configurations, thermiques la probabilité de rupture peut être maximale pendant la période de transition. Il est alors nécessaire, dans une démarche de dimensionnement, de considérer les régimes thermiques transitoires et de calculer les évolutions de la probabilité de rupture au cours du temps. C'est pourquoi la présente section s'intéresse à la variation au cours du temps de la probabilité de rupture entre deux états thermiques correspondant aux paliers isothermes des cycles thermiques à -50°C et 125°C .

5.II.2.1 Hypothèses spécifiques aux cas thermiques

La mise en données des simulations du comportement du boîtier soumis à un chargement thermique s'appuie sur l'ensemble des conclusions issues du chapitre 3 sur la caractérisation mécanique de l'AlSi CE9F, sur celles du chapitre 4 portant sur les simulations sur l'AlSi CE9, et sur les recommandations de la section 5.I.2.3. Elles sont, dans le cadre de cette section, les différents choix et hypothèses de la mise en données des simulations numériques.

- Les paramètres de Weibull de l'AlSi CE9F semblent être constants dans le cadre d'une variation monotone de température.
- L'étude sur les effets des cycles thermiques avait montré que les valeurs de ces mêmes paramètres évoluent en fonction du nombre de cycle. La résistance à la rupture de l'AlSi CE9F s'améliore avec le nombre de cycle jusqu'à tendre vers une valeur limite. Dans le souci d'une démarche de dimensionnement, les valeurs des paramètres de Weibull les plus faibles sont utilisées dans cette section, c'est-à-dire les valeurs identifiées à température ambiante.
- La variation du module d'élasticité de l'AlSi CE9F en fonction de la température a été observée dans le chapitre 3. Bien qu'elle soit faible, la section 5.I.2.2 recommande de la prendre en compte pour le calcul de la probabilité de rupture.
- Lors de l'étude en régime transitoire, la valeur des coefficients d'échange convectif entre le boîtier et l'étuve est fixée à $50 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ [153].

- La température externe évolue progressivement à la vitesse de $20^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ afin de représenter au mieux les cycles thermiques.

La mise en donnée cherche à reproduire les variations de température lors des cycles thermiques du boîtier. Ce dernier est initialement à 20°C , correspondant à la température de référence. La température augmente jusqu'à 125°C et elle est maintenue à cette valeur pendant 900 s. Il s'agit d'un temps correspondant à la durée théorique des paliers lors des cycles thermiques. La température diminue ensuite jusqu'à -50°C avec une vitesse de $20^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$. Un second palier de 300 s à -50°C est réalisé. La simulation se termine par une augmentation de la température jusqu'à 125°C . Le modèle numérique représente alors la consigne en température d'un cycle complet entre -50°C et 125°C avec néanmoins des temps de paliers réduits (Figure 133).

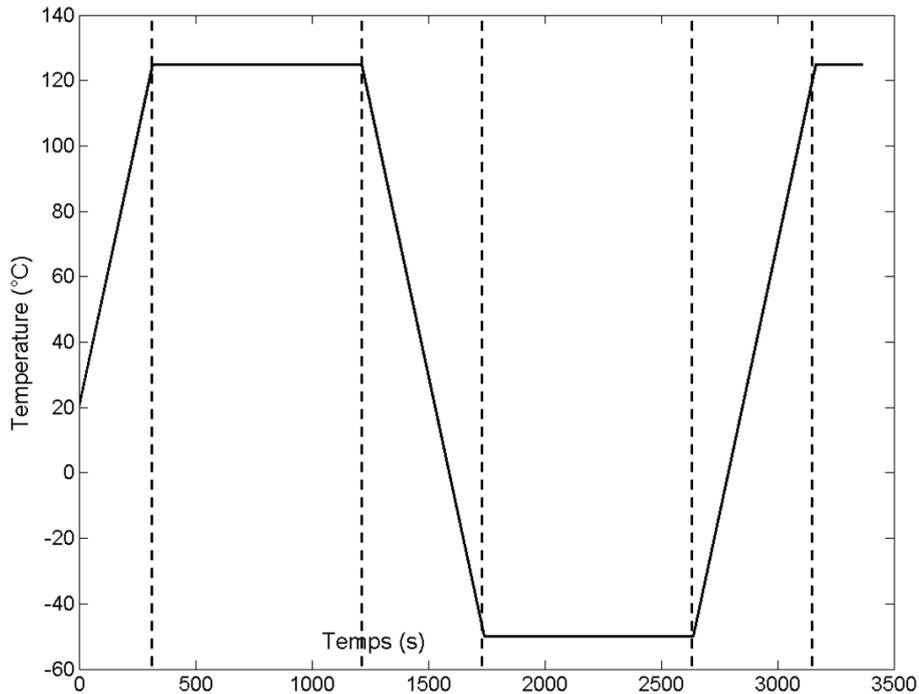


Figure 133 : Variations de la température en fonction du temps modélisées par le modèle des cycles thermiques.

5.II.2.2 Evolution de la probabilité de rupture en fonction du temps

La Figure 134 présente l'évolution de la probabilité de rupture du boîtier en fonction du temps pour le cycle thermique simulé.

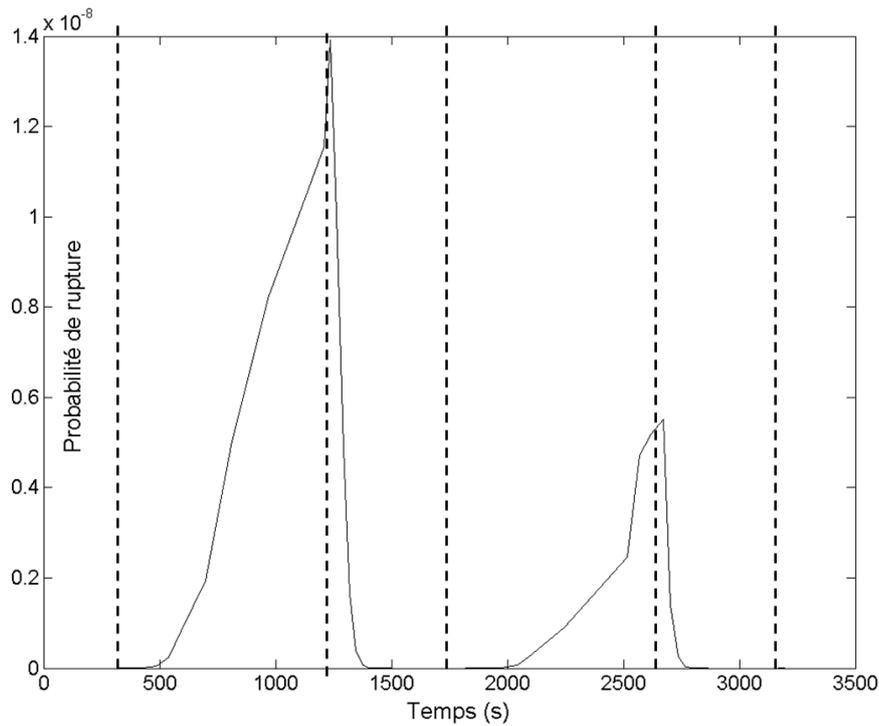


Figure 134 : Evolution de la probabilité de rupture en fonction du temps pour la modélisation d'un cycle thermique.

La Figure 134 montre que la probabilité de rupture est maximale lorsque l'ensemble du boîtier est à la température uniforme de 125°C. Cela correspond à l'instant où la dilatation thermique est maximale. La probabilité de rupture est minimale lorsque le boîtier a une température uniforme de 20°C. Les résultats montrent qu'il n'existe pas d'instant, compris entre les deux paliers à température constante, où la probabilité de rupture serait maximale. Le dimensionnement du boîtier peut être à priori réalisé à partir du champ de contraintes calculé pour le palier à 125°C. A noter que la probabilité de rupture n'est pas constante lors des paliers. En raison de la formulation exponentielle de la loi de Weibull, une légère variation de la valeur de la contrainte maximale influe sur la valeur de la probabilité de rupture. La Figure 135 montre que la contrainte équivalente maximale est presque stabilisée lors des paliers alors que l'ensemble des éléments du boîtier est à la température du palier. Ces légères variations sont probablement le résultat d'un effet numérique issu de la mise en données, notamment en raison des non-linéarités des contacts.

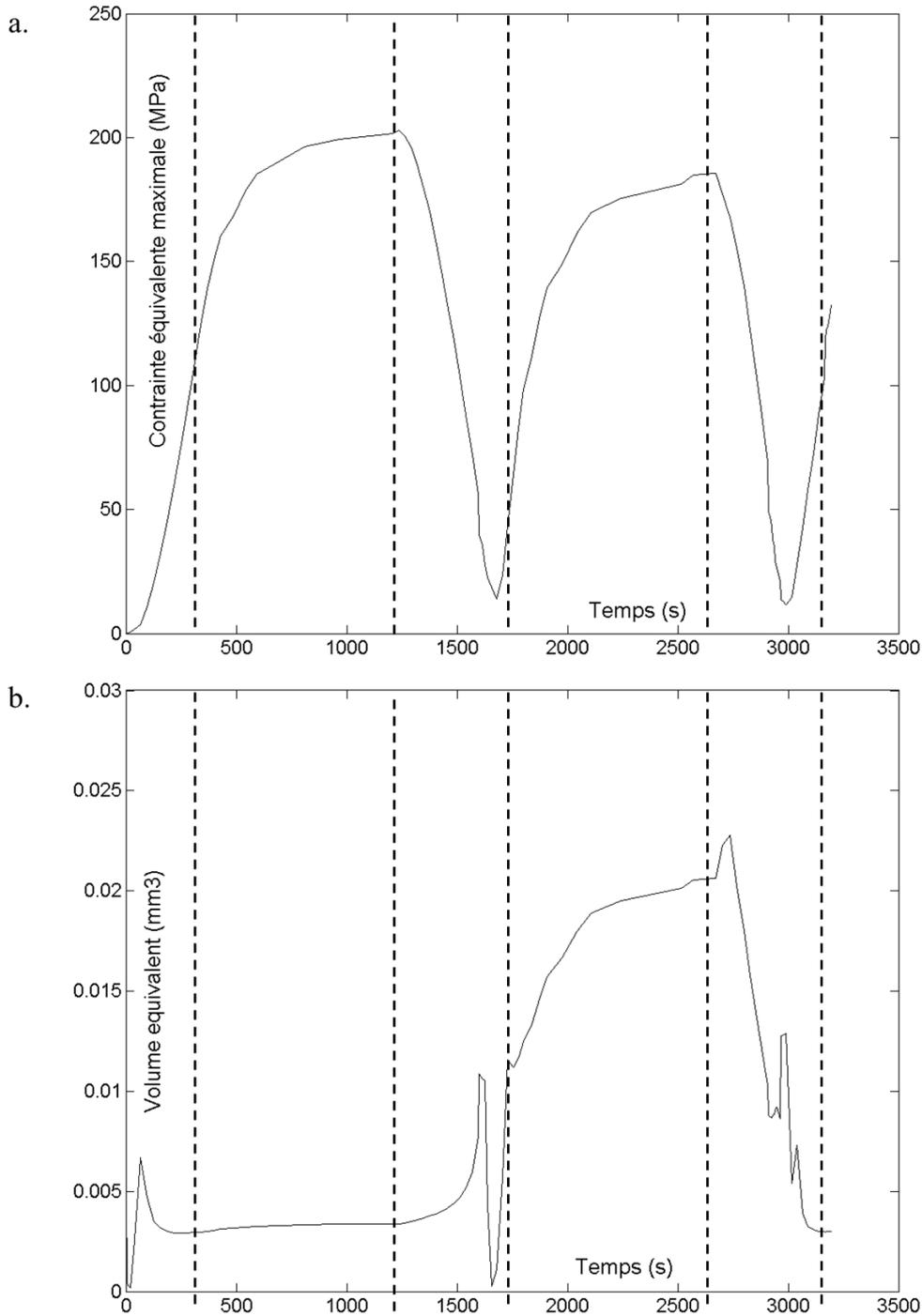


Figure 135 : Evolution de la contrainte équivalente maximale (a.) et du volume équivalent (b.) au cours du temps pour la modélisation d'un cycle thermique.

La Figure 135 présente les variations de la contrainte équivalente maximale et du volume équivalent au cours du temps. Elle montre alors que la valeur de la contrainte équivalente maximale est minimale lors des périodes de descente et de montée en température, notamment lorsque la majorité du boîtier est à une température proche de la température de référence.

Bien que la probabilité de rupture à -50°C soit négligeable devant celle calculée à 125°C , $5,2 \cdot 10^{-9}$ contre $1,4 \cdot 10^{-8}$, la contrainte équivalente maximale a le même ordre de grandeur durant les deux paliers isothermes, environ 202 MPa à 125°C et 185 MPa à -50°C . Le champ de contrainte est en revanche différent et explique la différence notable en termes de probabilité de rupture. Les

contraintes de traction sont majoritairement présentes sur la surface interne du fond en AlSi CE9F à -50°C et elles sont présentes sur la surface externe à 125°C.

Ces disparités sont le fait de la différence de coefficient de dilatation des constituants du boîtier. Le Kovar® se dilate moins que l'AlSi CE9F. Pour une température négative, le fond en AlSi CE9F va chercher à se contracter. Le Kovar® bloque cette contraction au niveau des brasures et génère des contraintes de traction sur la surface où les brasures sont présentes, c'est-à-dire la surface interne. Pour une température positive supérieure à la température de référence, le fond en AlSi se dilate plus que le Kovar®. Les contraintes de traction vont être présentes sur la surface externe, la plus éloignée du Kovar®. Néanmoins, la présence des goujons affecte en partie la répartition des contraintes.

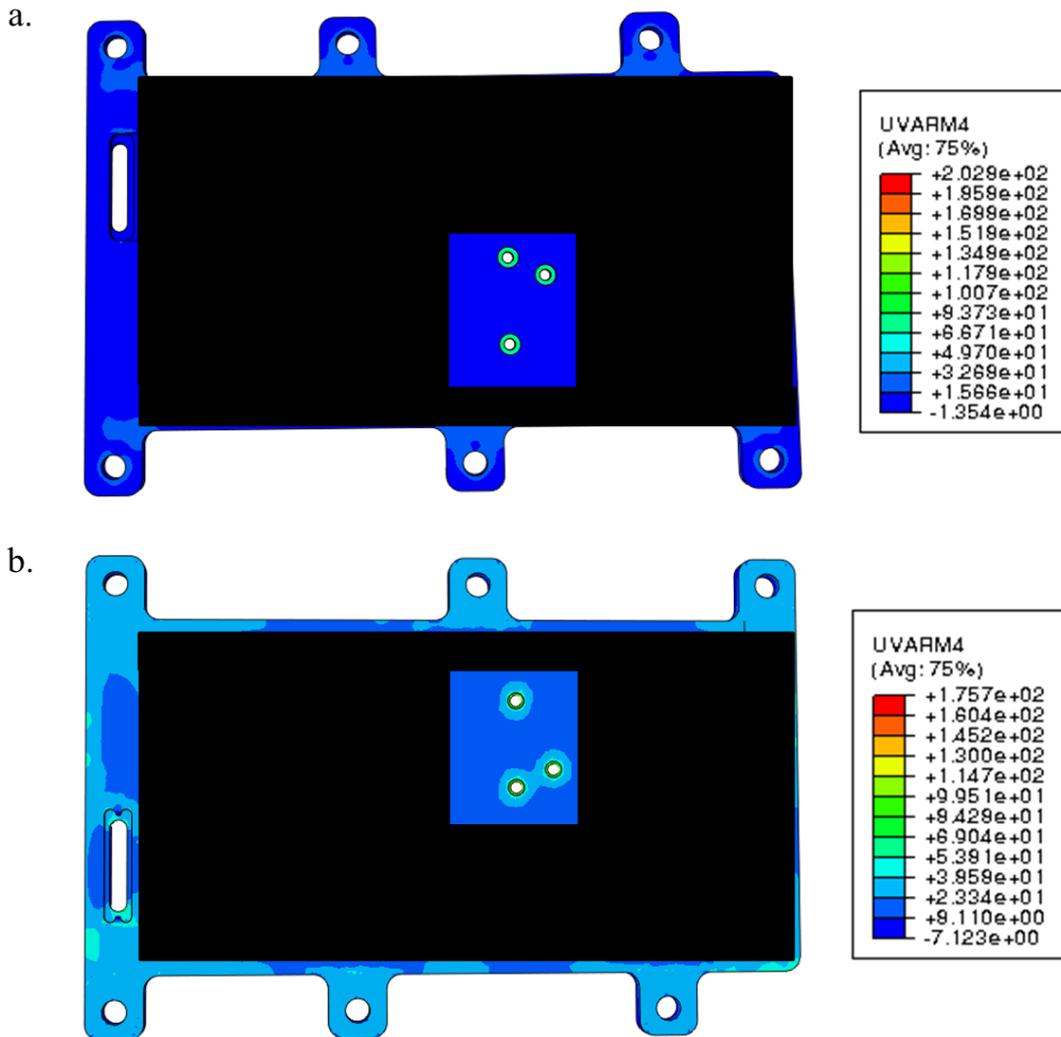


Figure 136 : Cartographie de la contrainte équivalente (UARM4) sur le fond en AlSi CE9F à $t=1237$ s, face externe (a.) et $t=2620$ s, surface interne (b.)

La Figure 136 permet de constater que les contraintes de traction présentes dans le fond en AlSi CE9F se concentrent autour des goujons durant les deux paliers. Le modèle numérique surestime les valeurs des contraintes autour des goujons en raison de la présence des éléments ressorts. Le choix de mise en données de ces éléments du boîtier est conservatif. La probabilité de rupture est alors par conséquent surestimée.

La Figure 135b présente les variations de la valeur du volume équivalent du boîtier au cours du cycle thermique. Sa valeur évolue lorsque la position de la contrainte équivalente maximale change

suivant les déformations thermomécaniques. Cette position se concentre à chaque instant autour d'un goujon, tel que le présente la Figure 136.

Pour conclure, la probabilité de rupture prend à chaque instant des valeurs très faibles, voire quasi-nulles. La modélisation numérique suggère qu'aucune rupture n'apparaîtra lors des cycles thermiques. Cela concorde avec les retours d'expérience industrielle où aucun boîtier n'avait rompu lors de l'essai de qualification par cycles thermiques. Le modèle numérique n'est pas mis en défaut par les résultats expérimentaux malgré les hypothèses de la mise en données et les durées courtes des temps de palier. L'absence de données expérimentales supplémentaires ne permet cependant pas de valider d'avantage le modèle.

5.II.3 Simulation du comportement sous sollicitation dynamique

Durant sa phase de qualification, le boîtier est soumis à des essais de chocs. Il s'agit d'un essai demi-sinus uniaxe à 2000 et 3000 g en 0,3 ms avec le boîtier fixé à un support en aluminium au niveau de ses pattes de fixations, par des vis en titane. Le support est projeté par des pistons et la vitesse est contrôlée afin de représenter l'accélération voulue. Des capteurs sont placés sur le support près du boîtier afin de mesurer l'accélération induite.

Les résultats des phases de qualification ont montré que pour une certaine géométrie de boîtiers, ces derniers résistaient aux essais de choc d'amplitude 2000 g, c'est-à-dire qu'il n'y a aucune apparition de fissure. Des fissures ont néanmoins été observées au niveau des brasures AlSi CE9F – Kovar[®] et l'herméticité du composant était partiellement perdue. Avec une amplitude de 3000 g, l'ensemble des boîtiers expérimentés ont eu des fissurations importantes avec une perte totale de l'herméticité. D'un point de vue probabiliste, cela signifie que la probabilité de rupture du boîtier dans la configuration d'essai à 3000 g serait potentiellement proche de 1. Par corollaire, la probabilité de rupture pour une valeur d'accélération de 2000 g est suffisamment faible pour qu'aucune rupture ne soit visible par l'expérience. Le peu de retour d'expérience ne permet pas de préciser d'avantage les valeurs expérimentales.

5.II.3.1 Hypothèses spécifiques au cas dynamique

Les hypothèses de la section 5.II.1 sont de nouveau prises en compte avec l'ajout d'hypothèses supplémentaires spécifiques à la mise en données du cas de calcul en dynamique.

- Le support en aluminium est épais. Il est alors considéré dans la simulation comme un corps rigide et modélisé par une plaque.
- Les vis de fixation sont modélisées par des corps volumiques. Les propriétés du titane de nuance TA6V sont appliquées à ces éléments.
- Le champ de contraintes au niveau des contacts entre la tête de vis et le Kovar[®] est calculé par la méthode d'approximation des multiplicateurs de Lagrange autorisant une interpénétration des différents éléments dans les zones de contacts (« Hard contact » dans Abaqus[®]). Une valeur de coefficient de frottement de 0,2 est affecté.
- Les vis de fixation sont reliées au support par un encastrement : tous les degrés de liberté relatifs sont supprimés entre les deux zones en contact (Interaction « Tie » dans Abaqus[®]). L'effort de serrage n'a pas été représenté.
- Le modèle de Weibull de l'AlSi CE9F a été déterminé et validé dans une approche quasi-statique. Il est ici utilisé dans une approche dynamique. La comparaison entre les résultats des simulations et les retours d'expérience permettront une première validation du modèle dans ce type d'approche de modélisation.
- Le modèle est directement piloté par une accélération en demi-sinus, appliquée au point de référence du support rigide. Sa valeur correspond à celle qui a été mesurée lors des essais.

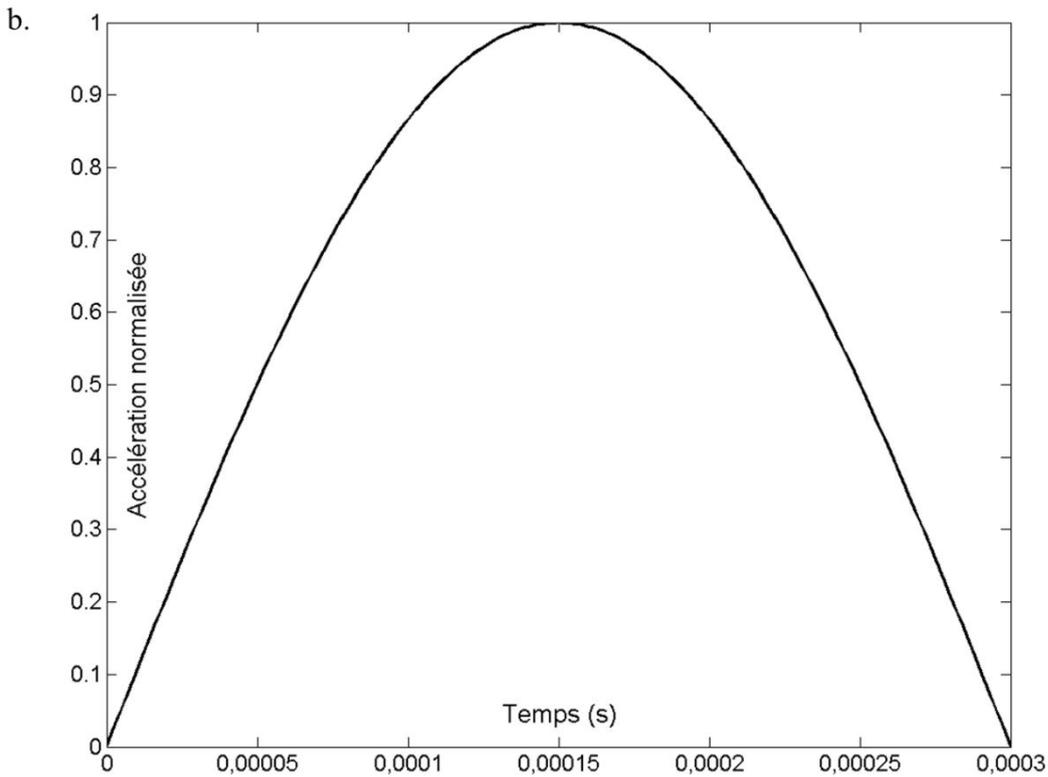
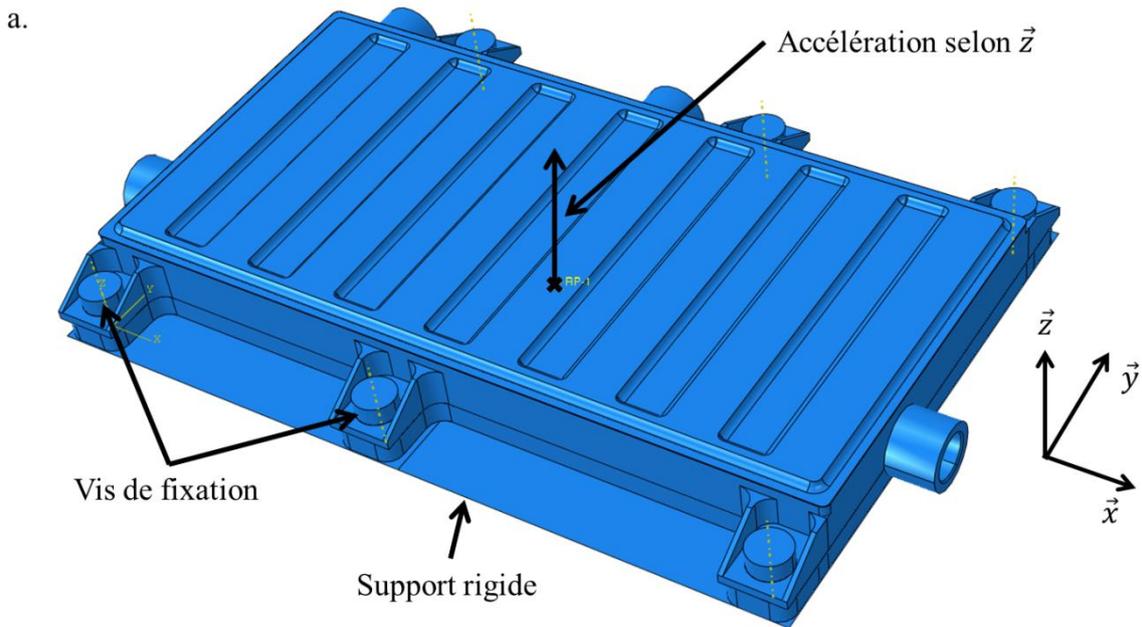


Figure 137 : Modélisation de l'essai de choc sur boîtier en AISi CE9F et Kovar[®] (a.) et représentation de la variation de l'accélération au cours du temps (b.).

5.II.3.2 Evolution en fonction du temps de la probabilité de rupture

La probabilité de rupture est représentée en fonction du temps sur la Figure 138 pour des valeurs d'accélération de 2000, 2500 et de 3000 g. Elle atteint la valeur de 1 pour 2500 et 3000 g. La courbe d'évolution de la probabilité de rupture à 2000 g permet de déterminer l'instant où elle atteint sa valeur maximale.

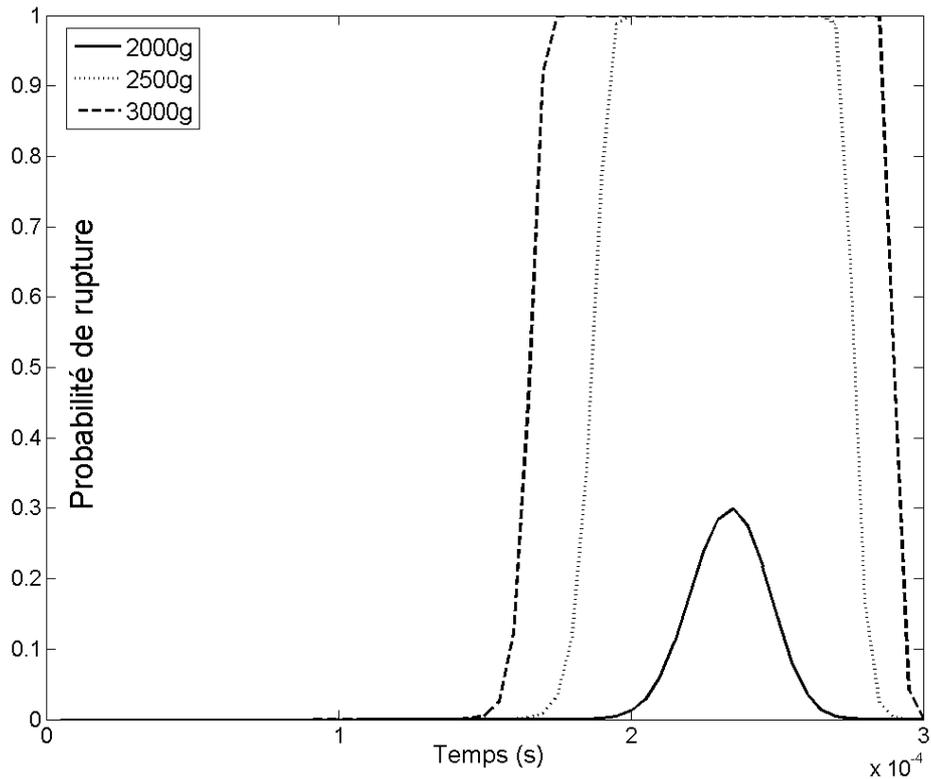


Figure 138 : Evolution de la probabilité de rupture en fonction du temps pour des accélérations de 2000, 2500 et 3000 g.

Sur la Figure 138, la probabilité de rupture du boîtier sous une accélération de 2000 g, augmente et atteint sa valeur maximale de 30% autour de 0,235 ms, soit 0,085 ms après l'instant où l'accélération est maximale. Elle diminue après ce maximum vers une valeur quasi-nulle.

La Figure 139 présente la répartition spatiale de la contrainte équivalente de Freudenthal sur le fond élaboré en AlSi CE9F. La contrainte est maximale au niveau des goujons à l'instant 0,235 ms quelle que soit la valeur de l'accélération imposée.

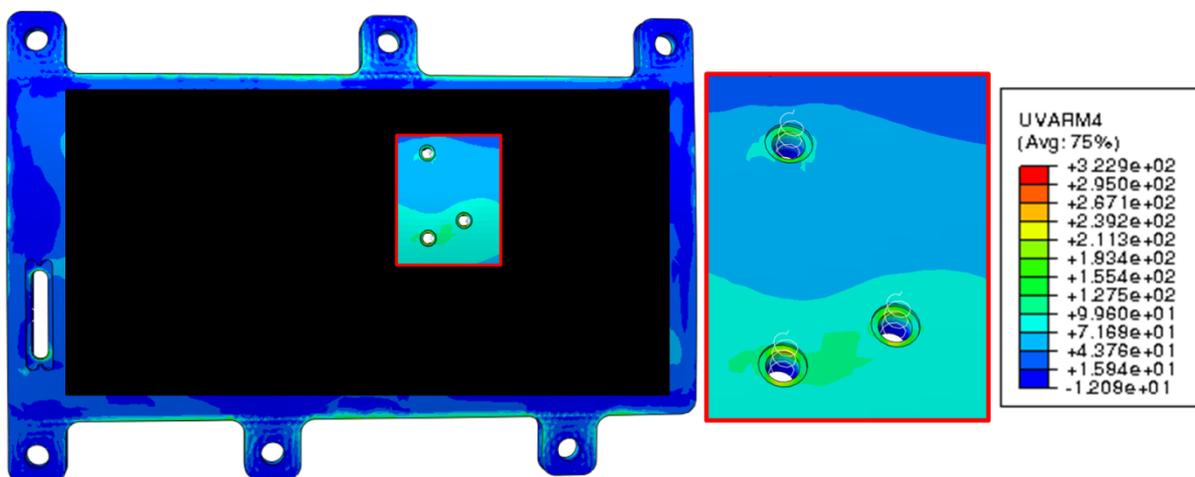


Figure 139 : Cartographie de la contrainte équivalente (UARM4) sur le fond en AlSi CE9F à l'instant 0,235 ms pour une amplitude d'accélération de 2000 g.

Les contraintes se concentrent également à cet instant, dans une moindre mesure, au niveau des pattes de fixation, qui résistent à la sollicitation d'accélération. La probabilité de rupture est calculée à partir de la valeur de la contrainte équivalente maximale et du volume équivalent. Leurs variations respectives au cours du temps pour une valeur d'accélération de 2000 g sont représentées sur la Figure 140.

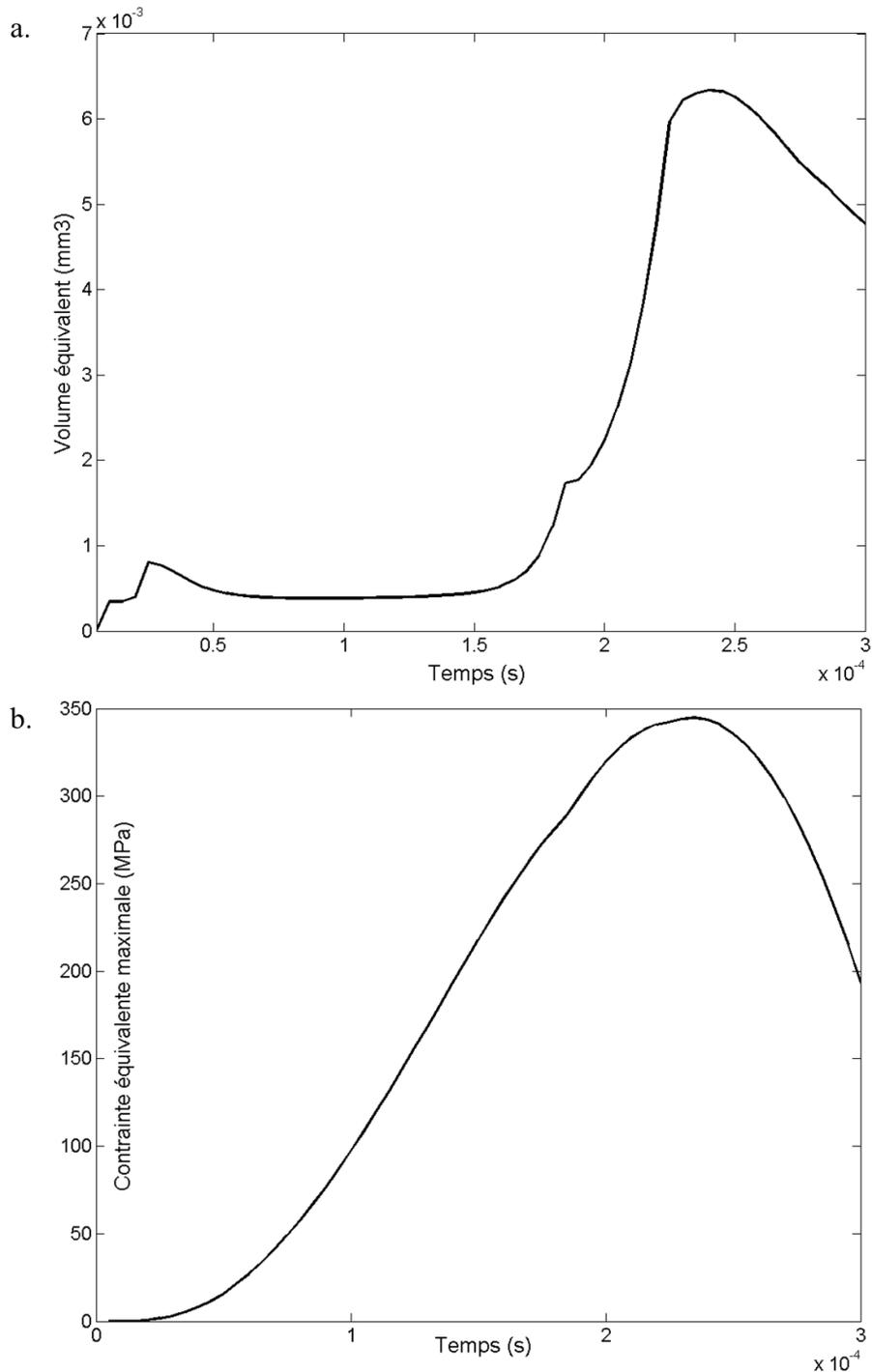


Figure 140 : Variations du volume équivalent et de la valeur maximale de la contrainte équivalente au cours du temps pour une amplitude d'accélération de 2000 g.

La contrainte équivalente atteint son maximum à 0,235 ms puis diminue de manière monotone. En revanche, le volume équivalent varie au cours du temps de manière moins régulière. Cela est probablement dû à sa formulation. En effet, il dépend des valeurs du champ de contrainte et

notamment de sa valeur maximale. Or, la position de la contrainte maximale évolue lors de l'essai. Elle est, dans un premier temps, maximale au niveau des pattes de fixation. Puis les contraintes se concentrent progressivement autour des goujons. Les variations de la valeur du volume équivalent correspondent à un déplacement de la position de la valeur de contrainte maximale. En reliant les graphes de la Figure 140 avec la Figure 138, on peut constater que la probabilité de rupture est maximale lorsque la contrainte équivalente et le volume équivalent atteignent leurs valeurs maximales respectives.

5.II.3.3 Courbe de Weibull en fonction de l'amplitude d'accélération

Les résultats précédents ont montré que la probabilité de rupture est maximale au temps 0,235 ms quelle que soit la valeur imposée. Il est alors possible de tracer une courbe de Weibull représentant la probabilité de rupture à 0,235 ms en fonction de la valeur maximale d'accélération imposée. Cela permet de déterminer la valeur critique d'accélération pour laquelle la probabilité de rupture dépasse une valeur seuil pour cette géométrie de boîtier.

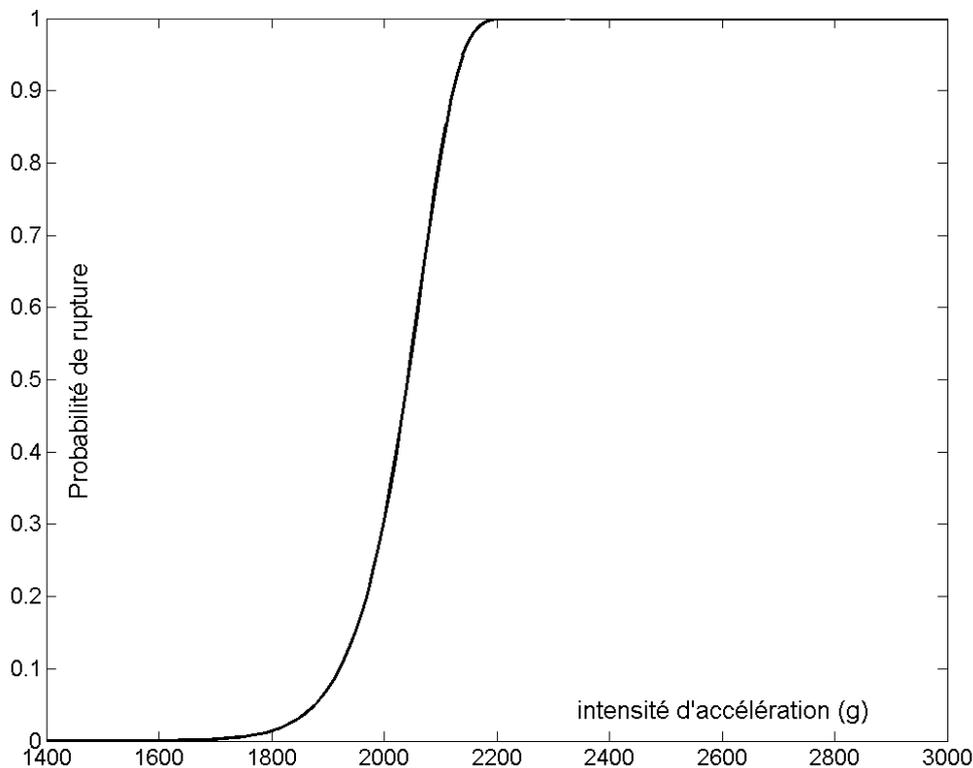


Figure 141 : Probabilité de rupture du boîtier en fonction de l'amplitude d'accélération imposée.

Les retours d'expériences industriels avaient suggéré que la probabilité de rupture pour une accélération de 3000 g est de l'ordre de 1. En effet, cinq boîtiers avaient été testés et l'intégralité a rompu. Pour une amplitude d'accélération de 2000 g, aucun des cinq boîtiers testés n'avait rompu. Certains présentaient néanmoins une perte de l'herméticité, mise en évidence par un test de fuite. Une investigation plus approfondie a démontré que les brasures présentaient des fissures importantes. Les résultats de la Figure 141, confrontés avec ces retours d'expérience, montrent que le modèle numérique est cohérent avec ces observations, même si la représentativité ne peut être assurée avec si peu de données expérimentales

Le faible nombre de retour d'expérience ne permet pas de constituer une loi de Weibull expérimentale de la même manière que dans le chapitre 3 sur les éprouvettes normalisées. Il est alors impossible de valider définitivement le modèle numérique pour la représentation des chocs mécaniques.

5.II.3.4 Critiques et limites du modèle numérique

La Figure 139 montre que la contrainte équivalente est maximale autour des goujons. Ces derniers sont directement reliés à la grille en Kovar[®], correspondant à la moitié de la masse totale mise en jeu. Les goujons ont été modélisés par des ressorts. Les valeurs de contraintes équivalentes autour des goujons dans l'AlSi CE9F dépendent fortement de ce choix de mise en données. Un autre choix de modélisation modifiera les valeurs de contraintes calculées et donc la valeur de la probabilité de rupture. Or, les ruptures observées sur les boîtiers sous une accélération de 3000 g sont majoritairement présentes au niveau des pattes de fixation, tel que le présente la Figure 142.

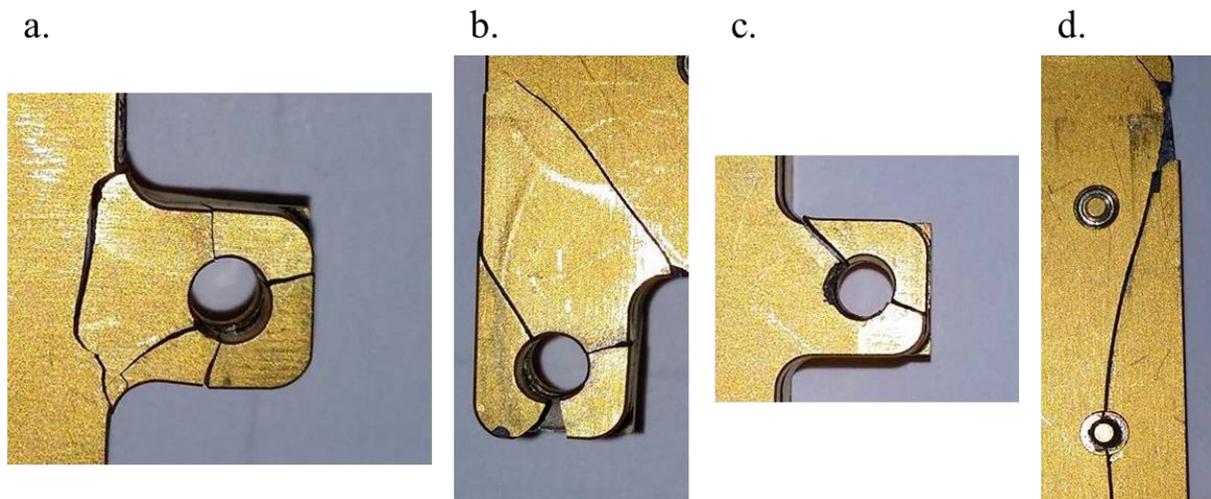


Figure 142 : Images de fissuration dans l'AlSi CE9F sur un boîtier après un choc sous une accélération de 3000 g.

Les Figure 142a, b et c présentent une fissuration au niveau du perçage des pattes de fixation, avec parfois l'apparition de fissures dans le rayon de raccordement entre la patte et le fond du boîtier (Figure 142a et b). Une fissure importante amorcée au niveau d'un goujon a été observée (Figure 142d) mais il s'agit d'un seul goujon sur un boîtier. Cela sous-entend que la contrainte équivalente est expérimentalement maximale aux fixations. Cependant, les simulations numériques affirment que la position de la contrainte équivalente maximale évolue au cours de l'essai mais elle se maintient toujours autour d'un goujon. Il y a alors une contradiction entre l'expérience et le modèle numérique. Cette différence s'explique par le choix de mise en données des goujons, déformant le champ de contrainte. La condition numérique de « couplage » entre les points de référence des goujons et la surface de l'AlSi CE9F rigidifie localement le fond du boîtier au niveau des trous, ce qui accroît le champ de contrainte dans les zones en contact avec les goujons. De plus, le support a été modélisé par un corps rigide, ce qui influe probablement sur le champ de contrainte obtenu.

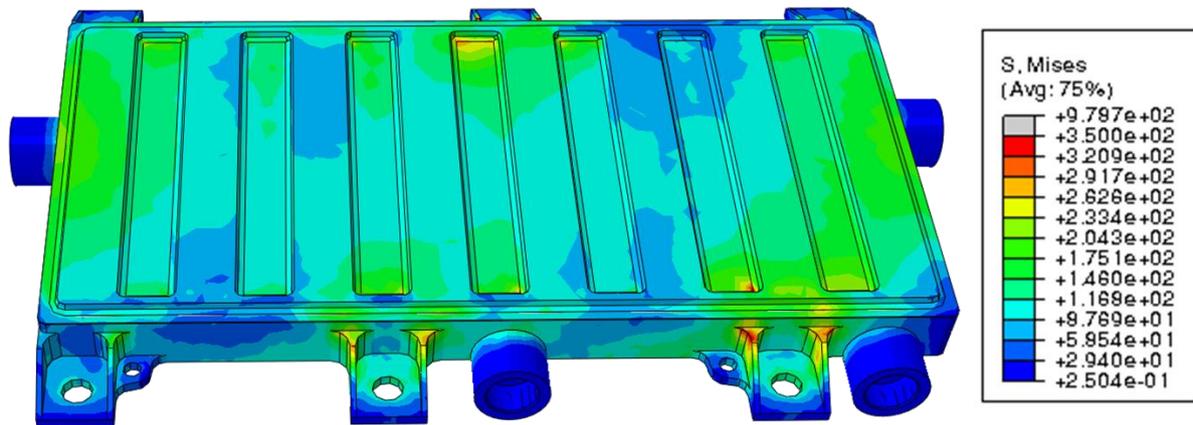


Figure 143 : Cartographie du critère de Von Mises sur l'ensemble de la géométrie du boîtier pour une valeur d'accélération de 3000 g.

La Figure 143 montre la présence de concentrations de contrainte au niveau des parties constituées de Kovar[®], précisément sur le couvercle et au niveau des pattes de fixations. Il est intéressant de constater que les raidisseurs en Kovar[®] des pattes de fixation ont des valeurs de contraintes de Von Mises de l'ordre de 380 MPa à 3000 g et de 280 MPa à 2000 g. Or, la limite d'élasticité théorique de ce matériau se situe autour de 345 MPa [154]. Les valeurs étant très proches, il est donc probable que le Kovar[®] des raidisseurs évolue en réalité dans son domaine plastique pour une intensité d'accélération de 3000 g, entraînant une légère modification du champ de contrainte dans le fond en AlSi CE9F.

Ce changement de comportement en prenant en compte le domaine plastique du Kovar[®], aura un impact sur la rigidité des parties constituées en Kovar[®] et donc sur les valeurs du champ de contrainte. La probabilité de rupture du boîtier sera ainsi impactée.

Les propriétés mécaniques de la brasure n'ont pas été représentées dans la modélisation. Celle-ci indique que les contraintes de traction à l'interface ont une valeur moyenne de 190 MPa à 3000 g et 120 MPa pour une amplitude d'accélération de 2000 g. Dans un souci de dimensionnement, il faudra s'assurer que la résistance mécanique de la brasure est suffisante pour supporter ce niveau de contrainte. Les retours d'expériences industriels ont démontré une perte de l'herméticité du boîtier à cause de la fissuration des brasures pour une intensité d'accélération de 2000 g.

Les vis de fixations en titane TA6V supportent des niveaux de contraintes élevés de l'ordre de 520 MPa pour une amplitude d'accélération de 3000 g, bien en dessous de la limite d'élasticité du matériau (840 MPa [155]). Le matériau des vis évolue donc dans son domaine élastique. Le modèle numérique est alors cohérent sur la déformation des vis de fixation. Cette dernière est importante à représenter fidèlement car elle impacte directement le champ de contrainte dans les pattes de fixation en AlSi CE9F. Le modèle numérique ne tient pas compte en revanche de l'effort de serrage ainsi que des concentrations de contrainte pouvant au niveau des filets.

Enfin, le fait de considérer le support du boîtier en tant que corps rigide tend à augmenter les valeurs des contraintes présentes. Par ses différentes hypothèses, le modèle est alors conservatif. Il surestime la probabilité de rupture par rapport à la réalité expérimentale. Il montre cependant la grande sensibilité de l'expérience autour de 2000 g (une augmentation de 10% de l'accélération peut faire passer d'une probabilité de rupture quasi-nulle à une probabilité proche de 1), nécessitant potentiellement de réaliser un grand nombre d'expériences pour certifier la structure du boîtier.

5.III Synthèse sur le chapitre

La première section du chapitre a été consacrée à l'étude d'une plaque encastree soumise à un gradient de température. Il s'agit d'une schématisation du fond en AISi CE9F du boitier dans le cadre de variation thermique. La probabilité de rupture de la plaque peut être déterminée à partir des différents paramètres et des abaques de probabilité de rupture peuvent être constitués en fonction des températures de surface de la plaque. L'étude en régime stationnaire a permis de mettre en évidence l'importance de considérer les dépendances en température des propriétés du matériau pour le calcul de la probabilité de rupture. En effet, la faible variation du module d'élasticité de l'AISI CE9F en fonction de la température impacte de manière significative la probabilité de rupture. Dans le cadre d'une démarche de dimensionnement en robustesse, il est nécessaire de considérer toutes les variations de propriétés des matériaux afin d'éviter une sous-estimation de la probabilité de rupture.

L'étude en régime transitoire a mis en évidence un phénomène intéressant. La probabilité de rupture de la structure peut être maximale lors de la phase transitoire et supérieure à celle obtenue aux instants initial et final. Le dimensionnement robuste de la structure doit être ainsi réalisé à partir de cet instant qu'il faut préalablement déterminer.

Le phénomène d'apparition d'une probabilité de rupture maximale lors d'une transition thermique n'a pas été observé lors des simulations des cycles thermiques sur la géométrie du boitier. Le cas le plus dimensionnant, c'est-à-dire où la probabilité de rupture est maximale, correspond à l'état ayant le plus de dilatation thermique. Le modèle affirme également que la probabilité de rupture reste faible durant les variations thermiques et qu'aucune rupture ne peut apparaître, ce qui concorde avec les retours d'expériences industriels.

La dernière étude a été consacrée aux chocs mécaniques sous accélération en demi-sinus du boitier. Bien que les données expérimentales soient peu nombreuses, une concordance entre la simulation numérique et les résultats expérimentaux a été constatée. Une probabilité de rupture de 1 a été numériquement calculée pour une accélération de 3000 g et une valeur de 30% a été obtenue pour une accélération de 2000 g. Cela correspond aux résultats des phases de qualification : l'ensemble des cinq boitiers testés rompt à 3000 g et aucun à 2000 g. Des pertes d'herméticité sont néanmoins constatées à 2000 g. La simulation indique également que la probabilité de rupture n'est pas négligeable à 2000 g et que les fissures peuvent apparaître au niveau des brasures. Une forte contradiction existe cependant entre les résultats. Les ruptures sont expérimentalement observées au niveau des pattes de fixations du boitier mais les simulations numériques indiquent que les contraintes sont maximales au niveau des goujons. Cette différence est probablement due aux choix de la mise en données, notamment sur la modélisation des goujons. La simulation numérique considère les goujons comme des éléments ressorts, ce qui accroît les valeurs du champ de contrainte dans les zones en contact avec ses derniers. Le modèle est alors conservatif et surestime la probabilité de rupture. Il réussit néanmoins à concorder avec les résultats expérimentaux.

Le modèle numérique peut être amélioré sur différents points afin de mieux rendre compte de la réalité expérimentale. Il n'existe pas de comparaison quantitative qui permettrait d'assurer la pertinence du modèle numérique pour représenter une sollicitation dynamique. Les données expérimentales disponibles ne permettent pas néanmoins d'infirmer le modèle.

Conclusion

Conclusions et perspectives sur l'étude de l'alliage AlSi CE9F

Des séries d'essais de flexion quatre points et trois points ont été réalisées sur l'AlSi CE9F. Elles ont contribué à la constitution du modèle de Weibull de ce matériau. Les effets de volume décrits par la théorie du modèle de Weibull ont été mis en évidence, validant l'approche probabiliste retenue pour décrire le comportement à la rupture du matériau. La loi de Weibull déterminée correspond par ailleurs à une distribution unimodale, indiquant que la rupture est conduite par un seul type de défaut critique. Les observations des faciès de rupture et de la microstructure de l'AlSi CE9F n'ont pas permis d'identifier le type défaut critique mais ont mis en évidence la présence d'impuretés riches en fer dans le domaine riche en aluminium. Elles sont généralement de petites dimensions, de l'ordre de 2 μm , et n'ont pas été associées au défaut critique de la théorie de la rupture fragile mais il est intéressant de constater qu'une impureté de grande dimension fragilise mécaniquement l'AlSi CE9F.

Les composants en AlSi CE9F sont soumis à des variations de température. La norme de l'agence spatiale européenne exige une qualification des boîtiers entre -55°C et 125°C . L'étude expérimentale s'est ainsi intéressée aux variations des propriétés mécaniques de l'alliage sur cette plage de températures. Dans un premier temps, une diminution linéaire du module d'élasticité en fonction de la température a été quantifiée ainsi que l'invariance du coefficient de dilatation thermique. Dans un second temps, l'étude s'est focalisée sur l'influence de la température sur la résistance mécanique du matériau selon deux approches. La première étudie l'influence d'une variation monotone de la température sur les paramètres de Weibull de l'AlSi CE9F. En considérant les erreurs d'estimations dues au faible nombre d'éprouvettes, il a été montré que les valeurs du module de Weibull et du paramètre de forme demeurent constantes entre -55°C et 130°C . Il n'y a alors pas d'effet significatif. La seconde approche a considéré des cycles thermiques avec une vitesse de $20^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$. Une nette augmentation de la résistance à la rupture, environ 20 MPa, avec l'accroissement du nombre de cycles a été quantifiée. Cette amélioration mécanique a pu être corrélée à des évolutions microstructurales de l'AlSi CE9F par des analyses des spectres de diffraction de rayons X. En effet, les largeurs des pics, directement liées à la microstructure, diminuent avec le nombre de cycles thermiques. Il y a alors une évolution de la microstructure de l'AlSi CE9F vers une structure plus stable et plus ordonnée, contenant moins de défauts et de microdéformations. Cela a potentiellement diminué les contraintes dans la microstructure, notamment dans la phase silicium, cette dernière définissant le comportement à la rupture du matériau. Cette évolution de la microstructure des phases en présence a probablement permis une amélioration de la résistance à la rupture de l'AlSi CE9F.

Le modèle de Weibull de l'AlSi CE9F a été intégré dans le code de calcul Abaqus avec le critère de Freudenthal. Ce dernier est basé sur le principe des actions indépendantes. L'étude du modèle a montré que la précision sur le calcul de la probabilité de rupture dépend fortement du maillage. La discrétisation suppose en effet que la contrainte équivalente de Freudenthal est uniforme sur le volume affecté aux points d'intégration. L'utilisation d'éléments à interpolation quadratique avec un maillage raffiné est alors nécessaire afin d'obtenir une estimation correcte de la probabilité de rupture d'une structure. Des séries d'essais ont été réalisées sur des éprouvettes à chargements complexes et multiaxiaux. Le critère de Freudenthal a été utilisé afin de rendre compte de l'aspect multiaxial des chargements. La comparaison des résultats issus des simulations numériques avec des résultats expérimentaux présente une estimation satisfaisante de la probabilité de rupture par le modèle

numérique. Cela permet d'affirmer que la contrainte équivalente de Freudenthal permet de représenter correctement le comportement en rupture de l'AlSi CE9F.

Le modèle a ensuite été utilisé pour l'étude d'un boîtier hybride composé en partie d'AlSi CE9F. Des essais de qualification de cycles thermiques et de chocs en demi-sinus ont été réalisés et permettent d'avoir un retour d'expériences. L'étude a été dans un premier temps consacrée aux variations thermiques. Dans un souci de simplification, le boîtier a été assimilé à une plaque encadrée à ses extrémités constituée intégralement d'AlSi CE9F. Les équations du problème en régime permanent ont permis de constituer des abaques de probabilité de rupture en fonction des températures aux limites et des dimensions de la plaque. L'étude du problème en régime thermique transitoire a souligné la possibilité d'obtenir une probabilité de rupture supérieure aux probabilités de rupture de deux états thermiques stationnaires initiaux et finaux. Ce résultat démontre que la probabilité de rupture peut être maximale durant un court instant dans le cas de chargements thermiques. Le dimensionnement des boîtiers doit alors prendre en compte ce phénomène pour éviter l'apparition de fissuration, notamment lors de chocs thermiques. Les simulations des cycles thermiques réalisées sur la géométrie réelle du boîtier n'ont en revanche pas permis de constater ce phénomène. La probabilité de rupture garde une valeur très faible au cours des variations thermiques, suggérant qu'aucune rupture du boîtier n'est possible.

Le modèle de Weibull de l'AlSi CE9F, bien que déterminé dans une configuration quasi statique, a été intégré dans une simulation du choc en demi sinus à 2000 g et 3000 g. Une probabilité de rupture de 100% est obtenue pour une accélération de 3000 g. Elle n'est que de 30% pour une intensité de 2000 g. Ces résultats numériques corroborent les retours d'expérience, à savoir une rupture brutale dans le premier cas et l'absence de rupture dans le second cas. La probabilité de rupture varie au cours de l'essai et est maximale 0,085 ms après le moment où l'accélération est maximale. Cependant, le modèle ne retranscrit pas intégralement la réalité physique, notamment en raison de certains choix de mise en données. Les ruptures expérimentales ont été constatées sur les pattes de fixation du boîtier alors que la simulation numérique présente des concentrations de contraintes au niveau des goujons. Ces derniers relient le fond du boîtier à son contenu.

Dans la perspective d'un dimensionnement et de la constitution de règles de conception, les travaux sur les simulations numériques doivent être affinés. En effet, plusieurs hypothèses ont été considérées, notamment sur les comportements mécaniques des parties en Kovar[®] et en alliage de titane. Le comportement mécanique des brasures devrait être ajouté à la mise en données pour représenter plus fidèlement le champ de contraintes dans ces zones de jonction. Des retours d'expériences supplémentaires sont également nécessaires afin de permettre une validation plus approfondie du modèle. L'étude du boîtier pourra alors être poursuivie en modifiant les géométries des différentes parties afin de diminuer sa probabilité de rupture à la fois dans le cadre des cycles thermiques et des chocs en demi-sinus. Ces modifications permettront de compléter les règles de conception sur l'utilisation de l'AlSi CE9F dans ce type de structure.

Les travaux sur la caractérisation de l'AlSi CE9F et de ses propriétés peuvent être également enrichis. Ils peuvent être poursuivis selon deux axes.

Le premier axe, expérimental, s'intéresse à l'influence de la température sur les propriétés de l'AlSi CE9F. En effet, la relation entre l'amélioration de la résistance mécanique et l'évolution microstructurale n'est pas totalement identifiée. L'étude pourra se concentrer sur l'influence de la valeur de la température et de la vitesse de variation de la température sur la résistance à la rupture du matériau. Des cycles thermiques avec des paramètres différents pourront être étudiés afin d'affiner l'influence de la vitesse de variation de température. Un premier plan d'expériences a déjà été conduit pour quantifier l'influence de la température seule sur l'évolution microstructurale de l'AlSi CE9F (Annexe A). Ce plan doit être enrichi. Il permettra de découpler les effets thermiques des phénomènes mécaniques lors des cycles thermiques. Cela amènera à suivre plus précisément l'évolution de la résistance à la rupture et de la taille moyenne des cristallites en fonction du temps et de la température de vieillissement. Une loi de type Johnson-Mehl-Avrami-Kolgomorov pourrait ensuite être constituée.

L'effet thermique des cycles sur la résistance à la rupture de l'AlSi CE9F serait alors fidèlement quantifié.

Le second axe concerne la réalisation de simulations numériques multi-échelles qui nécessitent également une caractérisation expérimentale. Les observations de la microstructure de l'AlSi CE9F ont permis d'identifier les grains des deux phases ainsi que leurs caractéristiques respectives. Ce travail peut être poursuivi afin d'affiner la connaissance des propriétés mécaniques des grains des deux phases en prenant en compte les orientations cristallines. Les résultats seraient ensuite intégrés dans une simulation numérique de la microstructure de l'AlSi CE9F. Ces simulations multi-échelles permettraient de mieux comprendre l'influence de la phase riche en aluminium sur le comportement mécanique. Ce travail permettrait au final d'analyser la répartition des contraintes au sein de la microstructure. Ces simulations apporteraient alors probablement des éléments de réponse sur la recherche du défaut critique dont l'existence est supposée dans la théorie de la rupture fragile de l'AlSi CE9F.

Les résultats des deux approches pourraient être rassemblés afin de modéliser les changements microstructuraux de l'AlSi CE9F lors de variations thermiques. Le vieillissement du matériau serait alors retranscrit dans les dimensionnements de structures sous sollicitations thermomécaniques.

Conclusions et perspectives sur l'étude d'une alumine HTCC

Des séries d'essais de flexion quatre points et trois points ont été réalisées sur l'alumine HTCC. La comparaison entre les valeurs de contraintes à la rupture en flexion quatre points et en flexion trois points a permis de mettre en évidence les effets de volume. Ces derniers ont pu être correctement représentés par le modèle théorique de Weibull. La corrélation entre ce dernier et les résultats expérimentaux est satisfaisante pour toutes les séries d'essais. Cela permet de valider l'utilisation du modèle de Weibull pour décrire le comportement à la rupture du matériau étudié et d'identifier les paramètres de Weibull nécessaires à la constitution du modèle numérique. Le comportement probabiliste de l'alumine HTCC répond également à une loi de Weibull unimodale. Cela signifie que la rupture est probablement conduite par un seul type de défaut critique.

Lors de la recherche de ce défaut critique, les observations microstructurales ont permis d'observer la présence d'impuretés. Des particules riches en tungstène ont été identifiées entre les grains d'alumine. Elles proviennent probablement des billes servant au broyage des poudres avant le frittage. Leurs petites tailles et l'absence d'amorce de rupture nette autour de ces impuretés ne permettent pas de les définir comme le défaut critique du modèle de la rupture.

Le modèle de Weibull du matériau a été également intégré dans le code de calcul Abaqus avec le critère de Freudenthal. Ce dernier a été précédemment validé sur l'AlSi CE9F par l'étude des éprouvettes technologiques. Il a alors été posé comme hypothèse que le critère de Freudenthal s'applique également à la nuance d'alumine HTCC étudiée. Le modèle constitué a permis l'étude d'une fenêtre entrée/sortie en alumine HTCC contenant des pistes conductrices en tungstène avec une géométrie complexe. Une comparaison entre les valeurs expérimentales d'effort à la rupture obtenues en flexion quatre points et la prévision numérique a été réalisée. Malgré la considération de différents paramètres pour tenter de recalibrer le modèle, ce dernier surestime la résistance à la rupture du composant. L'observation des faciès a permis de constater la présence de microfissures, potentiellement responsables de la rupture, au sein des pistes conductrices en tungstène. Cela témoigne de l'influence de ces dernières sur le comportement mécanique du composant. Or, la simulation numérique supposait que seule la résistance mécanique de l'alumine est le paramètre dimensionnant. L'étude microstructurale invalide alors le modèle numérique et démontre la complexité du comportement mécanique réel de ce composant.

L'étude de la fenêtre en alumine HTCC peut être poursuivie en étudiant plus en détail les propriétés mécaniques des domaines riches en tungstène. Les conclusions de la section 4.III.5 ont démontré l'implication forte des pistes conductrices dans le comportement en rupture. La réalisation

d'une simulation représentative passerait dans un premier temps par une meilleure connaissance des propriétés des pistes et des interfaces tungstène-alumine. Dès lors que le nouveau modèle serait enrichi puis validé, l'étude pourrait être poursuivie sur la compréhension de la rupture de la fenêtre lors des cycles thermiques.

Bibliographie

- [1] Union of Concerned Scientists, “USC Satellite Database,” 2016. [Online]. Available: <http://www.ucsusa.org/nuclear-weapons/space-weapons/satellite-database#.V0bzROSpipo>.
- [2] National Aeronautics and Space Administration, “NASA space science data coordinated Archive,” 2016. [Online]. Available: <http://nssdc.gsfc.nasa.gov/nmc/spacecraftSearch.do>.
- [3] C. Fröhlich, “Observations of irradiance variations,” *Space Sci. Rev.*, vol. 94, no. 1–2, pp. 15–24, 2000.
- [4] Thalès AleniaSpace, “Initiation aux hybrides - Document interne,” 2013.
- [5] C. E. Larsen, “NASA Experience with Pogo in Human Spaceflight Vehicles,” *OTAN*, pp. 1–23, 2008.
- [6] European Space Components Coordination, “Requirement for the process capability approval for manufacturing line of hermetic hybrid microcircuits - ESCC Basic specification N°2566000.” p. 2014.
- [7] Thalès AleniaSpace, “Qualification des technologies hybrides - Document interne.” 2015.
- [8] Thalès AleniaSpace, “Mechanical characterization of materials - Document interne,” 2010.
- [9] L. Del Castillo, J. P. Hoffman, G. Birur, T. Thiruvikraman, J. Miller, and T. R. Knowles, “Robust, reworkable thermal electronic packaging: applications in high power TR modules for space,” in *Aerospace Conference*, 2013.
- [10] D. M. Jacobson, “A new light-weight electronic packaging technology based on spray-formed silicon-aluminium,” *SMT Express*, vol. 1, no. 5, 1999.
- [11] F. Wang, B. Xiong, Y. Zhang, B. Zhu, H. Liu, and Y. Wei, “Microstructure, thermo-physical and mechanical properties of spray-deposited Si–30Al alloy for electronic packaging application,” *Mater. Charact.*, vol. 59, no. 10, pp. 1455–1457, Oct. 2008.
- [12] I. P. Polmear and D. St John, *Light Alloys - From Traditional Alloys to Nanocrystals*, vol. 2. 2006.
- [13] W. O’Mara, R. Herring, and L. Hunt, *Handbook of Semiconductor Silicon Technology*. 1990.
- [14] V. Lindroos, M. Tilli, A. Lehto, and T. Motooka, *Handbook of Silicon Based MEMS Materials and Technologies*. 2010.
- [15] M. A. Hopcroft, W. D. Nix, and T. W. Kenny, “What is the Young’s modulus of Silicon,” *J. microelectromechanical Syst.*, vol. 19, no. 2, pp. 229–238, 2010.
- [16] M. Zamani, “Al-Si Cast Alloys - Microstructure and Mechanical Properties at Ambient and

Elevated Temperature Al-Si Cast Alloys - Microstructure and Mechanical Properties at Ambient and Elevated Temperature,” Jönköping University, 2015.

- [17] S. G. Shabestari and H. Moemeni, “Effect of copper and solidification conditions on the microstructure and mechanical properties of Al-Si-Mg alloys,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 153–154, no. 1–3, pp. 193–198, 2004.
- [18] M. Zeren, “Effect of copper and silicon content on mechanical properties in Al-Cu-Si-Mg alloys,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 169, no. 2, pp. 292–298, 2005.
- [19] J. L. Murray and A. J. MacAlister, “The Al-Si (Aluminum-Silicon) System,” *Bull. Alloy phase diagrams*, vol. 5, no. 1, pp. 74–84, 1984.
- [20] S. Adolfi, D. M. Jacobson, and A. Ogilvy, “Property Measurements on Osprey Spray-Deposited Al-Si Alloys,” *Tech. Rep.*, pp. 1–14, 2002.
- [21] S. Weinshanker, A. Ogilvy, D. Cutter, and R. J. De Lea, “High Performance, Lightweight, Hermetic AlSi Packages for Military, Aerospace , and Space Applications Current packaging technology Initial trials,” in *2nd Advanced Technology Workshop on Military, Aerospace, Space and Homeland Security: Packaging Issues and Applications*, 2004, no. March.
- [22] D. M. Jacobson, “Spray formed Silicon-Aluminium,” *Adv. Mater. Process.*, pp. 36–39, 2000.
- [23] S. Osprey, “Site Web de Sandvik Osprey,” *vu en 2016*, 2016. [Online]. Available: <http://smt.sandvik.com/en/products/ce-alloys/product-properties/#tab-mechanical-properties>.
- [24] D. M. Jacobson, A. J. W. Ogilvy, and A. G. Leatham, “Applications of Osprey Lightweight Controlled Expansion (CE) Alloys,” *Tech. Rep.*, pp. 1–12, 2004.
- [25] J. Coombs and G. Dunstan, “Atomizing apparatus and process,” US Patent 5196049-1993.
- [26] L. Del Castillo, J. P. Hoffman, and G. Birur, “Advanced housing materials for extreme space applications,” in *Aerospace Conference*, 2011, pp. 1–6.
- [27] S. C. Hogg, A. Lambourne, A. Ogilvy, and P. S. Grant, “Microstructural characterisation of spray formed Si–30Al for thermal management applications,” *Scr. Mater.*, vol. 55, no. 1, pp. 111–114, Jul. 2006.
- [28] D. M. Goudar, K. Raju, V. C. Srivastava, and G. B. Rudrakshi, “Effect of copper and iron on the wear properties of spray formed Al–28Si alloy,” *Mater. Des.*, vol. 51, pp. 383–390, 2013.
- [29] W. Zhai, Z. Zhang, F. Wang, X. Shen, S. Lee, and L. Wang, “Effect of Si content on microstructure and properties of Si/Al composites,” *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 24, no. 4, pp. 982–988, Apr. 2014.
- [30] Y. Jia, F. Cao, S. Scudino, P. Ma, H. Li, L. Yu, J. Eckert, and J. Sun, “Microstructure and thermal expansion behavior of spray-deposited Al–50Si,” *Mater. Des.*, vol. 57, pp. 585–591, May 2014.
- [31] K. Yu, S. Li, L. Chen, W. Zhao, and P. Li, “Microstructure characterization and thermal properties of hypereutectic Si–Al alloy for electronic packaging applications,” *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 22, no. 6, pp. 1412–1417, Jun. 2012.
- [32] X. Baiqing, Z. Yongan, W. Qiang, S. Likai, X. Changan, S. Chengjia, and H. Xinlai, “The study of primary Si phase in spray forming hypereutectic Al–Si alloy,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 137, no. 1–3, pp. 183–186, Jun. 2003.

- [33] C. Cui, a. Schulz, K. Schimanski, and H.-W. Zoch, "Spray forming of hypereutectic Al–Si alloys," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 209, no. 11, pp. 5220–5228, Jun. 2009.
- [34] Y. Wei, B. Xiong, Y. Zhang, H. Liu, F. Wang, and B. Zhu, "Effect of P/M value on the preforms and microstructures of spray formed 70Si30Al alloy," *J. Univ. Sci. Technol. Beijing*, vol. 14, p. 141, 2007.
- [35] K. Yu, C. Li, R. Wang, and J. Yang, "Production and Properties of a Spray Formed 70%Si-Al Alloy for Electronic Packaging Applications," *Mater. Trans.*, vol. 49, no. 3, pp. 685–687, 2008.
- [36] L. I. Chao, P. Chao-qun, Y. U. Kun, W. Ri-chu, Y. Jun, L. I. U. Rong, and M. Science, "Microstructure and properties of spray depositino 70%Si-Al alloy for electronic packaging applications," *Chinese J. Nonferrous Met.*, vol. 19, no. 2, 2009.
- [37] Y. Wei, B. Xiong, Y. Zhang, H. Liu, F. Wang, and B. Zhu, "Deformation mechanism of the spray formed 70Si30Al alloy during hot compression," *Rare Met.*, vol. 26, 2007.
- [38] Y. Wei, B. Xiong, Y. Zhang, H. Liu, F. Wang, and B. Zhu, "Property measurements on spray formed Si-Al alloys," *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, no. 703, pp. 368–372, 2007.
- [39] F. Mauss, "Etude de la décomposition thermique de l'alun d'ammonium," Ecole nationale supérieure des mines de Saint-Etienne, 1994.
- [40] Y. Aman, "Spark plasma sintering of alpha-alumina nanopowders," Institut national des sciences appliquées de Lyon, 2010.
- [41] F. Hild, "De la rupture des Matériaux à rupture fragile," Thèse, Université Paris 6, 1992.
- [42] P. Boch, *Matériaux et processus céramiques*, Hermes Sci. 2001.
- [43] A. R. Rodriguez, "Ceramic capacitor and method of making it," US Patent 3004197-1961.
- [44] J. Croquesel, "Etude des spécificités du frittage par micro-ondes de poudres d'alumine alpha et gamma," Université de Grenoble, 2015.
- [45] N. Roussel, "Optimisation du dopage d'alumines nanométriques et frittage par SPS. Application aux céramiques transparentes.," Thèse, Université de Toulouse, 2013.
- [46] J. Song, C. Huang, B. Zou, H. Liu, L. Liu, and J. Wang, "Effects of sintering additives on microstructure and mechanical properties of TiB₂–WC ceramic–metal composite tool materials," *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 30, no. 1, pp. 91–95, Jan. 2012.
- [47] R. L. Coble, "Sintering crystalline solids I: intermediate and final state diffusion models," *J. Appl. Phys.*, vol. 32, no. 5, pp. 787–792, 1961.
- [48] J. Seidel and J. Riidelht, "Reliability of alumina ceramics : effect of grain size," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 15, pp. 395–404, 1995.
- [49] J. H. You, D. H. Yeo, H. S. Shin, J. H. Kim, and H. G. Yoon, "Self-constrained sintering of Al₂O₃/glass/Al₂O₃ ceramics by glass infiltration," *J. Electroceramics*, vol. 23, no. 2–4, pp. 367–371, 2009.
- [50] L. E. Khoong, Y. M. Tan, and Y. C. Lam, "Overview on fabrication of three-dimensional structures in multi-layer ceramic substrate," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 30, no. 10, pp. 1973–1987, 2010.

- [51] P. Boch, *Propriétés et applications des céramiques*, Hermes Sci. 2001.
- [52] R. Sturdivant, *Microwave and millimeter-wave electronic packaging*. Artech House Publisher, 2013.
- [53] Kyocera, “Kyocera Material Properties Semiconductor Components Products,” 2016. [Online]. Available: <http://americas.kyocera.com/kai-semiparts/packaging/by-material/>. [Accessed: 01-Jan-2016].
- [54] AdTech, “AdTech Ceramics High Temperature Co-Fired Ceramic,” 2016. [Online]. Available: <http://www.adtechceramics.com/index>. [Accessed: 01-Jan-2016].
- [55] B. Industries, “Barry Industries - Ceramic QFN Packages,” 2016. [Online]. Available: <http://www.barryind.com/index.html>. [Accessed: 01-Jan-2016].
- [56] M. Steen, S. Sinnema, and J. Bressers, “Statistical analysis of bend strength data according to different evaluation methods,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 9, no. 6, pp. 437–445, 1992.
- [57] L. Gorjan and M. Ambrožič, “Bend strength of alumina ceramics: a comparison of Weibull statistics with other statistics based on very large experimental data set,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 32, no. 6, pp. 1221–1227, Jun. 2012.
- [58] R. Sturdivant, “Materials and Transmission Line Measurements Comparing HTCC and Thick Film Alumina,” in *International microelectronics assembly and packaging society*, 2014, pp. 2–6.
- [59] E. Orowan, “Fracture and strength of solids,” *Reports Prog. Phys.*, vol. 12, pp. 185–232, 1949.
- [60] A. A. Griffith, “The phenomena of rupture and flow in solids,” *Philos. Trans. R. Soc. London*, vol. A, pp. 163–198, 1920.
- [61] A. Bousquet, “Critère de propagation et d’arrêt de fissure de clivage dans un acier de cuve rep,” Ecole centrale Paris, 2013.
- [62] W. Weibull, “The Phenomenon of Rupture in Solids,” *Ingenjörsvetenskaps Akad. Handl.*, vol. 153, 1939.
- [63] W. Weibull, “A statistical theory of the strength of materials,” *Proc. R. Swedish Inst. Eng. Res.*, vol. 151, 1939.
- [64] W. Weibull, “A statistical distribution function of wide applicability,” *J. Appl. Mech.*, 1951.
- [65] J. B. Quinn and G. D. Quinn, “A practical and systematic review of Weibull statistics for reporting strengths of dental materials,” *Dent. Mater.*, vol. 26, no. 2, pp. 135–47, Feb. 2010.
- [66] R. Jiang and D. N. P. Murthy, “A study of Weibull shape parameter: Properties and significance,” *Reliab. Eng. Syst. Saf.*, vol. 96, no. 12, pp. 1619–1626, Dec. 2011.
- [67] D. Kundu and M. Z. Raqab, “Bayesian inference and prediction of order statistics for a Type-II censored Weibull distribution,” *J. Stat. Plan. Inference*, vol. 142, no. 1, pp. 41–47, Jan. 2012.
- [68] D. N. P. Murthy and R. Jiang, “Parametric study of sectional models involving two Weibull distributions,” *Reliab. Eng. Syst. Saf.*, vol. 56, no. 2, pp. 151–159, May 1997.
- [69] L. G. Rosa, J. Lamon, I. Figueiredo, and F. a. Costa Oliveira, “A method to distinguish extrinsic and intrinsic fracture-origin populations in monolithic ceramics,” *J. Eur. Ceram. Soc.*,

vol. 26, no. 16, pp. 3887–3895, Jan. 2006.

- [70] D. Stoyan, C. Funke, and S. Rasche, “Back to and beyond Weibull – The hazard function approach,” *Comput. Mater. Sci.*, vol. 68, pp. 181–188, Feb. 2013.
- [71] A. M. Freudenthal, “Statistical Approach to Brittle Fracture,” *Fracture*, vol. 2, pp. 591–649, 1968.
- [72] R. Jiang and D. Murthy, “Study of n-fold Weibull competing risk model,” *Math. Comput. Model.*, no. 2, 2003.
- [73] C. Przybilla, A. Fernández-Canteli, and E. Castillo, “Maximum likelihood estimation for the three-parameter Weibull cdf of strength in presence of concurrent flaw populations,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 33, no. 10, pp. 1721–1727, Sep. 2013.
- [74] R. Danzer, P. Supancic, J. Pascual, and T. Lube, “Fracture statistics of ceramics – Weibull statistics and deviations from Weibull statistics,” *Eng. Fract. Mech.*, vol. 74, no. 18, pp. 2919–2932, Dec. 2007.
- [75] A. G. Evans and R. L. Jones, “Evaluation of a fundamental approach for the statistical analysis of fracture,” *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 61, no. 3–4, pp. 156–160, 1978.
- [76] J. Lamon, *Mécanique de la rupture fragile et de l’endommagement*. Lavoisier, 2007.
- [77] S. B. Batdorf and H. L. Heinisch, “Weakest Link Theory Reformulated for Arbitrary Fracture Criterion,” *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 61, no. 7–8, pp. 355–358, 1978.
- [78] S. B. Batdorf, “Weibull statistics for polyaxial stress states,” *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 57, no. 1, 1974.
- [79] V. Calard, “Approches statistiques - probabilistes du comportement mécanique des composites à matrice céramiques,” 1998.
- [80] D. J. Poloniecki and R. T. Wilshaw, “Determination of surface crack size densities in glass,” *Nature*, vol. 229, pp. 226–227, 1971.
- [81] K. Trustrum and Jayatilaka, “Statistical approach to brittle fracture,” *J. Mater. Sci.*, vol. 12, pp. 1426–1430, 1977.
- [82] M. T. Todinov, “Probability of fracture initiated by defects,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 276, no. 1–2, pp. 39–47, Jan. 2000.
- [83] M. T. Todinov, “Is Weibull distribution the correct model for predicting probability of failure initiated by non-interacting flaws?,” *Int. J. Solids Struct.*, vol. 46, no. 3–4, pp. 887–901, Feb. 2009.
- [84] M. Todinov, “A comparative method for improving the reliability of brittle components,” *Nucl. Eng. Des.*, vol. 239, pp. 214–220, 2009.
- [85] M. T. Todinov, “The cumulative stress hazard density as an alternative to the Weibull model,” *Int. J. Solids Struct.*, vol. 47, no. 24, pp. 3286–3296, Dec. 2010.
- [86] J. Lamon and A. G. Evans, “Statistical analysis of bending strengths for brittle solids: a multiaxial fracture problem,” *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 66, no. 3, pp. 177–182, 1983.
- [87] E. Mahmoudi and A. Sepahdar, “Exponentiated Weibull-Poisson distribution: Model,

- properties and applications,” *Math. Comput. Simul.*, vol. 92, pp. 76–97, 2013.
- [88] S. F. Bagheri, E. Bahrami Samani, and M. Ganjali, “The generalized modified Weibull power series distribution: Theory and applications,” *Comput. Stat. Data Anal.*, vol. 94, pp. 136–160, 2016.
- [89] M. Xie, Y. Tang, and T. Goh, “A modified Weibull extension with bathtub-shaped failure rate function,” *Reliab. Eng. Syst. Saf.*, vol. 76, 2002.
- [90] X. Peng and Z. Yan, “Estimation and application for a new extended Weibull distribution,” *Reliab. Eng. Syst. Saf.*, vol. 121, pp. 34–42, Jan. 2014.
- [91] K. Trustrum and Jayatilaka, “On estimating the Weibull modulus for a brittle material,” *J. Mater. Sci.*, vol. 14, no. 3, pp. 1080–1084, 1979.
- [92] F. Nazaret, “Durabilité de matériaux céramiques pour outillages SPF,” Thèse, Ecole nationale supérieure des Mines Albi, 2005.
- [93] L. Hegedúsová, M. Kašiarová, E. Csehová, and J. Dusza, “Effect of the specimen size on strength of Si₃N₄+SiC composite,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 30, no. 4, pp. 1059–1065, Mar. 2010.
- [94] H. Fischer, W. Rentzsch, and R. Marx, “A modified size effect model for brittle nonmetallic materials,” *Eng. Fract. Mech.*, vol. 69, no. 7, pp. 781–791, May 2002.
- [95] C. Przybilla, A. Fernández-Canteli, and E. Castillo, “Deriving the primary cumulative distribution function of fracture stress for brittle materials from 3- and 4-point bending tests,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 31, no. 4, pp. 451–460, Apr. 2011.
- [96] K. P. L. Oh, O. Vardar, and I. Finnie, “Failure of brittle solids under biaxial stresses,” *Int. J. Fract.*, vol. 9, no. 3, pp. 372–375, 1973.
- [97] B. Paul and L. Mirandy, “An improved fracture criterion for three-dimensional stress states,” *J. Eng. Mater. Technol.*, vol. 98, no. 2, pp. 159–163, 1976.
- [98] M. Kassir and S. G., “Three-dimensional stress distribution around an elliptical crack under arbitrary loadings,” *J. Appl. Mech.*, vol. 33, no. 3, pp. 601–611, 1965.
- [99] L. Y. Chao and D. K. Shetty, “Reliability analysis of structural ceramics subjected to biaxial flexure,” *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 74, no. 2, pp. 333–344, 1991.
- [100] J. Smart, B. C. Mitchell, S. L. Fok, and B. J. Marsden, “The effect of the threshold stress on the determination of the Weibull parameters in probabilistic failure analysis,” *Eng. Fract. Mech.*, vol. 70, no. 18, pp. 2559–2567, Dec. 2003.
- [101] C. Lu, R. Danzer, and F. D. Fischer, “Influence of threshold stress on the estimation of the Weibull statistics,” *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 85, no. 6, pp. 1640–1642, 2002.
- [102] P. D. Warren, “Fracture of brittle materials: effects of test method and threshold stress on the Weibull modulus,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 21, pp. 335–342, 2001.
- [103] B. Bergman, “Estimation of Weibull parameters using a weight function,” *J. Mater. Sci. Lett.*, vol. 5, pp. 611–614, 1986.
- [104] B. Faucher and W. R. Tyson, “On the determination of Weibull parameters,” *J. Mater. Sci. Lett.*, vol. 7, no. 11, pp. 1199–1203, 1988.

- [105] D. Wu, J. Zhou, and Y. Li, "Methods for estimating Weibull parameters for brittle materials," *J. Mater. Sci.*, vol. 41, no. 17, pp. 5630–5638, Jun. 2006.
- [106] B. Basu, D. Tiwari, D. Kundu, and R. Prasad, "Is Weibull distribution the most appropriate statistical strength distribution for brittle materials?," *Ceram. Int.*, vol. 35, no. 1, pp. 237–246, Jan. 2009.
- [107] R. A. Fisher, "On the mathematical foundations of the theoretical statistics," *Philos. Trans. R. Soc.*, pp. 309–368, 1922.
- [108] B. Bergman, "On the estimation of the Weibull modulus," *J. Mater. Sci. Lett.*, vol. 3, pp. 3–6, 1984.
- [109] A. Saghafi, A. Mirhabibi, and G. H. Yari, "Improved linear regression method for estimating Weibull parameters," *Theor. Appl. Fract. Mech.*, vol. 52, no. 3, pp. 180–182, Dec. 2009.
- [110] J. A. Griggs and Y. Zhang, "Determining the confidence intervals of Weibull parameters estimated using a more precise probability estimator," *J. Mater. Sci. Lett.*, vol. 333, pp. 1771–1773, 2003.
- [111] B. Bergman, "On the variability of the fracture stress of brittle materials," *J. Mater. Sci. Lett.*, vol. 4, no. 9, pp. 1143–1146, 1985.
- [112] H. Peterlik, "The validity of Weibull estimators," *J. Mater. Sci.*, vol. 30, no. 8, pp. 1972–1976, 1995.
- [113] D. Wu, Y. Li, J. Zhang, L. Chang, D. Wu, Z. Fang, and Y. Shi, "Effects of the number of testing specimens and the estimation methods on the Weibull parameters of solid catalysts," *Chem. Eng. Sci.*, vol. 56, pp. 7035–7044, 2001.
- [114] S. Nohut, "Influence of sample size on strength distribution of advanced ceramics," *Ceram. Int.*, pp. 1–11, Sep. 2013.
- [115] R. Bermejo, P. Supancic, and R. Danzer, "Influence of measurement uncertainties on the determination of the Weibull distribution," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 32, no. 2, pp. 251–255, Feb. 2012.
- [116] Y. Xu, L. Cheng, L. Zhang, D. Yan, and C. You, "Optimization of sample number for Weibull function of brittle materials strength," *Ceram. Int.*, vol. 27, no. 2, pp. 239–241, Jan. 2001.
- [117] A. Khalili and K. Kromp, "Statistical properties of Weibull estimators," *J. Mater. Sci.*, vol. 26, pp. 6741–6752, 1991.
- [118] J. Masson and E. Bourgain, "Some guidelines for a consistent use of the Weibull statistics with ceramic fibres," *Int. J. Fract.*, pp. 303–319, 1992.
- [119] AFNOR, *NF EN 843-1 Propriétés des céramiques monolithiques à température ambiante*. 2010.
- [120] NASA, "CARES/LIFE." [Online]. Available: <http://www.grc.nasa.gov/WWW/StructuresMaterials/MLP/software/cares-life/index.html>.
- [121] F. Deschaux-Beaume, "Utilisation d'Outils céramiques en matriçage isotherme: modélisation de l'endommagement et de la rupture d'une céramique à base de nitrure de Silicium," Thèse, Ecole des Mines de Paris, 1998.

- [122] AFNOR, *NF EN 843-5 Propriétés des céramiques monolithiques à température ambiante*. 2010.
- [123] S. M. Stigler, “Karl Pearson’s Theoretical Errors and the Advances They Inspired,” *Stat. Sci.*, vol. 23, no. 2, pp. 261–271, May 2008.
- [124] G. Roebben and B. Bollen, “Impulse excitation apparatus to measure resonant frequencies, elastic moduli, and internal friction at room and high temperature,” *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 68, pp. 4511–4515, 1997.
- [125] S. Spinner, T. W. Reichard, and W. E. Tefft, “A comparison of experimental and theoretical relations between Young’s modulus and the flexural and longitudinal resonance frequencies of uniform bars,” *J. Res. Natl. Bur. Stand. Sect. A Phys. Chem.*, vol. 64A, no. 2, p. 147, 1960.
- [126] W. Oliver and G. Pharr, “Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation Advances in understanding and refinements to methodology,” *Mater. Res. Soc.*, vol. 19, no. 1, pp. 3–20, 2004.
- [127] H. Song, “Analyse expérimentale et numérique de la distribution des contraintes résiduelles induites par choc-laser dans les alliages d’aluminium.,” 2010.
- [128] E. Macherauch and P. Muller, “Das $\sin^2\psi$ -Verfahren der röntgenographischen Spannungsmessung,” *Physik*, vol. 13, pp. 305–312, 1961.
- [129] C. Deleuze, “Méthodologie d’analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X sur des pièces d’alliages de titane de nuance Ti-10V-2Fe-3Al .,” 2010.
- [130] G. K. Williamson and W. H. Hall, “X-ray Line Broadening from Filed Aluminium and Wolfram,” *Acta Metall.*, vol. 1, no. 1, pp. 22–31, 1953.
- [131] A. Khorsand Zak, W. H. Abd. Majid, M. E. Abrishami, and R. Yousefi, “X-ray analysis of ZnO nanoparticles by Williamson-Hall and size-strain plot methods,” *Solid State Sci.*, vol. 13, no. 1, pp. 251–256, 2011.
- [132] R. Guinebrière, *Diffraction des rayons X sur échantillons polycristallins*. Lavoisier, 2002.
- [133] T. Baudin, *Analyse EBSD - Principe et cartographies d’orientations*. Techniques de l’ingénieur, 2010.
- [134] S. Kikuchi, “Diffraction of Cathode Rays by Mica,” *1928*, vol. 5, pp. 83–96.
- [135] K. Z. Baba-Kishi, “Measurement of crystal parameters on backscatter Kikuchi diffraction patterns,” *Scanning*, vol. 20, no. 2, pp. 117–127, 2006.
- [136] G. Saporta, *Probabilités, analyse des données et statistiques*. Edition Technip, 2006.
- [137] H. Swanson and R. K. Fuyat, “Standard X-ray diffraction powder patterns,” *Natl. Bur. Stand.*, vol. II, p. 6, 1953.
- [138] H. Swanson and E. Tatge, “Standard X-ray diffraction powder patterns,” *Natl. Bur. Stand.*, vol. I, p. 11, 1953.
- [139] C. Cea, “III . Des matériaux pour les technologies de l’information,” vol. 59, pp. 93 – 136, 2010.
- [140] T. P. Leung, W. B. Lee, and X. M. Lu, “Diamond turning of silicon substrates in ductile-

- regime,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 73, no. 1–3, pp. 42–48, 1998.
- [141] J. Il Jang, M. J. Lance, S. Wen, T. Y. Tsui, and G. M. Pharr, “Indentation-induced phase transformations in silicon: Influences of load, rate and indenter angle on the transformation behavior,” *Acta Mater.*, vol. 53, no. 6, pp. 1759–1770, 2005.
- [142] Y. G. Gogotsi, A. Kailer, and K. G. Nickel, “Pressure-induced phase transformations in diamond,” *J. Appl. Phys.*, vol. 84, no. 3, 1998.
- [143] T. Juliano, V. Domnich, and Y. Gogotsi, “Examining pressure-induced phase transformations in silicon by spherical indentation and Raman spectroscopy: A statistical study,” *J. Mater. Res.*, vol. 19, no. 10, pp. 3099–3108, 2004.
- [144] D. M. Goudar, G. B. Rudrakshi, V. C. Srivastav, and A. G. Joshi, “Spray Deposition Process of Hypereutectic Al – Si,” *Int. J. Sci. Eng. Res.*, vol. 2, no. 6, pp. 1–10, 2011.
- [145] AFNOR, “XP A 09-285 - méthode d’essais pour analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X,” 1999.
- [146] P. Spiteri, “Présentation générale de la méthode des éléments finis,” in *Sciences Fondamentales - Mathématiques pour l’ingénieur*, 2002.
- [147] L. Penazzi, *Modélisation et Simulation des Systèmes*, Cours. Ecole des Mines Albi, 2013.
- [148] Sciences de L’Ingénieur, “Le fonctionnement des logiciels de simulation par éléments finis,” 2013.
- [149] ASM Aerospace Specification Metals, “Titanium Ti-6Al-4V (Grade 5),” *ASM Material Data Sheet*. [Online].
Available: <http://asm.matweb.com/search/SpecificMaterial.asp?bassnum=MTP641>.
- [150] S. Laroze and M. Lorrain, *Mécanique des structures - Tome 6: Thermique des structures, dynamique des structures*. Toulouse: Cépaduès-Edition, 2005.
- [151] D. Mauduit, G. Dusserre, and T. Cutard, “Probabilistic rupture analysis of a brittle spray deposited Si–Al alloy under thermal gradient: Characterization and thermoelastic sizing guidelines,” *Mater. Des.*, vol. 95, pp. 414–421, 2016.
- [152] N. Ozisik, *Heat Conduction*, 2nd Ed. J.Wiley & Sons, 1993.
- [153] W. Kays and M. Crawford, *Convective heat and mass transfer*, 2nd Ed. McGraw-Hill Inc., 1980.
- [154] Thalès AleniaSpace, “Thermal & thermomechanical simulation and characterization - document interne,” 2008.
- [155] M. J. Donachie, “Titanium - A technical guide.” ASM International, 1988.

Liste des figures

Figure 1 : Schématisation d'une coupe d'un boîtier hybride avec la présence des différents constituants (a.) et représentation en perspective d'un boîtier (b.).....	2
Figure 2 : Schématisation de la structure cristalline cubique face centrée de l'aluminium (a.) et de la structure diamant du silicium (b.).....	8
Figure 3 : Diagramme de phases du système binaire aluminium – silicium par Murray et McAlister [19]	8
Figure 4 : Représentation du coefficient de dilatation thermique des alliages d'AlSi hypereutectiques en fonction de la concentration massique de silicium	9
Figure 5 : Schéma des étapes d'atomisation et de dépôt lors de la fabrication de l'AlSi CE9F [25]....	11
Figure 6 : Comparaison des microstructure d'AlSi CE7F obtenues par atomisation (a.), fonderie [27] (b.) et frittage flash [29] (c.) La phase sombre correspond à des domaines riches en silicium et les phases claires à des domaines riches en aluminium.....	12
Figure 7 : Comparaison des résultats des études d'Aldofi et de Wei sur les propriétés thermiques de l'AlSi CE9F : conductivité thermique (a.), diffusivité thermique (b.) et capacité thermique massique (c.)	14
Figure 8 : Structure cristalline hexagonale compacte de l'alumine.....	16
Figure 9 : Schématisation des différentes étapes du procédé de fabrication d'un circuit hybride à base d'alumine HTCC.....	17
Figure 10 : Représentation de la fissure selon Griffith et champ de contrainte théorique au voisinage d'une fissure selon la théorie de l'élasticité.	21
Figure 11 : Représentation graphique de la distribution statistique définie par Weibull [64].....	23
Figure 12 : Représentation graphique des modulations du modèle de Weibull	25
Figure 13 : Représentation d'un essai de flexion quatre points et définition des différents paramètres nécessaires au calcul du volume équivalent.	30
Figure 14 : Influence du module de Weibull sur les effets d'échelle.....	33
Figure 15 : Définition des angles ψ et ϕ dans le repère élémentaire des contraintes principales	35
Figure 16 : Erreur d'estimation du module de Weibull en fonction du nombre d'éprouvettes avec la méthode du maximum de vraisemblance [116].....	40
Figure 17 : Photographie de la machine d'essai Instron 5800R avec le dispositif de flexion quatre points.....	46
Figure 18 : Schéma général de l'essai de flexion quatre points	46
Figure 19 : Schémas d'une rupture retenue (a.) et d'une rupture rejetée (b.).....	47
Figure 20 : Photographie du dispositif de flexion trois points	47
Figure 21 : Schéma général de l'essai de flexion trois points.	48

Figure 22 : Photographie du montage de flexion quatre points dans l'enceinte climatique.....	49
Figure 23 : Représentation graphique de la méthode de Newton-Raphson	50
Figure 24 : Photographie de l'éprouvette technologique (a.), représentation schématique de la flexion quatre points sur éprouvette avec perçage central (b.) et représentation d'une coupe dans le sens longitudinal du champ de contrainte équivalente de Freudenthal calculé par Abaqus® (c.)	53
Figure 25 : Photographie de l'éprouvette technologique (a.), représentation schématique de l'essai de flexion sur éprouvette avec couple de serrage imposé (b.) et représentation en coupe du champ de contrainte équivalente de Freudenthal (c.) calculé par Abaqus® (la vis, le capteur et le support ne sont pas représentés par souci de lecture)	54
Figure 26 : Photographie de l'éprouvette technologique (a.), représentation schématique de l'essai de flexion quatre points sur éprouvette en « T » (b.) et représentation en coupe du champ de contrainte équivalente de Freudenthal (c.) calculé par Abaqus®	55
Figure 27: Schématisation des modes de flexion (a.) et de torsion (b.) pour la résonance acoustique [124]	57
Figure 28 : Photographie de l'appareil de dilatométrie du CNES	59
Figure 29 : Courbe charge-déplacement d'un essai de nanoindentation	60
Figure 30 : Schématisation d'un essai de DRX.....	64
Figure 31 : Représentation schématique d'une diffraction par rayon X avec la définition des angles ψ et ϕ par rapport au repère (e_1, e_2) de l'échantillon étudié.	66
Figure 32 : Représentation graphique de la loi des $\sin 2\psi$ pour déterminer les contraintes résiduelles	67
Figure 33 : exemple de la loi des $\sin 2\psi$ dans le cas d'un matériau texturé (a.) et avec une variation de la composition (b.).....	67
Figure 34 : Représentation graphique de loi de Williamson-Hall. Chaque croix correspond à un pic de diffraction.....	68
Figure 35 : Schéma de fonctionnement d'une observation en EBSD	69
Figure 36 : Résultats de l'essai de dilatation thermique sur l'alumine HTCC	74
Figure 37 : Observations MEB (électrons rétrodiffusés) de la microstructure de l'alumine HTCC	75
Figure 38 : Cartographie par EDX de la composition d'une image d'alumine HTCC	75
Figure 39 : Observations MEB (électrons secondaires sous vide partiel) de faciès de rupture en flexion d'alumine HTCC	76
Figure 40 : Orientation des couches d'alumine HTCC lors des essais de flexion.....	77
Figure 41 : Exemples de courbes de flexion quatre points avec le domaine de mise en position des rouleaux.....	77
Figure 42 : Distribution des contraintes à la rupture pour les éprouvettes $25 \times 2,5 \times 2 \text{ mm}^3$ d'alumine HTCC en flexion quatre points à 20°C	78
Figure 43 : Courbe de Weibull identifiée pour des éprouvettes $25 \times 2,5 \times 2 \text{ mm}^3$ d'alumine en flexion quatre points à 20°C	79
Figure 44 : Eprouvettes de flexion quatre points de petites dimensions classées par ordre croissant de leur valeur de contrainte à la rupture (de gauche à droite).	80
Figure 45 : Distribution des contraintes à la rupture pour les éprouvettes $45 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$ d'alumine HTCC en flexion quatre points à 20°C	81
Figure 46 : Mise en évidence de l'effet de volume physique sur l'alumine HTCC	82

Figure 47 : Eprouvettes de flexion quatre points de grandes dimensions classées par ordre croissant de leur valeur de contrainte à la rupture (de gauche à droite).....	83
Figure 48 : Distribution des contraintes à la rupture pour les éprouvettes 25×2,5×2mm ³ d'alumine HTCC en flexion trois points à 20°C	84
Figure 49 : Mise en évidence de l'effet de volume statistique sur l'alumine HTCC	84
Figure 50 : Eprouvettes de flexion trois points de dimensions 25×2,5×2mm ³ classées par ordre croissant de valeur de contrainte à la rupture (de gauche à droite).	85
Figure 51 : Courbe de Weibull identifiée pour l'ensemble des essais sur l'alumine HTCC (a.) et courbes de Weibull identifiées pour chaque série d'essai avec les paramètres globaux (b.)	87
Figure 52 : Variations linéaires du module d'Young de l'AlSi CE9F de -50°C à 130°C, mesurées par DMA et résonance acoustique.....	89
Figure 53 : Résultats d'essais de dilatation thermique sur l'AlSi CE9F	90
Figure 54 : Comparaison des essais de dilatation thermique sur l'AlSi CE9F conduits chez TAS et au CNES.....	91
Figure 55 : Observations MEB (électrons rétrodiffusés) d'un échantillon d'AlSi avec la préparation AK (voir chapitre 2)	92
Figure 56 : Définition des plans d'observation et exemple de clichés de microscopie optique.....	93
Figure 57 : Spectre de diffraction de l'AlSi CE9F par anticathode cuivre.....	94
Figure 58 : Observations MEB (a.) (Électrons rétrodiffusés) de l'AlSi CE9F avec préparation PP avec mise en évidence d'impuretés riches en fer (en clair). Cartographie chimique de la zone étudiée (b.), le rouge représente l'aluminium et le bleu le silicium.	95
Figure 59 : Observation MEB (électrons rétrodiffusés) de l'AlSi CE9F avec préparation SO.....	96
Figure 60 : Observation MEB (électrons rétrodiffusés) des joints de macle des grains de silicium.	97
Figure 61 : Contrastes de bandes (a.), la phase silicium correspond à la phase sombre et la phase aluminium à la phase claire. Cartographie des angles d'Euler (b.) pour les deux phases.	98
Figure 62 : IPF Z – cartographie de l'orientation des cristaux par rapport à la normale de l'échantillon (a.) et représentation des joints de grains (b.) dans la phase riche en aluminium	99
Figure 63 : IPF Z - cartographie de l'orientation des cristaux par rapport à la normale de l'échantillon (a.) et représentation des joints de grains (b.) dans la phase riche en silicium.....	100
Figure 64 : Observations MEB (électrons secondaires) d'un faciès de rupture d'AlSi CE9F	102
Figure 65 : Observation MEB (électrons rétrodiffusés) d'un faciès de rupture d'AlSi CE9F présentant un amas de fer (en clair) susceptible d'être à l'origine de la rupture (les tâches « noires » correspondent à une pollution organique de surface).....	103
Figure 66 : Exemples d'empreintes de nanoindentation (la phase Si correspond à la phase sombre) sans fissuration (a.), avec fissure dans la phase de Si (b.) et avec fissuration à l'interface Si-Al (c.).	104
Figure 67 : Courbes d'indentation de type Berkovich dans la phase silicium.....	104
Figure 68 : Exemples d'indentations dans la phase aluminium	105
Figure 69 : Courbes d'indentation de type Berkovich dans la phase aluminium	105
Figure 70 : Distribution des contraintes à la rupture de l'AlSi CE9F en flexion quatre points à 20°C	107
Figure 71 : Courbe de Weibull identifiée pour des éprouvettes 45×4×3mm ³ d'AlSi CE9F en flexion quatre points à 20°C	108
Figure 72 : Distribution des contraintes à la rupture de l'AlSi CE9F en flexion trois points à 20°C..	109

Figure 73 : Mise en évidence de l'effet de volume statistique sur l'AlSi CE9F	109
Figure 74 : Courbe de Weibull pour l'ensemble des essais de flexion quatre points réalisés sur l'AlSi CE9F.....	112
Figure 75 : Courbe de Weibull pour l'ensemble des essais de flexion quatre points et trois points pour l'AlSi CE9F.....	113
Figure 76 : Mesures du module d'élasticité de l'AlSi CE9F par résonance acoustique en fonction du nombre de cycles thermiques.	114
Figure 77 : Evolution du paramètre de forme en fonction du nombre de cycles pour une valeur de module de Weibull fixée à 31.....	116
Figure 78 : Distributions des contraintes à la rupture à 0, 200, 500 et 700 cycles avec les courbes de Weibull identifiées	117
Figure 79 : Contraintes résiduelles en fonction du nombre de cycles thermiques	118
Figure 80 : Diffraction de rayons X : comparaison pour un pic correspond au silicium (a.) et pour un pic correspondant à l'aluminium (b.) pour différentes valeurs de nombre de cycles thermiques.	119
Figure 81 : Exemples de graphes de Williamson-Hall obtenues pour la phase silicium (a.) et pour la phase aluminium (b.) avec le logiciel X'Pert high Score pour un échantillon d'AlSi CE9F à 0 cycle.	120
Figure 82 : Evolution de la valeur moyenne de la microdéformation (en valeur absolue) en fonction du nombre de cycles thermiques pour les deux phases de l'AlSi CE9F.	120
Figure 83 : Evolution de la contrainte moyenne à la rupture en fonction de la valeur moyenne de la microdéformation.	121
Figure 84 : Evolution de la taille moyenne des cristallites en ångström (Å) en fonction du nombre de cycles thermiques pour les deux phases.	122
Figure 85 : Schématisation du phénomène supposé de recristallisation dynamique au sein des grains d'aluminium.	123
Figure 86 : Schématisation d'un élément fini à deux dimensions et à interpolation quadratique.	131
Figure 87 : Etapes du calcul de la probabilité de rupture et calculs intermédiaires.	133
Figure 88 : Modélisation d'un essai de flexion quatre points avec deux plans de symétrie.....	135
Figure 89 : Variation de la probabilité de rupture en fonction du nombre d'éléments dans l'épaisseur pour des interpolations linéaire et quadratique.....	136
Figure 90 : Evolutions de la contrainte équivalente maximale et du volume équivalent en fonction du nombre d'éléments dans l'épaisseur de l'éprouvette pour deux types d'interpolation.	137
Figure 91 : Comparaison en contraintes (a.) et en efforts (b.) entre les courbes de Weibull obtenues analytiquement et numériquement pour un essai de flexion quatre points.....	139
Figure 92 : Ecart d'estimation entre le calcul numérique et le calcul analytique pour une même probabilité de rupture de la contrainte à la rupture (a.) et de l'effort à la rupture (b.)	140
Figure 93 : Représentations graphiques du champ de la contrainte équivalente obtenu numériquement (a.) et du champ de contrainte analytique (b.) pour la moitié d'une éprouvette en flexion quatre points. La contrainte équivalente correspond à la variable utilisateur nommée UVARM4.....	141
Figure 94 : Mise en évidence des effets de volumes des modèles numériques en flexion quatre points et en flexion trois points	142
Figure 95 : Influence du coefficient de frottement Acier-AlSi sur la probabilité de rupture ($m=29,8$ et $\sigma_0=303$ MPa).	143

Figure 96 : Distribution des efforts à la rupture de l'éprouvette en T d'AlSi CE9F en flexion quatre points à 20°C (a.) et éprouvettes en T classées par ordre croissant de numéro d'essai (b.).	144
Figure 97 : Mise en données de l'essai de flexion quatre points sur éprouvette en T d'AlSi CE9F.	145
Figure 98 : Courbe de Weibull de l'éprouvette en T en flexion quatre points obtenue numériquement et résultats expérimentaux.	146
Figure 99 : Influence du coefficient de frottement dans le cas de l'éprouvette en T	147
Figure 100 : Eprouvette en T d'AlSi CE9F (a.), champ de la contrainte équivalente (UARM4, en MPa) dans l'éprouvette en T d'AlSi CE9F obtenu numériquement (b.) et représentation du taux de triaxialité (UARM6) calculé numériquement (c.)	148
Figure 101 : Distribution des efforts à la rupture de l'éprouvette percée d'AlSi CE9F en flexion quatre points à 20°C (a.) et éprouvettes percées classées par ordre croissant de numéro d'essai (b.).	149
Figure 102 : Mise en données de l'essai de flexion quatre points sur éprouvette percée en AlSi CE9F	150
Figure 103 : Courbe de Weibull de l'éprouvette percée en flexion quatre points obtenue numériquement et résultats expérimentaux.	150
Figure 104 : Influence du coefficient de frottement sur la probabilité de rupture pour l'éprouvette percée	151
Figure 105 : Champ de la contrainte équivalente (UARM4, en MPa) dans l'éprouvette percée d'AlSi CE9F obtenu numériquement (a.) et représentation du taux de triaxialité (UARM6) calculé numériquement (b.)	152
Figure 106 : Distribution des efforts à la rupture de l'éprouvette vissée d'AlSi CE9F en flexion à 20°C (a.) et variation de l'effort de serrage en fonction de l'effort imposé sur l'éprouvette (b.).	153
Figure 107 : Photographie des éprouvettes vissées après rupture, classées par ordre croissant du numéro d'essai.	154
Figure 108 : Mise en données de l'essai de flexion sur éprouvette vissée en AlSi CE9F lors de la première étape (a.) et de la deuxième étape de la simulation (b.).	155
Figure 109 : Courbe de Weibull de l'éprouvette vissée en flexion obtenue numériquement et courbe identifiée à partir des résultats expérimentaux.	156
Figure 110 : Photo d'une éprouvette vissée d'AlSi CE9F après rupture (a.), champ de la contrainte équivalente (UARM4, en MPa) dans l'éprouvette vissée d'AlSi CE9F obtenu numériquement (b.) et représentation du taux de triaxialité (UARM6) calculé numériquement (c.)	157
Figure 111 : Vue sur coupe du cas 1 (a.) de positionnement offrant une longueur minimale en flexion et du cas 2 (b.) offrant une longueur maximale en flexion.	158
Figure 112 : Comparaison des courbes de Weibull obtenues pour deux cas extrêmes de mauvais positionnement par rapport à celle obtenue sur le cas de référence.	158
Figure 113 : Influence de l'effort de serrage sur l'estimation de l'effort à la rupture.	159
Figure 114 : Influence du coefficient de frottement sur la probabilité de rupture dans le cas de l'éprouvette vissée.	160
Figure 115 : Relation contrainte équivalente maximale et taux de triaxialité (a.) et relation contrainte équivalente maximale et critère de Von Mises (b.).	161
Figure 116 : Schématisation en deux dimensions d'une structure de piste conductrice.	163
Figure 117 : Distribution expérimentale des efforts à la rupture en flexion quatre points de la fenêtre en alumine HTCC.	164
Figure 118 : Photographie d'un faciès de rupture présentant une piste conductrice visible	165

Figure 119 : Observations au MEB (électrons rétrodiffusés) de faciès de rupture présentant une piste conductrice visible. Les ellipses entourent des microfissures dans un via en tungstène.	165
Figure 120 : Maillage de la fenêtre en alumine HTCC	167
Figure 121 : Mise en données de la configuration de flexion quatre points sur la fenêtre en alumine HTCC.	167
Figure 122 : Comparaison entre les efforts à la rupture obtenus expérimentalement et la prévision numérique des efforts à la rupture.	168
Figure 123 : Cartographie du champ de contrainte équivalente (UARM4) de la fenêtre en alumine HTCC en sollicitation de flexion quatre points.	169
Figure 124 : Influence du positionnement de la fenêtre sur la prévision numérique des efforts à la rupture.	170
Figure 125 : Influence de la valeur du coefficient de frottement sur la prévision numérique des efforts à la rupture.	171
Figure 126 : Influence de la valeur du module d'élasticité des pistes conductrices sur la prévision numérique des efforts à la rupture.	172
Figure 127 : Influence d'une décohésion plans et vias en tungstène sur la prévision numérique des efforts à la rupture.	173
Figure 128 : Schématisation de chargement anisotherme pour deux domaines thermiques (a.) et pour n-domaines thermiques (b.).....	180
Figure 129 : Schématisation de la plaque soumise à un gradient de température.	181
Figure 130 : Comparaison entre un abaque obtenu pour un module d'élasticité constant (a.) et un abaque obtenu pour un module d'élasticité dépendant de la température (b.).	183
Figure 131 : Premier type de variation (a.) et second type de variation (b.) de la probabilité de rupture en fonction du temps.	185
Figure 132 : Schématisation de la modélisation des goujons en Kovar [®]	187
Figure 133 : Variations de la température en fonction du temps modélisées par le modèle des cycles thermiques.	188
Figure 134 : Evolution de la probabilité de rupture en fonction du temps pour la modélisation d'un cycle thermique.	189
Figure 135 : Evolution de la contrainte équivalente maximale (a.) et du volume équivalent (b.) au cours du temps pour la modélisation d'un cycle thermique.	190
Figure 136 : Cartographie de la contrainte équivalente (UARM4) sur le fond en AlSi CE9F à t=1237 s, face externe (a.) et t=2620 s, surface interne (b.).....	191
Figure 137 : Modélisation de l'essai de choc sur boîtier en AlSi CE9F et Kovar [®] (a.) et représentation de la variation de l'accélération au cours du temps (b.).	193
Figure 138 : Evolution de la probabilité de rupture en fonction du temps pour des accélérations de 2000, 2500 et 3000 g.	194
Figure 139 : Cartographie de la contrainte équivalente (UARM4) sur le fond en AlSi CE9F à l'instant 0,235 ms pour une amplitude d'accélération de 2000 g.	194
Figure 140 : Variations du volume équivalent et de la valeur maximale de la contrainte équivalente au cours du temps pour une amplitude d'accélération de 2000 g.	195
Figure 141 : Probabilité de rupture du boîtier en fonction de l'amplitude d'accélération imposée. ...	196
Figure 142 : Images de fissuration dans l'AlSi CE9F sur un boîtier après un choc sous une accélération de 3000 g.	197

Figure 143 : Cartographie du critère de Von Mises sur l'ensemble de la géométrie du boîtier pour une valeur d'accélération de 3000 g.....	198
Figure 144 : Comparaison pour un pic correspond au silicium (a.) et pour un pic correspond à l'aluminium (b.) entre une éprouvette de référence et pour 125 h à 130°C.	225
Figure 145 : Evolution de la microdéformation des phases silicium et aluminium en fonction du temps et de la température imposée.	226
Figure 146 : Evolution de la taille moyenne des cristallites des phases silicium et aluminium en fonction du temps et de la température imposée.	227
Figure 147 : Géométrie de la microstructure d'AlSi CE9F étudiée (a.) et représentation de la contrainte de Von Mises dans la microstructure soumise à une traction uniaxiale verticale de 100 MPa (b.)	230
Figure 148 : Variation de la probabilité de rupture de l'éprouvette en T en fonction du nombre d'éléments dans l'épaisseur (a.) et dans l'arc de cercle (b.) pour une interpolation quadratique.....	231
Figure 149 : Variation de la probabilité de rupture de l'éprouvette percée en fonction du nombre d'éléments dans l'épaisseur (a.) et dans l'arc de cercle (b.) pour une interpolation quadratique.....	231
Figure 150 : Variation de la probabilité de rupture de l'éprouvette visée en fonction du nombre d'éléments dans l'épaisseur (a.) et dans l'arc de cercle (b.) pour une interpolation quadratique.....	232
Figure 151 : Représentation du maillage de l'éprouvette normée de flexion quatre points.	232
Figure 152 : Représentation du maillage de l'éprouvette en T sollicitée en flexion quatre points.	233
Figure 153 : Représentation du maillage de l'éprouvette percée sollicitée en flexion quatre points. .	233
Figure 154 : Représentation du maillage de l'éprouvette vissée sollicitée en flexion simple.....	234
Figure 155 : Représentation du maillage de la fenêtre en alumine HTCC sollicitée en flexion quatre points.....	234
Figure 156 : Représentation du maillage du boîtier de protection soumis à en sollicitation de choc mécanique et de cycle thermique.	234

Liste des tableaux

Tableau 1 : Propriétés des nuances de la famille d'alliages AlSi en fonction de la concentration massique en silicium (données de Osprey Metal Limited [23], nc :non-communicé).....	10
Tableau 2 : Valeurs moyennes de la résistance à la rupture en flexion quatre points et trois points de l'AlSi CE9F pour différentes études (nc : non communiqué).....	15
Tableau 3 : Propriétés de nuances industrielles d'alumine HTCC (nc :non-communicé).	19
Tableau 4 : Comparaison des valeurs des paramètres de Weibull identifiés selon les méthodes de la régression linéaire et du maximum de vraisemblance sans et avec correction du biais.....	52
Tableau 5 : Variation du taux de triaxialité des éprouvettes technologiques	56
Tableau 6 : Procédure de préparation des échantillons pour observation au microscope électronique à balayage.....	63
Tableau 7 : Valeurs des paramètres de Weibull déterminés pour chaque série d'essais et pour l'ensemble des valeurs expérimentales	86
Tableau 8 : Concentrations massiques des phases silicium et aluminium en fonction des trois plans d'observation.....	93
Tableau 9 : Comparaison de la position des pics du spectre de l'AlSi CE9F avec les pics théoriques de l'aluminium et du silicium	94
Tableau 10 : Bilan des résultats des essais de flexion quatre points sur l'AlSi CE9F à -50°C, 20°C et 130°C.....	110
Tableau 11 : Paramètres de Weibull de l'AlSi CE9F à -50°C, 20°C et 130°C	111
Tableau 12 : Bilan des campagnes de flexion quatre points sur l'AlSi CE9F avec augmentation du nombre de cycles thermiques	115
Tableau 13 : Paramètres de Weibull de l'AlSi CE9F pour les différentes distributions après 0, 200, 500 et 700 cycles thermiques	115

Annexe A : Influence de la température sur la microstructure de l'AlSi CE9F

Dans le chapitre 3, il a été démontré que les cycles thermiques agissent sur la microstructure de l'AlSi CE9F. La microdéformation de la phase silicium et de la phase aluminium diminue en fonction du nombre de cycles thermiques. Cette diminution traduit physiquement une augmentation du degré d'ordre d'empilement des atomes de silicium et d'aluminium. Une augmentation de la résistance à la rupture a été expérimentalement relevée.

Dans la continuité de cette démarche, une étude a été menée pour estimer l'influence de la température seule sur de longues durées d'exposition. En effet, les essais de flexion quatre points à -50°C et 130°C ne montraient pas d'augmentation ou de diminution de la résistance à la rupture mais le temps d'exposition des éprouvettes à une température était relativement court, inférieur à 5 heures. L'objectif de cette section est de découpler les influences thermiques et mécaniques qui ont lieu lors des cycles en estimant l'influence de la température seule.

Des fragments d'éprouvettes issus de la flexion quatre points à 20°C ont été placés dans une enceinte thermique à deux températures et pendant différentes durées :

- Des températures de 130°C et 200°C
- Des durées de 20 h, 50 h et 125 h.

Les fragments sont par la suite analysés par le dispositif de diffraction des rayons X afin d'obtenir les spectres de diffraction. Ces derniers sont étudiés à travers la loi de Williamson-Hall pour déterminer l'évolution des microdéformations de chacune des phases en fonction de la température et du temps d'exposition. Les résultats sont représentés sur la Figure 145.

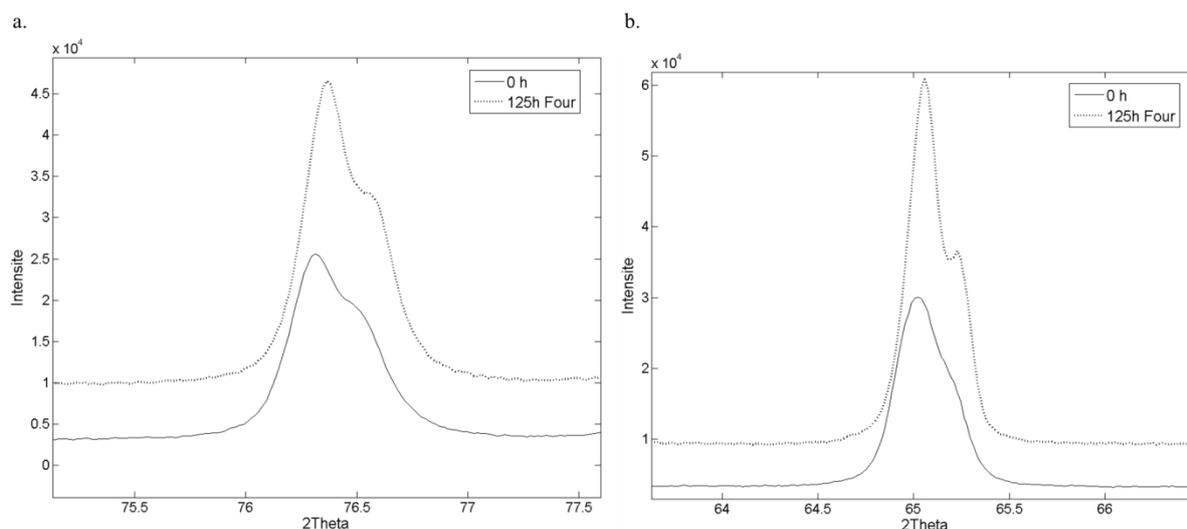


Figure 144 : Comparaison pour un pic correspond au silicium (a.) et pour un pic correspond à l'aluminium (b.) entre une éprouvette de référence et pour 125 h à 130°C .

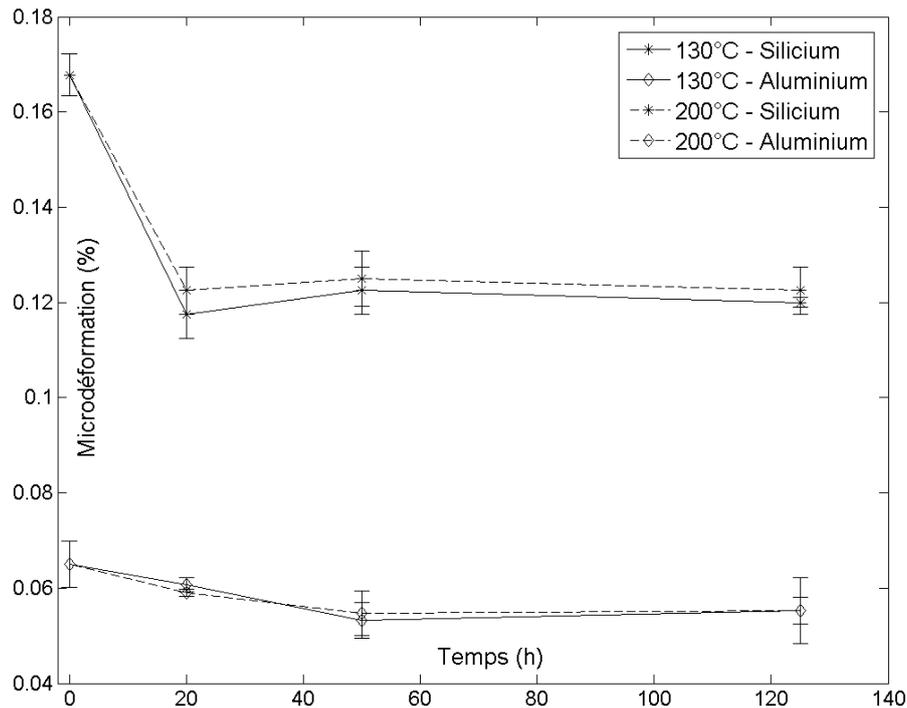


Figure 145 : Evolution de la microdéformation des phases silicium et aluminium en fonction du temps et de la température imposée.

La Figure 145 présente qu'il existe une influence de la température seule sur la microstructure de l'AlSi CE9F. Il y a une diminution de la microdéformation, donc une augmentation du degré d'ordre des atomes, pour les deux phases en présence et pour les deux températures. Les résultats obtenus présentent une évolution de la microdéformation presque identique pour les deux températures. Les résultats actuels ne permettent pas alors de déterminer l'influence de la valeur de la température sur l'évolution de la microstructure. La cinétique d'évolution devrait être différente pour les deux températures, mais la différence serait uniquement visible pour les temps d'exposition plus faibles, tel que 10 h.

Cette évolution a deux particularités. La première est que la microdéformation varie fortement dans les vingt premières heures pour la phase silicium puis se stabilise. La même particularité est constatée pour la phase riche en aluminium avec une évolution dans les cinquante premières heures puis une stabilisation. La seconde, en relation avec les résultats issus de l'étude des cycles thermiques, montre que les variations de la microdéformation en raison de la température sont plus faibles que celles relevées avec les cycles thermiques. Par exemple, la microdéformation de la phase silicium diminue jusqu'à 0,12 % et se stabilise alors qu'elle diminue jusqu'à 0,09 % avec les cycles thermiques.

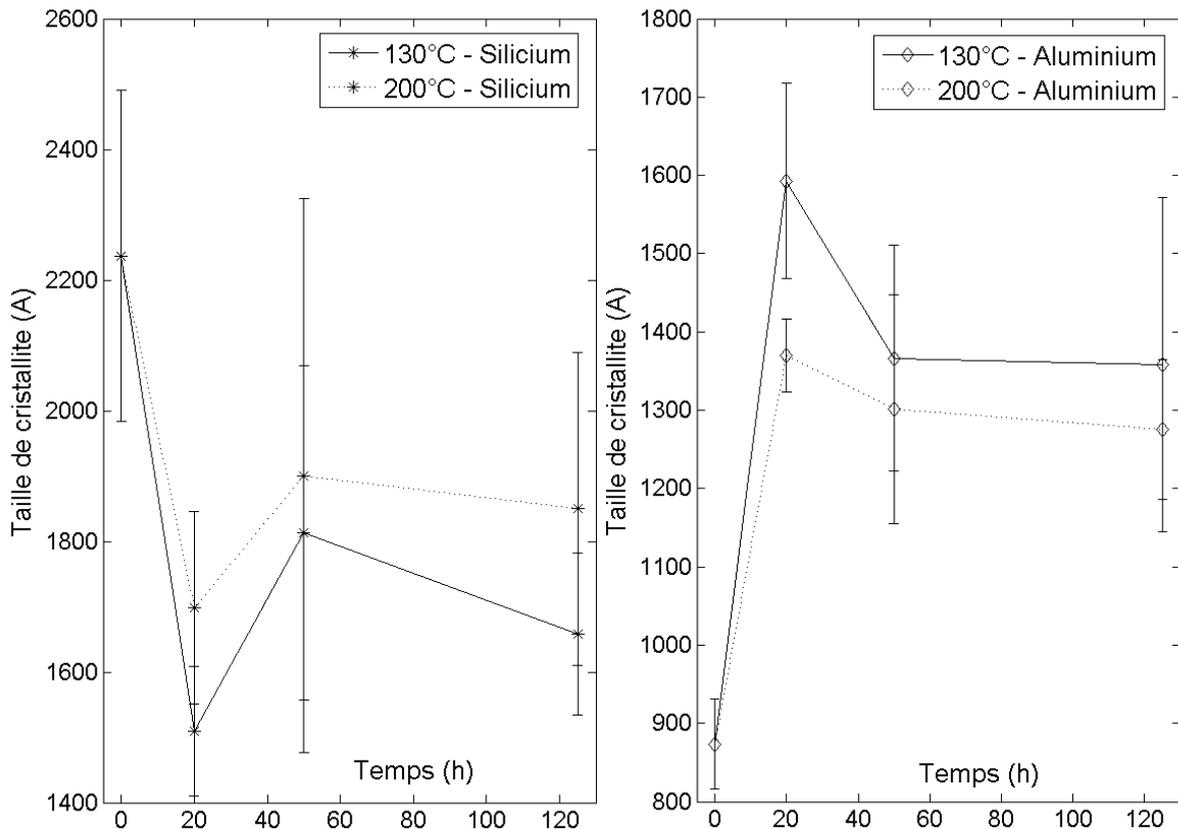


Figure 146 : Evolution de la taille moyenne des cristallites des phases silicium et aluminium en fonction du temps et de la température imposée.

La Figure 146 présente la taille moyenne des cristallites des deux phases en présence et montre qu'elle évolue en fonction du temps d'exposition à température constante. Cette évolution est par ailleurs quasi-identique pour les deux températures : la taille moyenne des cristallites de la phase silicium diminue et la taille moyenne des cristallites de la phase aluminium augmente.

Ces résultats démontrent que la température agit sur la microstructure de l'AlSi CE9F. L'apport d'énergie thermique permet une réorganisation des atomes avec une évolution vers une microstructure plus stable contenant un degré d'ordre supérieur à l'état initial. Ces mêmes résultats ont été relevés sur l'étude de l'influence des cycles thermiques sur l'AlSi CE9F. Ils témoignent de l'influence de la température seule sur la microstructure de l'AlSi CE9F. Cette évolution est néanmoins moins marquée que lors des cycles où des sollicitations thermomécaniques sont présentes.

En raison de l'utilisation de fragments d'AlSi CE9F, il n'a pas été possible de déterminer l'influence d'une longue période d'exposition à une température constante sur la contrainte à la rupture du matériau. La perspective de cette étude est de réaliser une série d'essais équivalents mais sur des éprouvettes normées en AlSi CE9F. Après le passage dans l'étuve et l'analyse par diffraction des rayons X, des séries de flexion quatre points doivent être réalisées. Les contraintes à la rupture pourront être relevées et une évolution de la résistance de la rupture en fonction du temps d'exposition pourra être probablement constatée.

Annexe B : Vers une approche multi-échelle

La caractérisation microstructurale de l'alliage AlSi CE9F a apporté diverses informations sur la microstructure du matériau et sur les mécanismes probablement à l'œuvre :

- Présence d'impuretés de fer dans la microstructure pouvant générer des concentrations de contraintes. Ils sont, dans des conditions très particulières, responsables de la rupture ;
- La taille, la répartition et l'orientation des grains de silicium et d'aluminium ;
- Le comportement mécanique fragile du silicium ;
- Le comportement plastique sous faible charge de l'aluminium.

En revanche les propriétés mécaniques (module d'Young, comportement plastique, etc..) de chacune des phases n'ont pu être déterminées. L'objectif d'une simulation multiéchelle de l'AlSi est de comprendre les mécanismes de concentration de contrainte et de propagation de fissure au sein de la microstructure du matériau.

Des simulations préliminaires à but qualitatif, de la microstructure ont été réalisées. Elles sont basées sur des images de la microstructure. La géométrie modélisée (Figure 147a) correspond alors à des formes réelles et non à une microstructure générée aléatoirement de manière contrôlée. Les deux phases, l'une riche en silicium et l'autre en aluminium, sont supposées homogènes. Les propriétés mécaniques du silicium et de l'aluminium purs sont affectées à chacune des phases avec un comportement mécanique élastique isotrope. La taille des grains, ainsi que leurs orientations, ne sont pas considérées dans cette première approche. Le rôle des impuretés riches en fer a été également négligé. La microstructure est ensuite sollicitée en traction uniaxiale et le champ de contrainte obtenu peut être analysé (Figure 147b).

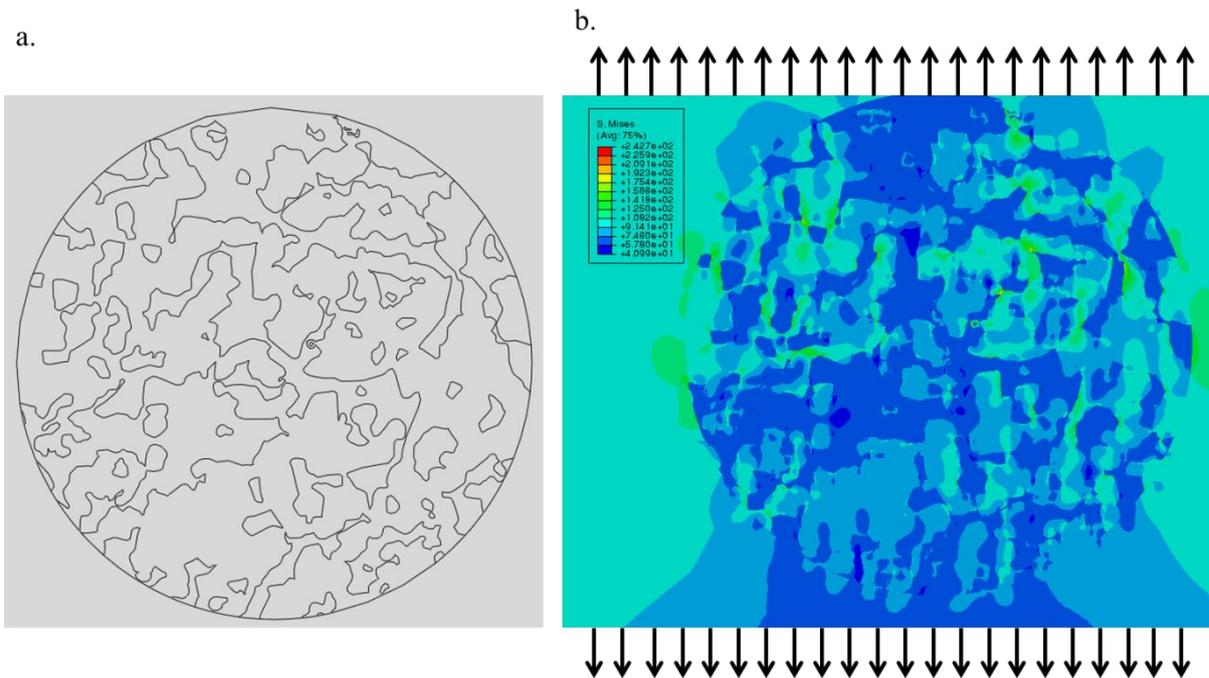


Figure 147 : Géométrie de la microstructure d'AlSi CE9F étudiée (a.) et représentation de la contrainte de Von Mises dans la microstructure soumise à une traction uniaxiale verticale de 100 MPa (b.)

Bien que les simulations aient été réalisées avec des hypothèses fortes, les résultats de la Figure 147 montrent une hétérogénéité de la répartition des contraintes entre les domaines aluminium et silicium. De plus, des concentrations de contraintes sont observées dans les domaines fins et allongés de la phase silicium et dans les changements bruts de la géométrie d'un domaine.

Les résultats sont strictement qualitatifs mais permettent de relier les phénomènes de l'échelle macroscopique avec la microstructure. Le matériau a probablement une rupture fragile à l'échelle macroscopique car le domaine silicium, à comportement fragile, concentre l'essentiel des contraintes lors d'un chargement mécanique. Il atteindra alors sa valeur de résistance à la rupture avant l'aluminium. La répartition des contraintes dans la microstructure du domaine silicium semble aussi être fonction de la géométrie locale du domaine. Par exemple, les angles vifs de silicium sont le siège des concentrations de contraintes. Ces sites sont alors des candidats potentiels au « défaut critique » supposé par la théorie de Weibull, responsables de la rupture du matériau.

Ce travail peut être poursuivi en intégrant, dans des simulations plus complexes, les orientations cristallines des grains de deux phases en présence. Cela permettra de retranscrire l'anisotropie des propriétés mécaniques à l'échelle des grains. Le champ de contrainte sera alors modifié. Ces nouvelles simulations plus complexes pourront permettre de mieux identifier le potentiel défaut critique de l'AlSi CE9F et de s'intéresser aux mécanismes de la propagation de fissure au sein de la microstructure du matériau.

Annexe C : Maillages

Les figures suivantes présentent les graphes liant la probabilité de rupture avec le nombre d'éléments dans l'épaisseur et les arcs de cercles pour les éprouvettes technologiques.

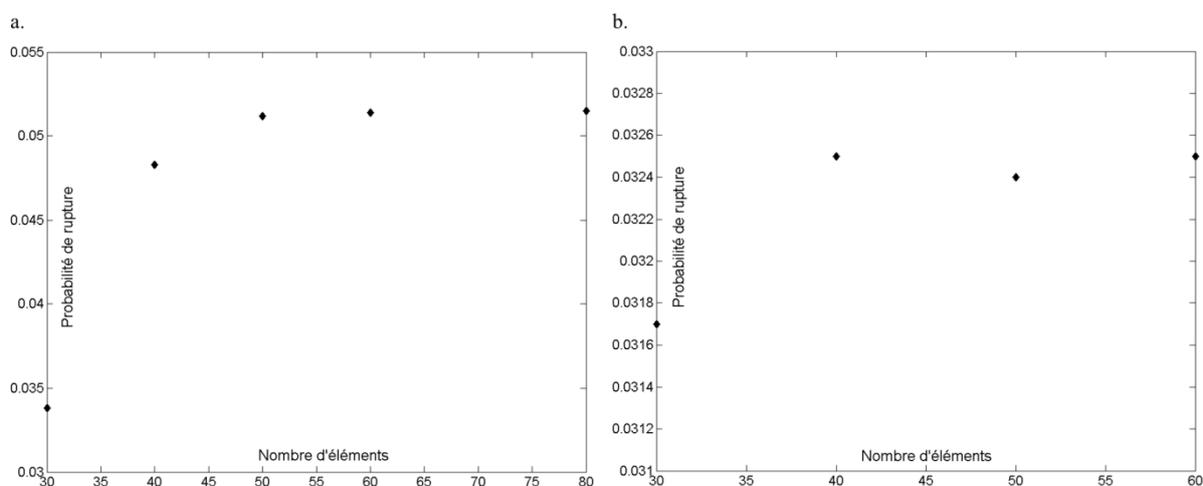


Figure 148 : Variation de la probabilité de rupture de l'éprouvette en T en fonction du nombre d'éléments dans l'épaisseur (a.) et dans l'arc de cercle (b.) pour une interpolation quadratique.

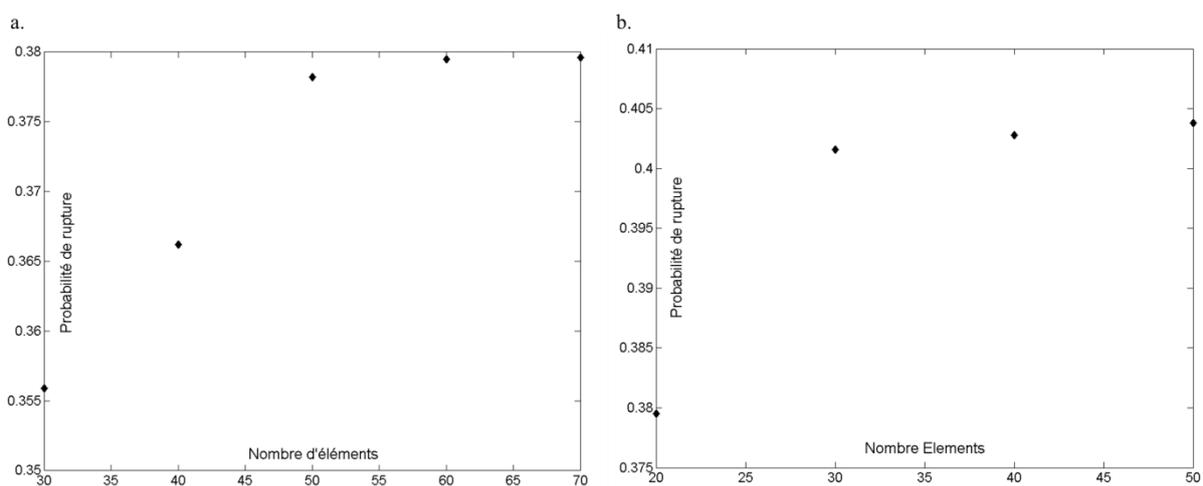


Figure 149 : Variation de la probabilité de rupture de l'éprouvette percée en fonction du nombre d'éléments dans l'épaisseur (a.) et dans l'arc de cercle (b.) pour une interpolation quadratique.

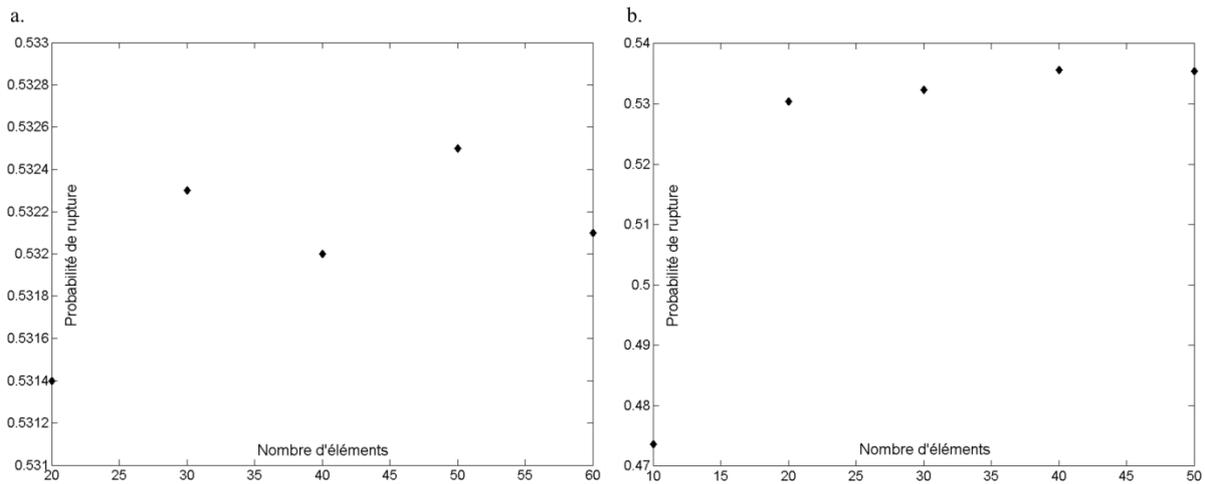


Figure 150 : Variation de la probabilité de rupture de l'éprouvette visée en fonction du nombre d'éléments dans l'épaisseur (a.) et dans l'arc de cercle (b.) pour une interpolation quadratique.

La deuxième moitié de l'annexe liste les maillages retenus des différentes simulations réalisées lors des travaux de thèse. Les paramètres et le type de maillage sont précisés pour les éprouvettes normées et technologiques.

Eprouvette normalisée de flexion

Eléments hexaédriques à interpolation quadratique avec une taille moyenne de 0,2 mm et la présence de 60 éléments dans l'épaisseur.

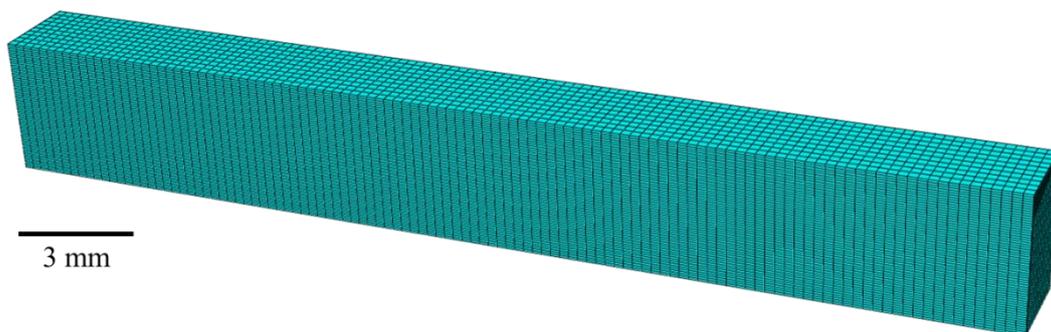


Figure 151 : Représentation du maillage de l'éprouvette normalisée de flexion quatre points.

Eprouvette en T

Eléments hexaédriques à interpolation quadratique avec une taille moyenne de 0,2 mm.

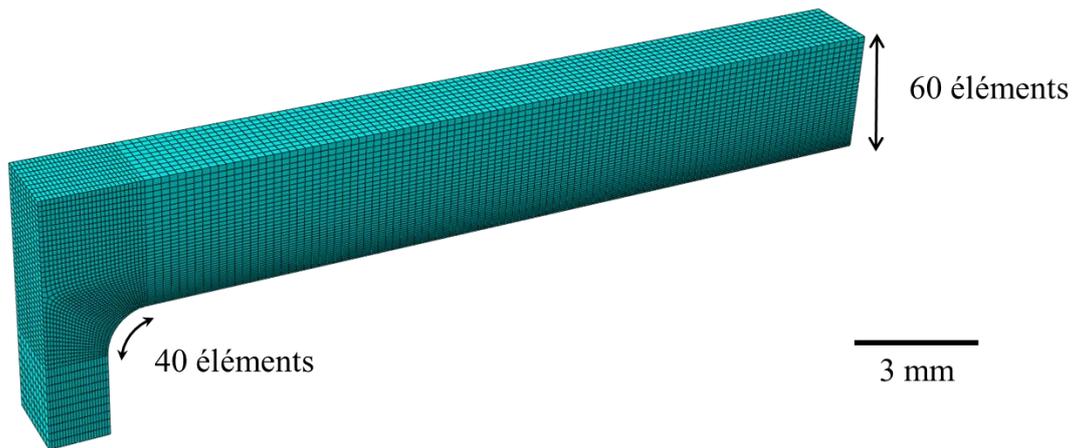


Figure 152 : Représentation du maillage de l'éprouvette en T sollicitée en flexion quatre points.

Eprouvette percée

Eléments hexaédriques à interpolation quadratique avec une taille moyenne de 0,2 mm.

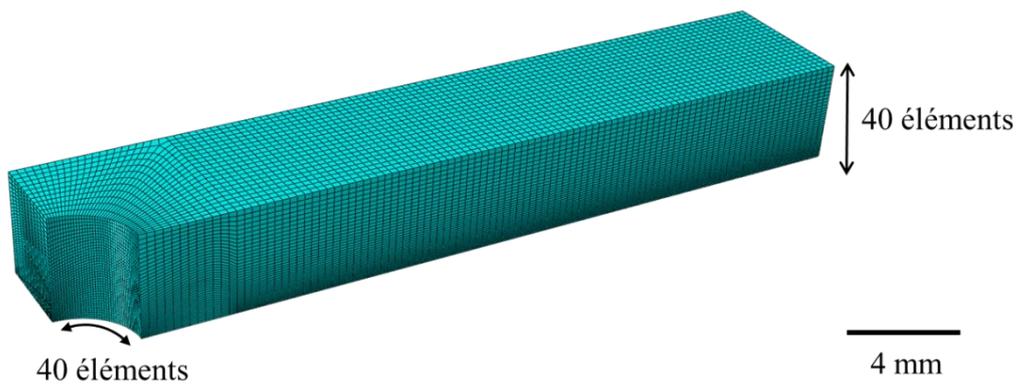


Figure 153 : Représentation du maillage de l'éprouvette percée sollicitée en flexion quatre points.

Eprouvette vissée

Eléments hexaédriques à interpolation quadratique pour l'éprouvette vissée avec une taille moyenne de 0,2 mm.

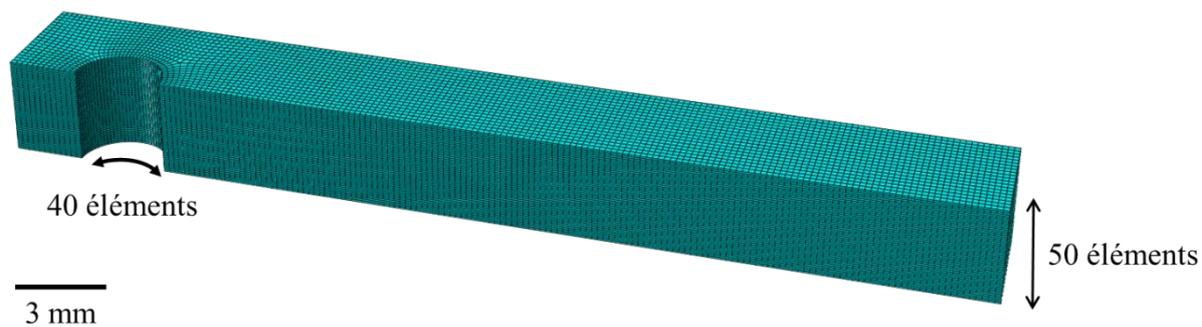


Figure 154 : Représentation du maillage de l'éprouvette vissée sollicitée en flexion simple.

Fenêtre en alumine HTCC

Eléments hexaédriques et tétraédriques à interpolation quadratique.

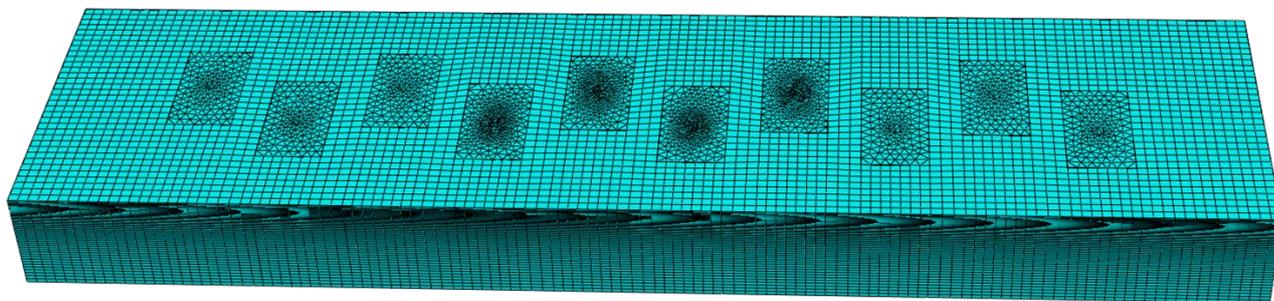


Figure 155 : Représentation du maillage de la fenêtre en alumine HTCC sollicitée en flexion quatre points.

Boîtier en AISi et en Kovar

Eléments hexaédriques et tétraédriques à interpolation linéaire.

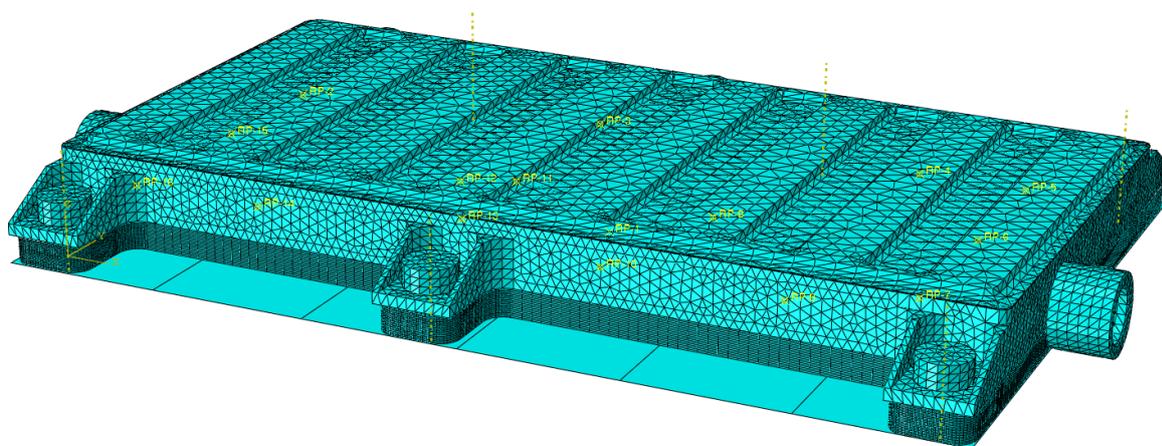


Figure 156 : Représentation du maillage du boîtier de protection soumis à en sollicitation de choc mécanique et de cycle thermique.

Caractérisation et modélisation probabiliste de la rupture fragile de l'AlSi CE9F et d'une alumine cofrittée pour composants embarqués à applications spatiales

La démarche actuelle des industries aérospatiales est de diminuer le coût de lancement des engins spatiaux par une réduction de la masse des composants. Dans l'optique de cette démarche, de nouveaux matériaux sont élaborés et permettent de satisfaire aux exigences de densification, de dissipation thermique et de réduction de masse des équipements électroniques embarqués dans les satellites. Cette thèse est une contribution à l'étude de deux de ces matériaux, l'AlSi CE9F et une nuance d'alumine cofrittée à température, destinés à réaliser des boîtiers hybrides de protections de composants électronique, initialement conçu en Kovar[®]. Les objectifs sont d'affiner les connaissances sur propriétés mécaniques des deux matériaux et de mettre en place des règles de conceptions propres à leurs comportements mécaniques.

En effet, l'AlSi CE9F et l'alumine ont un comportement à rupture fragile. La détermination de leurs résistances à la rupture est alors réalisée dans le cadre de la théorie de Weibull. Des séries d'essais de flexion quatre points et trois points sont effectués. Elles permettent d'identifier les paramètres de Weibull des deux matériaux à température ambiante et de mettre en évidence les effets de volume. L'étude expérimentale est poursuivie sur l'AlSi CE9F afin de déterminer l'influence de la température sur ses propriétés mécaniques à travers deux approches. La première s'intéresse à une variation monotone de la température et la seconde à des cycles thermiques entre -50 et 125°C. Si la première étude ne montre qu'une faible évolution du module d'élasticité, la seconde démontre que les cycles thermiques contribuent à l'amélioration de la résistance à la rupture de l'AlSi CE9F. Cette augmentation de la contrainte à la rupture se traduit également par une évolution de sa microstructure.

Dans un second temps, un modèle de Weibull est numériquement mis en place à partir des paramètres identifiés et du critère de la contrainte équivalente de Freudenthal. Ce critère est analysé et validé à travers l'étude de trois éprouvettes en AlSi CE9F à chargements complexes. Le modèle validé est enfin utilisé pour décrire le comportement mécanique de deux composants dans différentes configurations de sollicitation, réalisés respectivement en alumine HTCC et en AlSi CE9F. Une méthodologie de dimensionnement est alors mise en place et permettra de disposer de nouvelles règles de conception équivalentes à celles existant sur les matériaux classiques.

Mots-clés : Rupture fragile ; Analyse thermoélastique ; Modèle de Weibull ; Eléments finis, Applications spatiales.

Characterization and probabilistic modeling of brittle fracture of AlSi CE9F and a co-fired alumina for on-board components for space applications

The aerospace companies currently want to decrease the price of spacecraft launching with a reduction of the mass components. New materials were recently developed to satisfy the rising requirements of thermal dissipation, densification and weight decrease of on-board electronic equipment intended to satellite. This thesis is a contribution to the characterization of two of these innovative materials: AlSi CE9F and a grade of alumina HTCC. These materials are designed to manufacture hybrid boxes for computing chips, originally made in Kovar[®]. The objectives are to improve the mechanical properties knowledge of these materials and to develop a know-how design specific to their mechanical behaviours.

Indeed, AlSi CE9F and alumina have brittle fracture behaviour. The strength analysis is also realized in connection with the Weibull theory. The Weibull's parameters are identified from the four points and three points bending strength and the volume effects are highlighted. The experimental study is completed by the analysis of the temperature influence on the mechanical properties of AlSi CE9F through two approaches. The first one considers a monotonic variation of temperature and shows a minor evolution of the elastic modulus. The second one proves that thermal cycles between -50 and 125°C improve the strength value of AlSi CE9F. This increase is also reflected by an evolution of its microstructure.

Secondly, a Weibull's model is numerically established based on identified parameters and the Freudenthal's equivalent stress criterion. The Freudenthal's criterion is analysed and confirmed through the study of complex loading samples made in AlSi CE9F. The confirmed model is finally used to describe the mechanical behaviours of two components respectively made in AlSi CE9F and alumina HTCC, thoroughly in several loading configurations. A design methodology is developed and will bring new rules in modelling and design, closed to those existing in conventional materials.

Keywords: Brittle behaviour, Thermoelastic analysis, Weibull's model, Finite elements, Space applications.