



**HAL**  
open science

**Caractérisation et modélisation du comportement  
thermomécanique d'un composite 3D carbone/carbone :  
étude du comportement aux interfaces à haute  
température**

Adrien Gillard

► **To cite this version:**

Adrien Gillard. Caractérisation et modélisation du comportement thermomécanique d'un composite 3D carbone/carbone : étude du comportement aux interfaces à haute température. Chimie-Physique [physics.chem-ph]. Université de Bordeaux, 2017. Français. NNT : 2017BORD0021 . tel-01513560

**HAL Id: tel-01513560**

**<https://theses.hal.science/tel-01513560v1>**

Submitted on 25 Apr 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 PRÉSENTÉE  
POUR OBTENIR LE GRADE DE  
**DOCTEUR DE**  
**L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX**

ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES CHIMIQUES

Physico-chimie de la matière condensée

Par Adrien GILLARD

**CARACTÉRISATION ET MODÉLISATION DU COMPORTEMENT  
THERMOMÉCANIQUE D'UN COMPOSITE 3D CARBONE/CARBONE**  
Étude du comportement aux interfaces à haute température

Sous la direction de Gérard VIGNOLES

Soutenue le 03/03/2017

Membres du jury :

|                         |   |            |
|-------------------------|---|------------|
| M. RÉMOND, Yves         | Professeur à l'Université de Strasbourg         | Président  |
| M. DELANNAY, Laurent    | Professeur à l'Université Catholique de Louvain | Rapporteur |
| M. REYNAUD, Pascal      | Chargé de Recherche CNRS au MATEIS              | Rapporteur |
| M. HALM, Damien         | Professeur à l'ENSMA                            | Examineur  |
| M. CHUPIN, Sylvain      | Ingénieur Chercheur CEA Le Ripault              | Examineur  |
| M. VIGNOLES, Gérard     | Professeur à l'Université de Bordeaux           | Examineur  |
| M. COUÉGNAT, Guillaume  | Ingénieur de Recherche CNRS au LCTS             | Examineur  |
| M. CATY, Olivier        | Maitre de Conférences INP Bordeaux              | Invité     |
| M. TALLARON, Christophe | Ingénieur Chercheur CEA Le Ripault              | Invité     |



**Titre :** Caractérisation et modélisation du comportement thermomécanique d'un composite 3D carbone/carbone. Étude du comportement aux interfaces à haute température.

**Résumé :** Les composites 3D C/C sont utilisés, entre autres, comme bouclier thermique dans le domaine aérospatial en raison de leurs propriétés thermomécaniques et de leur résistance à l'ablation à haute température. Si leur comportement macroscopique a déjà été largement étudié par le passé, aucun modèle ne permet actuellement de relier de manière satisfaisante le comportement des constituants au comportement effectif du composite. En particulier, les modèles phénoménologiques ne permettent pas d'anticiper l'effet d'un éventuel changement de constituant. De plus, le rôle des interfaces dans le comportement hors-axe du composite reste à déterminer. L'objectif de ce travail est donc d'établir un modèle multi-échelle du comportement thermomécanique d'un 3D C/C en s'intéressant plus particulièrement au rôle des interfaces à haute température. Ce travail s'articule autour de la caractérisation de la morphologie et du comportement thermomécanique du matériau et de ses constituants. Le développement d'un dispositif original de push-out a notamment permis de mesurer les propriétés des interfaces baguette/baguette et fibre/matrice en température. Ces données expérimentales ont été intégrées à un modèle numérique du matériau à l'échelle mésoscopique. Un modèle de zone cohésive ad hoc a été développé afin de prendre en compte le comportement spécifique des interfaces. Les simulations éléments finis ainsi réalisées ont permis de reproduire avec succès le comportement non-linéaire du matériau de même que l'évolution de ses propriétés effectives avec la température. Ce modèle permet ainsi de relier les mécanismes d'endommagement observés aux échelles inférieures au comportement macroscopique du 3D C/C.

**Mots clés :** composite C/C ; interfaces ; caractérisation ; modélisation

---

**Title:** Characterization and modeling of the thermo-mechanical behavior of a 3D carbon/carbon composite. Study of the interfacial behavior at elevated temperatures.

**Abstract:** C/C composites are used as shield for aerospace applications since they display beneficial thermo-mechanical properties at high temperature, as well as high resistance to ablation. Though the macro-scale behavior was thoroughly studied in the past, no model can efficiently tie the properties of the constituents at the meso-scale to the effective macroscopic behavior. In addition, the phenomenological models proposed so far cannot predict a change in the composition. Besides, the interfaces influence on the out-of-axis mechanical behavior of the composite is yet to be evaluated. Thus, the goal of this work is to build a multi-scale model for the thermo-mechanical behavior of a 3D C/C, with a particular focus on the interfacial properties and its evolution with temperature. This study is based on the morphological and thermo-mechanical characterization of the material and its constituents. An original push-out test device has been developed to conduct high-temperature interfacial characterization at two scales (yarn/yarn and fiber/matrix interfaces). Collected experimental data were used for modeling purposes at the meso-scale. A cohesive zone model has been developed to take into account the specific behavior of the interfaces. Finite element simulations were successfully performed to reproduce the non-linear behavior of the material including the effective properties evolution with temperature. This model allowed to effectively link the damage mechanisms observed at the lower scale to the 3D C/C macro-scale behavior.

**Keywords:** composite C/C; interfaces; characterization; modeling

---



## **Unité de recherche**

Laboratoire des Composites Thermo-Structuraux (LCTS)  
UMR 5801 CNRS-Université de Bordeaux-SAFRAN-CEA  
3 allée de la Boétie, 33600 Pessac

---



Il est coutumier de citer un proverbe en guise d'accroche. N'étant pas très littéraire, j'ai retenu le proverbe latin *credendo vides* peut se traduire par "si tu crois, tu vois". A priori, il semble à l'opposé de la démarche scientifique qui doit écarter le côté apparent et subjectif pour garantir l'objectivité de ses travaux. Il traduit cependant très bien l'inspiration émanant du récent essor des sciences et technologies dans nos sociétés modernes. Il met en avant une réalité plus complexe, l'objectivité ne peut être parfaite et le scientifique est souvent porté par ses convictions et ses passions. C'est en ce sens que j'ai entrepris cette brève mais passionnante expérience de la recherche, confrontant mes connaissances théoriques à mes intuitions scientifiques.

Mes travaux de thèse ont été réalisés au Laboratoire des Composites Thermo-Structuraux (LCTS), unité mixte de recherche (UMR5801) CNRS-Université de Bordeaux-SAFRAN-CEA. Je tiens à remercier les deux directeurs successifs, **Francis Teyssandier** et **Gérard Vignoles**, les deux administrateurs successifs, **François Trouilleux** et **Roger Fischer**, pour l'accueil au sein du laboratoire et la réalisation de mes travaux de recherche dans les meilleures conditions possibles. Je remercie **Florence Croizer** au secrétariat pour ses conseils (et les potins du labo), mais surtout pour ces nombreux échanges si enrichissant sur le plan humain. Des remerciements sont également de mise pour **Christian Duhau**, son grand sourire (intérieur) et sa grande culture modestement cantonnée à l'accueil. Un grand merci à **Thierry Malard**, responsable informatique, bien que tumultueux au début, j'aime à croire que nos échanges se sont réchauffés au cours des années.

Je souhaiterais ensuite remercier à nouveau **Gérard Vignoles**, Professeur à l'Université de Bordeaux et Directeur de thèse, pour ce sujet de thèse, le suivi confiant, les nombreux échanges et la grande liberté tout au long de ces trois années. Des remerciements également pour mes encadrants, **Olivier Caty**, Maître de conférences à l'INP Bordeaux et **Guillaume Couégnat**, Ingénieur de Recherche au CNRS, pour le suivi au quotidien et les nombreux conseils.

Je souhaite ajouter un mot spécialement envers **Guillaume Couégnat**. Guillaume, ton discours de remerciements lors de ma soutenance de thèse m'a profondément touché et ému. Il fait désormais partie de ces événements marquants de cette période ma vie que je n'oublierai jamais, qui continuent de briller malgré les années et la distance. Je ne puis t'exprimer avec des mots combien je te suis reconnaissant de cette formation, tant professionnellement que humainement. Si l'histoire ne dira pas combien tu as joué un rôle prépondérant dans mon encadrement, mes remerciements le feront. Ce parcours menant au grade de docteur ne peut se raconter sans mentionner le "Chef", sans décrire la justesse de ses conseils, sa vision perçante et sa droiture tout au long de ces années au LCTS. Ce parcours ne peut se raconter sans mentionner ces nombreux débarquements inopinés dans ton bureau, pas toujours justifiés, pas toujours très utiles, mais je l'espère agréables. Ce parcours ne peut se raconter sans rappeler ces pauses si longues au milieu de tes phrases, un vrai challenge de patience face à ma spontanéité trébuchante. Ce parcours ne peut se raconter sans cette intelligence dans tes propos, dans les relations humaines et dans ton discours scientifique, j'ai beaucoup appris dans ce domaine, et ce, directement de toi. Merci d'avoir été à mon écoute, en particulier lors des épreuves difficiles dépassant largement le cadre de la thèse. Merci.

Je tiens maintenant à remercier le **CEA** pour la bourse de thèse, pour le sujet particulièrement large et intéressant, et le matériau pour les expérimentations (qu'il y ait un renfort fibreux ou pas d'ailleurs). J'ai réellement apprécié le soutien dans ce cadre de recherche en laboratoire, et la grande liberté dont j'ai joui quant à l'approche et la démarche suivie. J'en profite pour adresser ma gratitude plus précisément à **Sylvain Chupin**, **Patrick David** et **Alexandre Allemand**. Puisse-t-ils être satisfaits des résultats de ma thèse.

Je remercie Monsieur **Yves Rémond**, Professeur à l'Université de Strasbourg, pour l'intérêt qu'il a bien voulu porter à ce travail de recherche en acceptant la présidence du jury. J'ai été particulièrement sensible à l'intérêt que Messieurs **Laurent Delannay**, Professeur l'Université catholique de Louvain et **Pascal Reynaud**, Chargé de Recherche au CNRS, ont porté à mes travaux en acceptant d'être rapporteur. Que Messieurs **Damien Halm**, Professeur à l'ENSMA et **Sylvain Chupin**, Ingénieur Chercheur au CEA, me permettent de leur exprimer toute ma reconnaissance pour avoir accepté d'être examinateur. Merci enfin à **Christophe Tallaron** pour avoir accepté l'invitation et pour les échanges particulièrement intéressants.

Qu'il me soit permis de remercier l'ensemble des contributeurs du LCTS pour leur aide, **Muriel Alrivie**, **Julien Danet** et **Catherine François** pour la préparation d'échantillons et les formations aux moyens de caractérisation ; **Laurine Lapuyade** pour la dilatométrie ; **Bruno Humez** et **Patrick Cazabat** pour la précieuse aide pour les caractérisations thermomécaniques ; **Pierre Bordenave** pour ses conseils ; des remerciements appuyés envers **Georges Chollon** pour ses idées toujours originales, son temps et sa patience, sa grande culture scientifique et ses nombreux trésors ; merci à **Arnaud Delehouzé** (aka l'ouragan du LCTS) pour ses coups de main toujours appréciés et les quelques inventions originales qui ne figurent pas dans ce mémoire. Qu'ils trouvent ici, l'expression de toute ma sympathie et une infinie gratitude.

J'ai ensuite une pensée très émue envers **Patrick Weisbecker**, parti bien trop tôt et bien trop brutalement. Il est indéniable qu'un peu de chacun d'entre nous est également parti ce jour-là. Patrick, tu vis encore dans nos cœurs et dans nos pensées. J'ai appris à te connaître, avec ta joie de vivre, ton humour, ton intellect et ta passion pour tant de choses. J'aime à dire que tu étais un ami, en tout cas un collègue et un spéléo. Par ailleurs, j'aurais également voulu comprendre ce que tu entendais par "petit bitou". J'ai naturellement une pensée toute aussi émue envers sa femme et ses deux enfants, qui je l'espère, savent à quel point il a compté pour nous.

Je n'oublie pas tout le collectif de **doctorants**, de **stagiaires** et autres **CDD** que j'ai eu la chance de côtoyer durant ces 3 années de thèse. Je garde en mémoire toutes des discussions fructueuses, sur des plans dépassant largement le cadre professionnel. Vous êtes le cœur du laboratoire, vous avez rendu cette période de ma vie si agréable et enrichissante. Je souhaite adresser des pensées particulières envers certains d'entre vous. Tout d'abord, **Amandine Loriaux**, que je tiens à remercier pour cette grande amitié qui dure depuis mon arrivée en stage au LCTS. Merci pour ton soutien psychologique dans mes tourmentes amoureuses, pour tes conseils au quotidien, pour ton oreille attentive et ton épaule, tous ces cadeaux et ces goûters qui ont su combler mon cœur. Je souhaite également remercier **Simon Essongue**, mon co-bureau, pour les conseils et la patience (hé oui je suis bavard). Ensuite, **Morgan Charron**, tant de bonnes choses à dire, et quelques regrets, mais globalement des mots qui manquent quand il vient le temps de te remercier pour tout ce que tu as apporté, croisés et âme, à ce laboratoire. C'est un travail ingrat qui ne porte pas son nom mais dont chacun sait reconnaître ta contribution. Puis, **Paul Carminati**, on ne m'a jamais expliqué ce que tu faisais dans le bureau de Rémi, mais j'ai bien apprécié tous nos échanges, tous ces points volés à la coinche, et ces soirées enflammées. **Cyril Levet**, j'ai agréablement appris à te connaître au fil des années, à découvrir quelqu'un de, bien que discret, profondément aimable. Enfin, *last but not least*, **Rémi Bertrand** aka fox l'aventurier. Rémi, je ne saurais dire combien tu as apporté à cette expérience au LCTS. Merci pour m'avoir donné goût à l'aventure, aux randonnées en montagne, à la spéléo, ainsi que pour ces cours accélérés de ski. Merci d'avoir brisé ma routine quotidienne pour me montrer que l'on n'a qu'une vie et combien il est bon de s'en saisir.

Je tiens à honorer les amitiés que j'ai eu la chance de tisser depuis mon arrivée sur Bordeaux. Tout d'abord, il y a ces rencontres liés à la pratique du badminton, à l'US-Talence (**Aline, Jérôme et Neuza, Florian**, etc.) comme au CAES du CNRS (**Ahmed, Jo, Fabrice**, etc.). Je remercie tous les inscrits au foot du CAES du CNRS, pour ces grands moments et les nombreux conseils. J'ai également une infinie gratitude envers les spéléos du GESA (**David, Dominique, Thomas et Marion, Erwan, Jean-Laurent, JP, Yann, Marie, Cécile**, etc.). J'ai enfin une pensée spéciale pour **David L. et Marie**, bientôt parents d'une petite fille, pour tous ces bons moments, ces précieux échanges et cette longue amitié.

Je souhaite enfin remercier ma **famille**, dont certains ont même fait le déplacement à ma soutenance. J'ai été particulièrement sensible à votre soutien. J'ai également une pensée émue envers mon père, qui je suis sûr était parmi nous au jour de ma soutenance, lui qui m'a donné cette passion pour la science. Puisse-tu être fier.



À Patrick



# Table des matières

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Introduction générale</b>  | <b>1</b>  |
| Les composites carbone/carbone (C/C)  | 3         |
| Le composite 3D C/C   | 7         |
| Objectifs et démarche   | 8         |
| Plan du mémoire   | 11        |
| <b>1 Caractérisation de la morphologie du 3D C/C aux différentes échelles</b> | <b>13</b> |
| 1.1 Le composite : structure et constituants                                  | 15        |
| 1.2 Les baguettes : fibres, matrice et microporosités                         | 17        |
| 1.3 Les octets de matrice : texture et macroporosité                          | 21        |
| 1.4 Les méso-interfaces : composition et structure                            | 23        |
| 1.5 Bilan et perspectives   | 25        |
| <b>2 Caractérisation thermomécanique du 3D C/C et de ses constituants</b>     | <b>27</b> |
| 2.1 Introduction  | 29        |
| 2.2 Comportement mécanique à l'ambiante                                       | 31        |
| 2.2.1 Essais macroscopiques sur le 3D C/C                                     | 31        |
| 2.2.2 Compléments sur des matériaux similaires au 3D C/C                      | 37        |
| 2.2.3 Caractérisation des méso-constituants                                   | 39        |
| 2.2.4 Caractérisation des micro-constituants                                  | 41        |
| 2.2.5 Bilan des propriétés mécaniques à l'ambiante                            | 42        |
| 2.3 Évolution avec la température   | 45        |
| 2.3.1 Données de la littérature   | 45        |
| 2.3.2 Essais macroscopiques à haute température                               | 47        |
| 2.3.3 Essais microscopiques à haute température                               | 50        |
| 2.3.4 Bilan sur l'influence de la température                                 | 51        |
| 2.4 Caractérisation de l'expansion thermique                                  | 53        |
| 2.4.1 Expansion thermique du 3D C/C   | 53        |
| 2.4.2 Expansion thermique des méso-constituants                               | 57        |
| 2.4.3 Expansion thermique des micro-constituants                              | 59        |
| 2.4.4 Bilan des expansions thermiques   | 61        |
| 2.5 Bilan des propriétés thermomécaniques                                     | 62        |
| <b>3 Caractérisation du comportement des interfaces à haute température</b>   | <b>65</b> |
| 3.1 Introduction  | 67        |
| 3.1.1 Les interfaces dans le 3D C/C   | 67        |
| 3.1.2 Essai de push-out   | 69        |
| 3.1.3 Objectifs et démarche   | 71        |
| 3.2 Caractérisation des méso-interfaces par push-out                          | 73        |
| 3.2.1 Caractérisation à l'ambiante  | 73        |
| 3.2.2 Effet de la température   | 79        |

|          |  |            |
|----------|--|------------|
| 3.2.3    | Bilan de la caractérisation des méso-interfaces . . . . .                  | 83         |
| 3.3      | Caractérisation des micro-interfaces . . . . .                             | 85         |
| 3.3.1    | Caractérisation à l'ambiante . . . . .                                     | 85         |
| 3.3.2    | Influence de la température . . . . .                                      | 99         |
| 3.3.3    | Bilan de la caractérisation des micro-interfaces . . . . .                 | 103        |
| 3.4      | Bilan de la caractérisation des interfaces . . . . .                       | 104        |
| <b>4</b> | <b>Modélisation et simulation des mécanismes à l'échelle macroscopique</b> | <b>107</b> |
| 4.1      | Introduction . . . . .   | 109        |
| 4.1.1    | Travaux antérieurs et littérature . . . . .                                | 109        |
| 4.1.2    | Objectifs . . . . .  | 113        |
| 4.1.3    | Démarche et méthodes . . . . .   | 113        |
| 4.2      | Modélisation du comportement . . . . .                                     | 115        |
| 4.2.1    | Géométrie et maillage . . . . .  | 115        |
| 4.2.2    | Modélisation du comportement des méso-constituants . . . . .               | 117        |
| 4.2.3    | Modélisation du comportement des méso-interfaces . . . . .                 | 119        |
| 4.2.4    | Optimisation des propriétés des constituants . . . . .                     | 123        |
| 4.2.5    | Optimisation des propriétés aux interfaces . . . . .                       | 125        |
| 4.2.6    | Validation de l'expansion thermique . . . . .                              | 129        |
| 4.3      | Simulations d'essais de caractérisation . . . . .                          | 133        |
| 4.3.1    | Tractions/compressions axiales HT . . . . .                                | 133        |
| 4.3.2    | Traction/compression hors-axe HT . . . . .                                 | 139        |
| 4.3.3    | Essais de torsion Z HT . . . . .   | 147        |
| 4.4      | Bilan et perspectives . . . . .  | 151        |
|          | <b>Conclusion générale</b>   | <b>153</b> |
|          | Contexte et objectifs . . . . .  | 155        |
|          | Principaux résultats . . . . .   | 157        |
|          | Perspectives . . . . .   | 161        |
| <b>A</b> | <b>Techniques de caractérisation de la morphologie</b>                     | <b>163</b> |
| <b>B</b> | <b>Dispositif de push-out à 25°C</b>                                       | <b>167</b> |
| <b>C</b> | <b>Dispositif de push-out à haute température</b>                          | <b>175</b> |
| <b>D</b> | <b>Dispositif de dilatométrie 1200°C</b>                                   | <b>187</b> |
| <b>E</b> | <b>Éléments de modélisation à l'échelle macroscopique</b>                  | <b>193</b> |
| <b>F</b> | <b>Éléments de modélisation à l'échelle mésoscopique</b>                   | <b>197</b> |
| <b>G</b> | <b>Éléments de modélisation à l'échelle microscopique</b>                  | <b>203</b> |







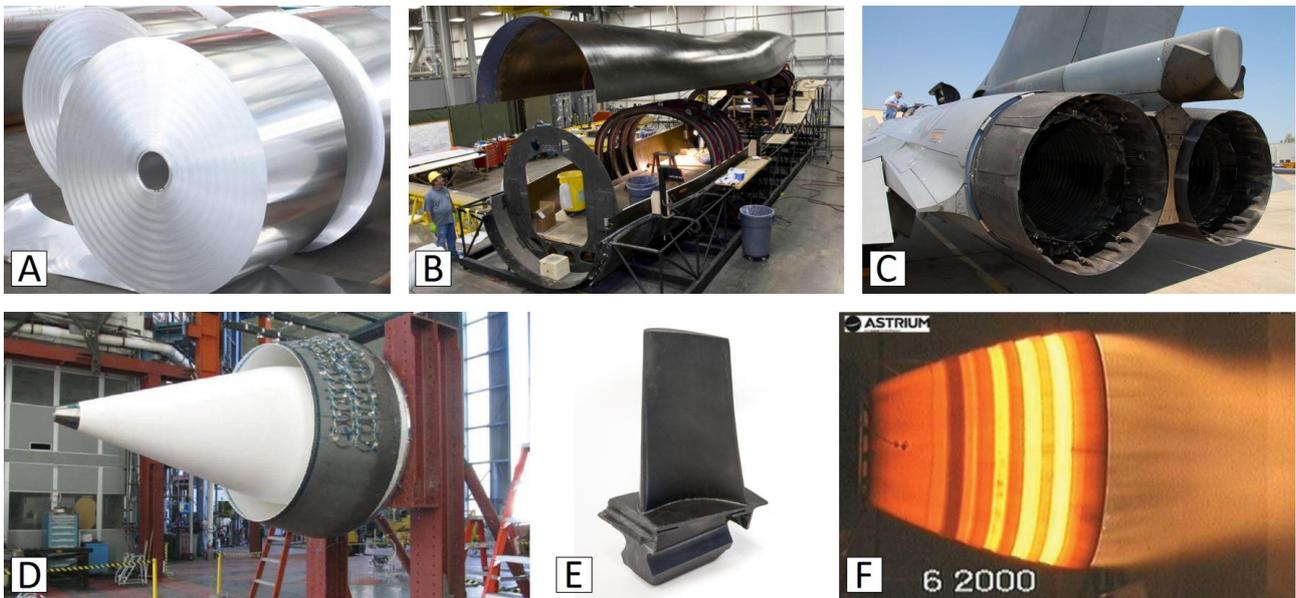


FIGURE 1 – Différentes applications utilisant des matériaux composites. A : Aluminium plaqué acier pour panneaux à induction. B : Fuselage d’avion en CMO. C : Volets du Rafale en CMC. D : Corps de tuyère pour l’aéronautique civil en CMC. E : Aube de turbine en CMC. F : Modèle réduit de tuyère pour l’aérospatial en CMC.

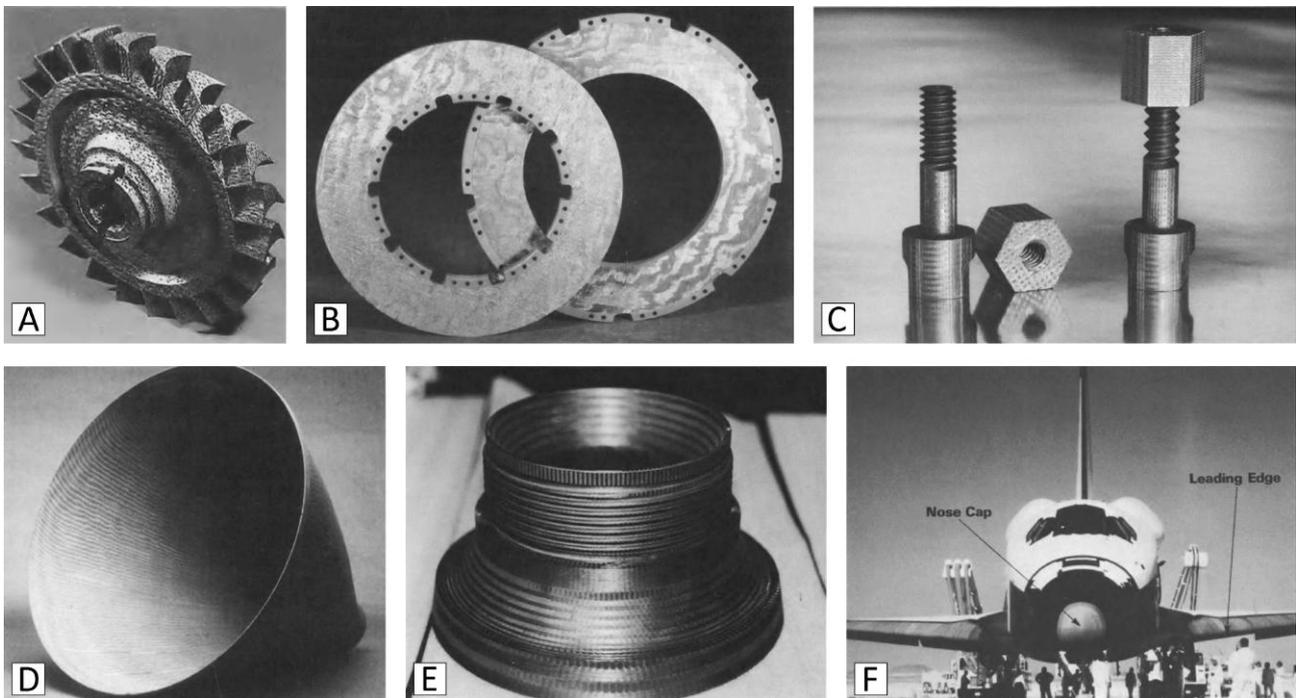


FIGURE 2 – Applications des composites C/C dans l’aéronautique, l’aérospatiale et l’industrie [Fitzer and Manocha, 1999, Savage, 1993]. A : Turbine, B : disques de frein, C : visseries, D : cône de sortie de tuyère, E : col de tuyère [Cluzel and Ladevèze, 1998, Lacoste et al., 2002], F : nez et bords d’attaque des ailes de la navette spatiale de l’USAF [Buckley and Edie, 1993].

# 1. Les composites carbone/carbone (C/C)

**Les matériaux composites** Concevoir un matériau composite consiste à associer plusieurs composants élémentaires pour obtenir des propriétés effectives plus intéressantes que celles des composants pris séparément. Pour les éléments structuraux, il s'agit de compromis entre légèreté, tenue mécanique, résistance à l'environnement, opérabilité à haute température... La plupart des composites sont composés d'un renfort et d'une matrice. Ces matériaux peuvent contenir des phases dispersées, des particules, des fibres ou encore des strates pour les matériaux laminés. Dans le cas des composites constitués de fibres, il existe de nombreuses architectures pour le renfort. Ces architectures forment la préforme, chacune est adaptée à une utilisation précise. Elle peut être composée de fibres de carbone, carbure, verre, aramide, chanvre, lin, etc. La matrice, infiltrée dans la préforme lors de la densification, rigidifie l'ensemble et forme une protection pour le renfort. Suivant l'utilisation, il existe des matrices organiques (thermodurcissables, thermoplastiques), métalliques (aciers, alliages d'aluminium) et céramiques (carbone, carbures, oxydes). Les composites formés sont respectivement des composites à matrice organique (CMO), métallique (CMM) et céramique (CMC). Des éléments adjuvants peuvent également être ajoutés pour améliorer les propriétés du matériau, catalyser la densification ou encore aider au démoulage de la préforme. La matrice peut également être multi-séquencée afin d'ajouter des fonctions comme l'auto-cicatrisation en cas de fissuration par exemple. Quelques exemples sont présentés en figure 1. Les composites ont su trouver de nombreuses applications grâce à leurs propriétés avantageuses par rapport aux matériaux classiques. Les composites "grand public" sont maintenant largement commercialisés, du manche de la raquette de tennis au cadre des vélos. D'autres composites, dits "hautes performances", avec des propriétés plus étudiées sont réservés à l'aéronautique et à l'aérospatiale pour des raisons de coûts.

**Les composites carbone/carbone** Les composites carbone-carbone (C/C) sont des matériaux avancés conçus pour des applications à haute température. Entièrement composés de carbone et renforcés à l'aide de fibres, ils font partie des composites à matrice céramique (CMC). Ils ont été développés dans les années 1960-1970 en tant que constituants pour missiles puis dans l'aérospatiale. Les températures d'utilisation peuvent atteindre 3000K pour certains équipements dans la propulsion spatiale. Ce choix de matériau se justifie par un fort ratio propriétés mécaniques sur masse volumique ainsi qu'une bonne tenue à haute température [Fitzer and Manocha, 1999, Savage, 1993]. Leur très faible expansion thermique permet également une grande tolérance aux chocs thermiques. Les durées de vie sous ces conditions extrêmes restent cependant très courtes. Historiquement, les C/C ont été utilisés dans un premier temps en tant qu'éléments de tuyère et bouclier thermique dans les missiles. La conquête spatiale a permis par la suite une réutilisation de ces matériaux pour les tuyères des fusées (cols et cônes de sortie [Cluzel and Ladevèze, 1998, Lacoste et al., 2002], figure 2-D et figure 2-E, [Fitzer and Manocha, 1999, Savage, 1993]) et les protections thermiques de navettes (figure 2-F, [Buckley and Edie, 1993]). Encore aujourd'hui, les C/C trouvent leur place dans l'aérospatial, notamment au sein du moteur à propulsion ionique Nuclear Electric Xenon Ion System. Profitant des précédents développements, l'industrie de la métallurgie et de la verrerie a réutilisé ces matériaux pour des applications civiles (figure 2-C). Des systèmes de freinage ont également intégré des disques en C/C dans les domaines de la course automobile et de l'aéronautique (figure 2-B). Des éléments pour la motorisation ont aussi été développés, que ce soit des pistons de moteurs à combustion ou des aubes de turbine (figure 2-A). Il existe également des applications pour le nucléaire [Simos, 2011] grâce à sa tenue à haute température (1200°C), sa résistance aux grandes doses de neutrons et d'ions, et aux environnements corrosifs et sa résistance aux chocs thermiques.

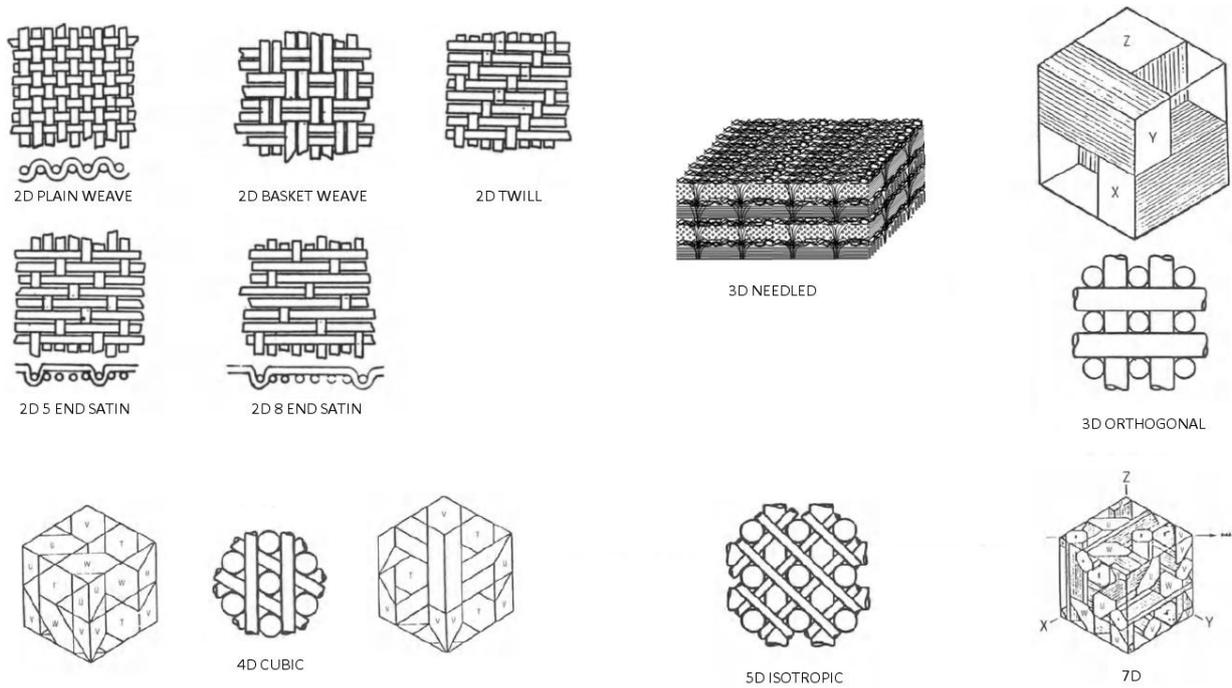


FIGURE 3 – Différents tissages usuels pour les composites C/C [Fitzer and Manocha, 1999].

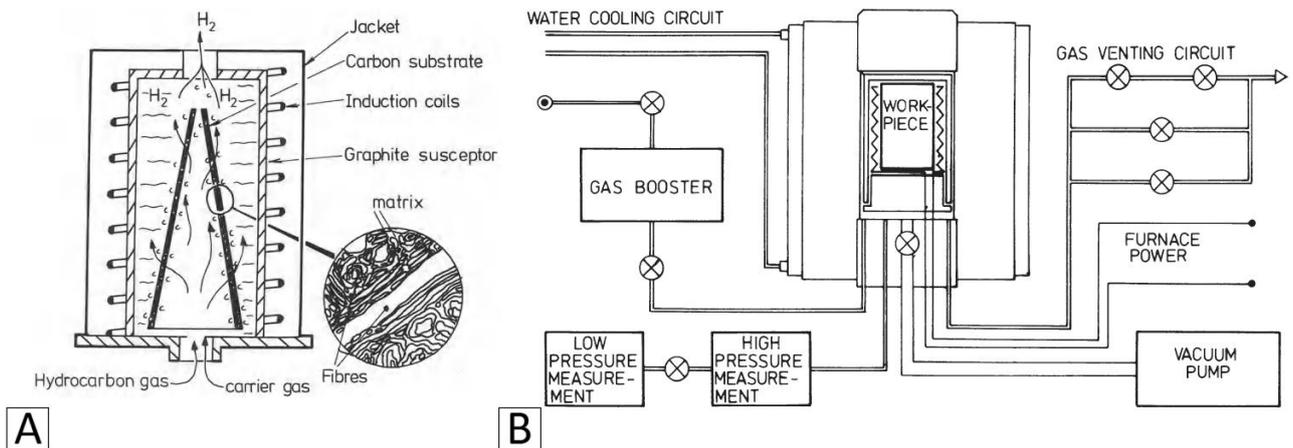


FIGURE 4 – Schéma des dispositifs de densification pour les principales voies de densification des C/C, la CVD/CVI (ici isotherme, A) et la PIP (B) [Savage, 1993].

La limite de ces matériaux reste l'oxydation sous air à chaud. À partir de 800°C, l'oxygène consomme fortement les composites C/C. Ainsi, ils ne peuvent être utilisés sous air que pour des applications à faible durée de vie (militaire, aérospatiale). Cependant, sous atmosphère neutre ou sous vide, il est possible d'utiliser le matériau et de profiter de ses propriétés à très haute température et pour des durées bien plus intéressantes.

**Architecture** La préforme est constituée d'un arrangement en fibres de carbone, ou plus rarement d'un précurseur fibreux à carboniser. Il s'agit du renfort du matériau, apportant la rigidité mécanique ainsi que d'éventuelles autres propriétés désirées (faible expansion thermique, conduction thermique, etc.). L'objectif est de couvrir avec le renfort fibreux un maximum de directions de chargement au sein du matériau. Ainsi, les axes de renforts sont judicieusement choisis au sein de la préforme lors du tissage. La figure 3 présente quelques-unes des architectures possibles [Savage, 1993, Fitzer and Manocha, 1999]. Des tissages 2D semblables à ceux utilisés dans le textile sont utilisés comme renforts plans dans des composites stratifiés. Les efforts mécaniques hors plan sont à éviter, car sollicitant les propriétés plus faibles de la matrice. Il existe également des architectures 3D orthogonales introduisant un renfort dans la direction hors plan. Un compromis est le 3D aiguilleté (tel le Novoltex<sup>®</sup> [Xu et al., 2015]), qui consiste à empiler des tissages 2D et à les aiguilleter pour créer un lien mécanique dans la direction hors plan. Enfin, des architectures plus complexes ont également été conçues avec de nombreux axes de renfort comme les 4D cubiques [Cluzel and Ladevèze, 1998, Ladevèze et al., 2000], le 5D isotrope et les 7D, ou encore des architectures spécifiques aux formes cylindriques. Chacun de ces tissages sert à une application précise.

**Densification** La phase de densification permet de rigidifier le matériau final en déposant la matrice de carbone dans la préforme. Elle offre une protection externe au renfort fibreux, allongeant sa durée de vie. Différents procédés de densification ont été imaginés, par infiltration voie gazeuse (Chemical Vapor Infiltration ou CVI, [Dietrich et al., 2012]) ou par voie liquide avec imprégnation/pyrolyse de brai (Polymer Infiltration and Pyrolysis ou PIP), parfois les deux voies combinées [Dekeyrel et al., 2013]. La figure 4 présente des schémas des dispositifs permettant la densification. La CVI consiste à diffuser un gaz réactif au sein d'une préforme poreuse portée à haute température. Le précurseur gazeux s'infiltré au sein de la préforme par simple diffusion ou par pression imposée, déposant du carbone par réaction chimique à la surface des fibres. Le procédé continue tant que les conditions le permettent et qu'un chemin de diffusion existe. Une fois toutes les porosités fermées, le processus s'arrête. La porosité résiduelle peut atteindre 10 à 15%. Ce procédé de densification induit peu d'endommagement des fibres, produit une matrice de grande pureté, laisse de faibles contraintes résiduelles et produit des matériaux avec de bonnes propriétés mécaniques. Cependant, cette voie est assez lente (plusieurs centaines d'heures), ne permet pas de combler toutes les porosités et les coûts de fabrication sont élevés. La PIP consiste à imprégner la préforme poreuse d'un polymère peu visqueux (résine, brai), puis à chauffer l'ensemble sous atmosphère neutre pour effectuer une pyrolyse. La phase d'imprégnation peut être réalisée sous pression. Ce cycle doit être répété plusieurs fois jusqu'à obtenir la densité désirée. Cette voie induit également peu d'endommagement des fibres et permet un bon contrôle de la microstructure de la matrice. Cependant, répéter les différents cycles est relativement long, il reste toujours une porosité résiduelle et le coût de fabrication est également élevé. Que la matrice déposée soit issue de CVI ou de PIP, il est établi qu'elle dépend fortement du procédé utilisé, autant pour sa texture que pour ses propriétés (comportement mécanique, expansion thermique, etc.). Des traitements thermiques peuvent également suivre les cycles de densification pour augmenter la densité finale du matériau.

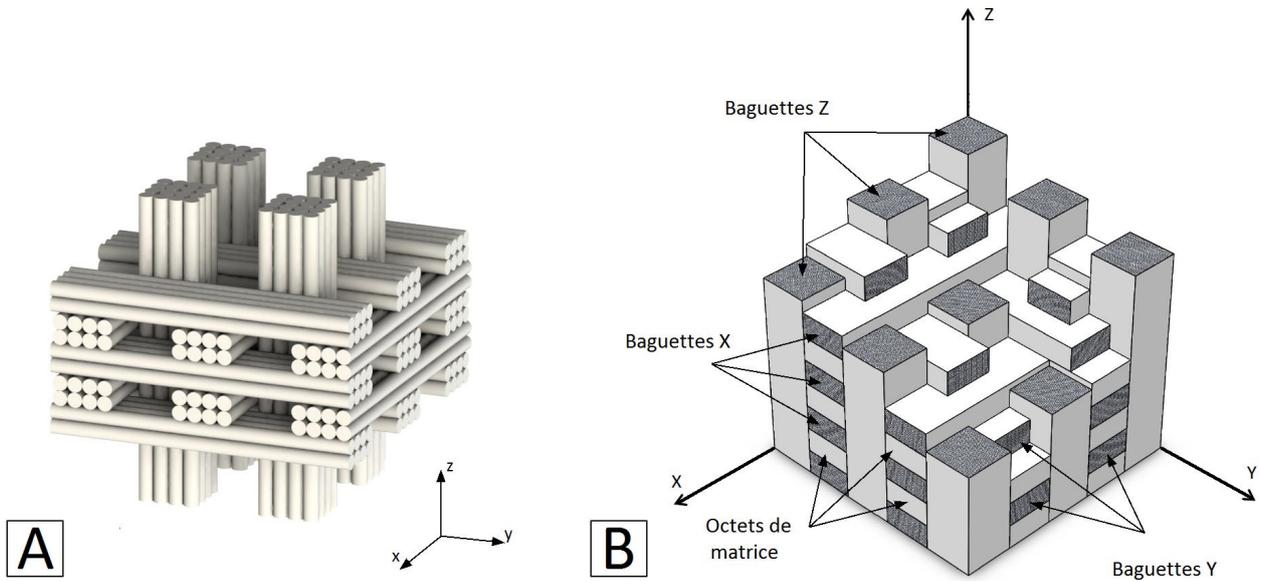


FIGURE 5 – Structure et composition du 3D C/C. A : la préforme avant la densification. B : la structure et les méso-constituants du composite 3D C/C.

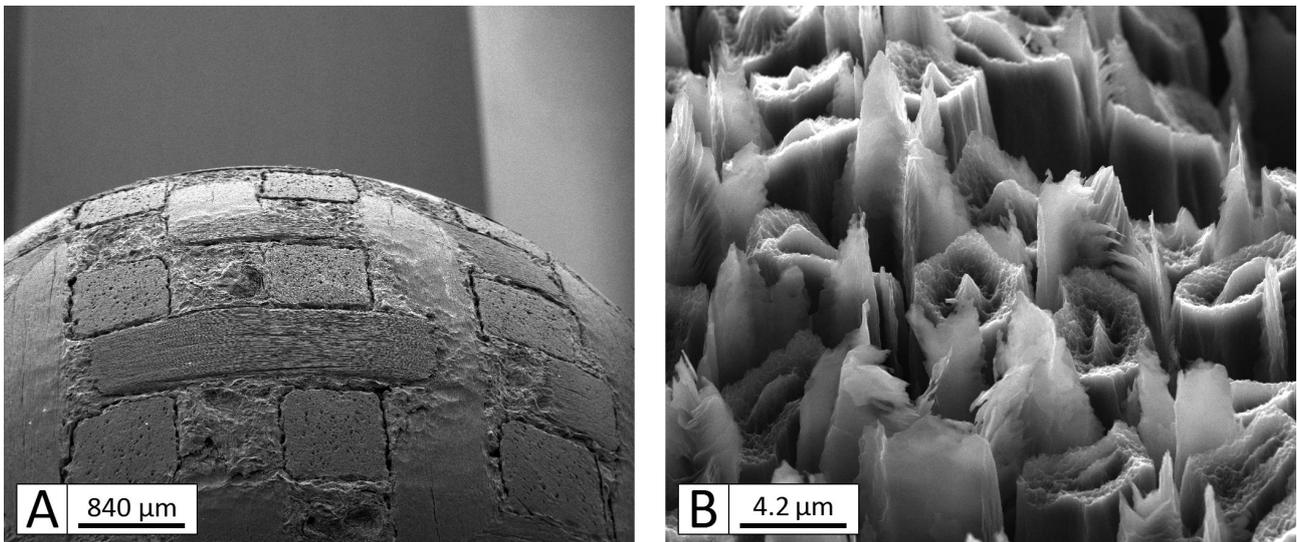


FIGURE 6 – Deux micrographies du 3D C/C après ablation au jet plasma [Lachaud, 2006]. A : une vue de la face exposée. B : un grossissement au sein d'une baguette Z.

## 2. Le composite 3D C/C

**Architecture et composition** Le composite étudié (3D C/C) possède une architecture 3D tri-orthogonale. La préforme avant densification est représentée en figure 5-A. Elle est composée de torons de section carrée ( $800\mu\text{m}\times 800\mu\text{m}$ , direction Z) et de section rectangulaire ( $400\mu\text{m}\times 800\mu\text{m}$ , directions X et Y). Cet assemblage de torons est composé de fibres de carbone M40 ex-PAN fabriquées par Toray : 12000 dans la direction Z et moitié moins dans les directions X/Y. La fibre M40 est une fibre de carbone haut module, étirée à chaud [Toray, 2012]. La structure du 3D C/C après densification est schématisée en figure 5-B. L'architecture tri-orthogonale est marquée par la présence des méso-constituants ou constituants mésoscopiques. Il s'agit des baguettes X, Y et Z et des octets de matrice. Les baguettes sont formées autour des torons densifiés. Les octets de matrice sont constitués uniquement de matrice et localisés dans les vides laissés par la préforme. Ces éléments sont fortement décohérés les uns par rapport aux autres et présentent quelques fissurations. Une analyse plus approfondie de la morphologie du matériau sera effectuée dans le chapitre suivant. Il est possible de définir trois échelles pour le 3D C/C : l'échelle macroscopique contient suffisamment de périodes de tissage pour être représentative ; l'échelle mésoscopique concerne les baguettes et les octets pris séparément ; l'échelle microscopique s'intéresse à la fibre, la texture de la matrice et à la microporosité.

**Tissage et densification** Le procédé de tissage est divisé en plusieurs étapes. Des strates composées de fils X et Y sont successivement enfilées sur une structure de tiges métalliques à l'emplacement des baguettes Z. Une fois la hauteur cible atteinte, les tiges sont progressivement retirées et remplacées par les fils Z. La structure tri-orthogonale est alors complète. La densification se fait par PIP [Fitzer and Manocha, 1999, Savage, 1993, Trefilov, 1994]. Pour ceci, une phase préliminaire d'imprégnation est réalisée. La préforme est placée dans un conteneur dans lequel est injecté du brai fondu, et portée à haute température. Ceci est répété un certain nombre de fois. Le conteneur est scellé et le matériau est carbonisé à  $1600^\circ\text{C}$  sous 1000 bar (phase de carbonisation sous pression). Puis une étape finale de graphitisation à  $2600^\circ\text{C}$  permet d'augmenter la densité locale dans le matériau, mais ouvre alors des décohésions entre les constituants. Ce processus est répété jusqu'à atteindre la densité désirée ( $1.96\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ). Une dernière passe d'imprégnation/carbonisation est réalisée pour combler en partie les décohésions résiduelles.

**Contexte industriel** Le matériau est utilisé en tant que bouclier thermique dans l'aérospatiale. En effet, ses excellentes propriétés mécaniques à haute température et sa faible densité en font un matériau thermo-structural très intéressant. De plus, sa forte résistance à l'ablation et aux chocs thermiques en font un candidat idéal pour cette application. En 2006, Jean Lachaud [Lachaud, 2006] a présenté une étude portant sur la caractérisation et la modélisation des propriétés en ablation du 3D C/C. Des essais sous jet plasma ont été réalisés, il s'agit de conditions proches de celles d'utilisation. Ses travaux sont illustrés en figure 6. Ses travaux ont apporté une analyse fine de la morphologie du matériau. La complexité de la texture de la matrice et des interfaces au sein des baguettes a été mise en avant. Cette étude avait été réalisée aux différentes échelles du matériau afin de retracer correctement les différents mécanismes. Ce composite 3D C/C, conçu dans les années 1980, n'est plus produit de nos jours ; l'utilisation se fait à partir de réserves. Le matériau utilisé pour produire la matrice (brai issu de pétrole) n'est plus autorisé pour des raisons d'évolution des normes. Si le matériau venait à être produit à nouveau, l'influence d'un changement de précurseur sur les propriétés finales du composite serait une donnée critique. C'est dans ce contexte que diverses études ont été réalisées sur le matériau.

### 3. Objectifs et démarche

**Caractérisation thermomécanique** Les premières caractérisations de ce type de composite remontent aux travaux de J. Perry et D. Adam en 1976 [Perry, 1976]. Le procédé de densification y est largement étudié en prenant en compte l'évolution de la densité et des propriétés mécaniques. L'effet de la graphitisation est également étudié, montrant la formation de décohésions et la fissuration des baguettes X et Y. Les propriétés mécaniques macroscopiques du 3D C/C ont été finement caractérisées à l'ambiante dans les années 1980 au travers des thèses de Michel Poss et Yves Rémond ([Poss, 1982, Rémond, 1984, Ladevèze et al., 1985, Dumont et al., 1987]). Suivant les axes de tissage, un comportement mécanique linéaire élastique fragile avait été observé lors d'essais de traction/compression. Cependant, les essais de traction/compression à 45° ainsi que les essais de torsion ont mis en avant un comportement fortement endommageable en dehors des axes de tissage. Les études ont amené à la caractérisation des méso-constituants, qui présentent un comportement similaire à celui du matériau suivant ses axes de tissage. Les données de caractérisation ont permis la construction de modèles phénoménologiques reproduisant fidèlement le comportement macroscopique. Ces modèles, intégrant des notions héritées de la métallurgie comme la plasticité, sont cependant loin des mécanismes réellement présents dans les C/C. Ainsi, le comportement effectif du composite n'a pas réellement été relié au comportement des constituants à l'échelle inférieure. En 2004, des travaux au CEA [CEA, 2004] ont permis de réaliser des essais mécaniques à très haute température sur le matériau. Le faciès de rupture évolue considérablement aux différentes températures rencontrées. Également, une évolution notable des propriétés mécaniques est observée à 3000°C, comme le ramollissement de la matrice et le fluage des renforts. Ainsi, il serait intéressant d'intégrer le comportement des constituants dans un modèle multi-échelle. Ceci permettrait d'anticiper une évolution d'un constituant, par exemple un changement de matrice.

**Comportement aux interfaces** Le 3D C/C est parcouru par de larges décohésions entre les méso-constituants (baguettes, octets), appelées méso-interfaces. Ces interfaces sont soupçonnées de jouer un rôle prépondérant lors d'essais hors-axe. Le comportement fortement endommageable observé pourrait provenir de phénomènes de rupture ou de glissement aux interfaces. Avec l'évolution des faciès de rupture en traction à chaud, il est probable que ces dernières présentent une forte sensibilité envers la température. Les travaux de Tallaron [Tallaron, 1996], sur les mécanismes de rupture d'un C/C, le SEPCARB-2.5D<sup>®</sup>, un stratifié composé de plis 0°/+60°/-60° aiguilletés, mettent en avant les mécanismes aux interfaces. Le matériau possède une architecture différente, mais présente une composante multi-échelle (composite > plis > mèches > fibre + matrice) et des problématiques similaires. Il est également marqué par de fortes contraintes résiduelles et de nombreuses fissurations, héritées du processus de fabrication. L'étude du comportement des constituants et la caractérisation des interfaces se sont avérées précieuses pour la compréhension des mécanismes de rupture du matériau. Dans les années 2000, Hatta et Goto, de la Japan Aerospace Exploration Agency, ont étudié l'influence des interfaces dans l'endommagement d'un C/C similaire au 3D C/C, et à haute température [Hatta et al., 2005c, Hatta et al., 2005b]. Le rôle et le comportement des interfaces sont étudiés au travers d'essais de push-out et de pull-out. Les essais ont été réalisés à l'échelle mésoscopique comme à l'échelle microscopique. L'importante contribution des interfaces lors des essais mécaniques est soulignée. La forte influence de la température sur le comportement aux interfaces a également été constatée. Également, des observations similaires ont été réalisées sur d'autres composites C/C [Bansal and Lamon, 2014]. Les conclusions vont dans le même sens, montrant une forte évolution des faciès de rupture et donc des propriétés interfaciales aux différentes échelles. Ainsi, caractériser les interfaces semble être une étape clé pour la compréhension du comportement mécanique du 3D C/C aux différentes échelles.

**Modélisation thermo-mécanique** En 2004, le stage de B. Didiot [Didiot et al., 2004] a permis la construction d'un modèle éléments finis représentant une maille élémentaire du 3D C/C. Ce modèle introduit des interfaces endommageables entre les méso-constituants. Il a permis de simuler un chauffage/refroidissement à 3000°C, similaire à ce que voit le 3D C/C lors de sa fabrication. Il apporte une explication à la forte décohésion des interfaces et détaille les champs de contrainte induits. Cependant, sa taille réduite ne permet pas de simuler les essais expérimentaux réalisés au LMT. Ladevèze a proposé une modélisation de l'endommagement et des phénomènes mécaniques inélastiques pour un composite C/C, dénommé Sepcarb 4D® [Ladevèze et al., 2000]. Ce matériau possède une architecture différente du 3D C/C mais les enjeux liés aux interfaces sont très similaires. À l'aide de modèles éléments finis, il a montré la nécessité d'intégrer des éléments d'interfaces autour des renforts pour reproduire les mécanismes de glissement et les effets de bords observés expérimentalement. Avec une simple modélisation des constituants et une loi de contact avec frottement aux interfaces, ce modèle a permis de reproduire fidèlement la propagation des décohésions autour des renforts. Plus récemment, des travaux ont permis de simuler des essais de caractérisation avec des modèles éléments finis de plus grande dimension [Rao et al., 2008, Sharma et al., 2010, Sharma et al., 2013a]. Les modèles intègrent des éléments cohésifs aux interfaces, et reproduisent efficacement le comportement du matériau. Intégrer les interfaces dans une modélisation multi-échelle semble très intéressant pour simuler le comportement hors-axe du 3D C/C. Les modèles éléments finis avec éléments d'interface semblent en effet reproduire efficacement l'endommagement macroscopique avec les phénomènes de glissement. Il semblerait que ce genre de modélisation avec éléments d'interface soit l'étape manquante pour relier les différentes échelles du 3D C/C.

**Démarche** L'objectif de la thèse est de caractériser et modéliser le comportement thermomécanique du matériau avec un intérêt particulier pour les interfaces. Une approche multi-échelle est envisagée pour retracer aussi finement que nécessaire les mécanismes d'endommagement. La démarche suivie s'inspire des travaux de Tallaron sur un autre C/C 2.5D [Tallaron, 1996], dont l'approche a permis de caractériser les différents mécanismes recensés jusqu'à la rupture du matériau. La première étape consiste à caractériser la morphologie du matériau et de ses constituants aux différentes échelles. Les analyses texturales, les agencements et les formes peuvent apporter des indices sur le comportement mécanique, l'anisotropie locale, d'éventuels degrés de liberté, etc. Ensuite, le comportement mécanique du 3D C/C et de ses constituants est caractérisé. La littérature contient un grand nombre d'essais mécaniques, particulièrement à l'échelle macroscopique. L'influence de la température sur les propriétés mécaniques est également un point d'attention. Certains essais complémentaires ont été réalisés au LCTS, portant sur l'étude de l'expansion thermique du 3D C/C et de ses constituants, ou encore sur le comportement mécanique des méso- et micro-constituants. Puis, ce sont les interfaces qui sont caractérisées, afin de compléter les propriétés des constituants. Cette étude, inspirée de divers éléments de la littérature, est réalisée à haute température. Cette étape permet de relier les mécanismes de rupture du 3D C/C aux différentes échelles. Enfin, la dernière étape porte sur la modélisation par éléments finis du comportement thermomécanique. Des lois de comportement sont développées d'après les différentes caractérisations et la littérature. Elles intègrent les propriétés estimées ainsi que les mécanismes observés dans des maillages discrétisant la morphologie. Des simulations permettent d'effectuer des calculs d'homogénéisation. D'autres simulations reproduisent le comportement du matériau lors d'essais thermomécaniques. Cette approche permet de valider la compréhension des mécanismes, d'en mesurer l'influence, et apporte une comparaison avec les données expérimentales.



## 4. Plan du mémoire

### Chapitre 1 : Caractérisation de la morphologie

Ce premier chapitre porte sur la caractérisation de la morphologie du matériau aux différentes échelles. De l'échelle du composite à l'échelle microscopique, les différents constituants sont recensés. Diverses données morphologiques quantitatives sont relevées pour aider à la construction des modèles. L'étude est également focalisée sur les interfaces entre les constituants. Des analyses texturales sont réalisées pour évaluer le rôle des constituants. Divers moyens de caractérisation sont utilisés, de la microscopie optique à la micro-tomographie X.

### Chapitre 2 : Caractérisation thermomécanique

Ce chapitre s'intéresse aux propriétés thermomécaniques du 3D C/C et de ses constituants. Une attention particulière est portée au comportement mécanique (réponse élastique, endommagement et rupture), en tenant compte de l'influence de la température (expansion thermique, ramollissement, fluage, etc.). L'objectif est de rassembler suffisamment de données pour construire les lois de comportement qui alimenteront les modèles. La majeure partie des données collectées provient de la littérature, les différentes caractérisations réalisées sur le 3D C/C et sur ses constituants sont décrites et discutées. En complément, des essais réalisés au LCTS sont également présentés, pour combler les manques de la littérature ou pour appuyer certaines hypothèses. L'objectif est la compréhension du comportement du 3D C/C, de ses méso- et micro-constituants, pour alimenter les modèles de simulation.

### Chapitre 3 : Caractérisation des interfaces

Ce chapitre est consacré à la caractérisation des interfaces à haute température. Cette étude est menée à deux échelles, au travers d'essais sur les méso-interfaces et sur les micro-interfaces. Les méso-interfaces lient les méso-constituants (octets, baguettes), les micro-interfaces lient les micro-constituants (fibres, matrice inter-fibres ex-brai). Un moyen expérimental a été développé pour caractériser les interfaces à haute température. Les essais réalisés renseignent sur les mécanismes de rupture et de glissement. Les mécanismes et scénarii de rupture sont également décrits, nombre de données quantitatives sont relevées. L'objectif est la compréhension du comportement de ces interfaces à des fins de modélisation.

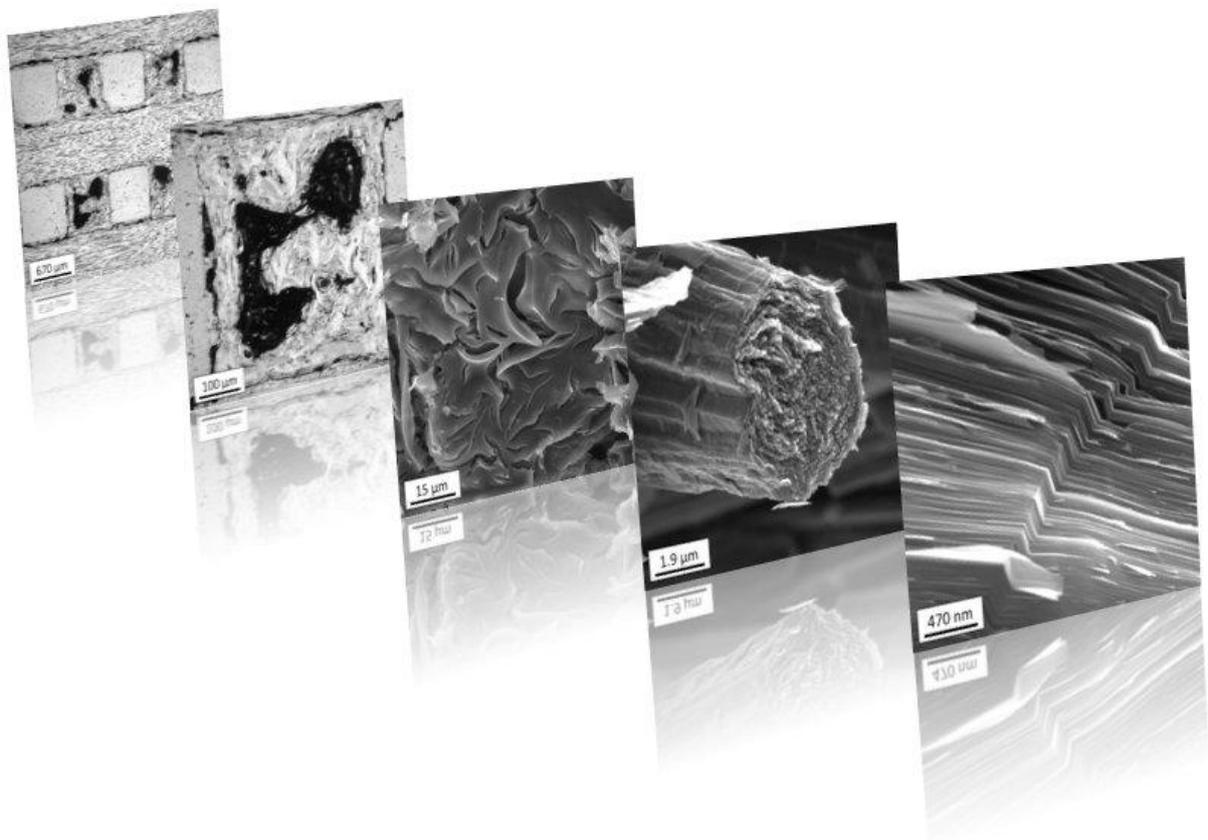
### Chapitre 4 : Modélisation du comportement effectif du 3D C/C

Ce chapitre présente la modélisation et les simulations à l'échelle macroscopique. L'objectif affiché est de relier le comportement des méso-constituants et des méso-interfaces au comportement effectif du 3D C/C. Une première partie porte sur la construction des maillages, justifiant le choix de la composition et des géométries. Ensuite, les lois de comportement des éléments volumiques et les modèles cohésifs implémentés aux interfaces sont discutés. Enfin, diverses simulations sont présentées. Des calculs d'homogénéisation et des simulations d'essais permettent une approche comparative par rapport aux données connues sur le 3D C/C. Les résultats sont discutés et des voies de développement sont proposées.



# Chapitre 1

## Caractérisation de la morphologie du 3D C/C aux différentes échelles



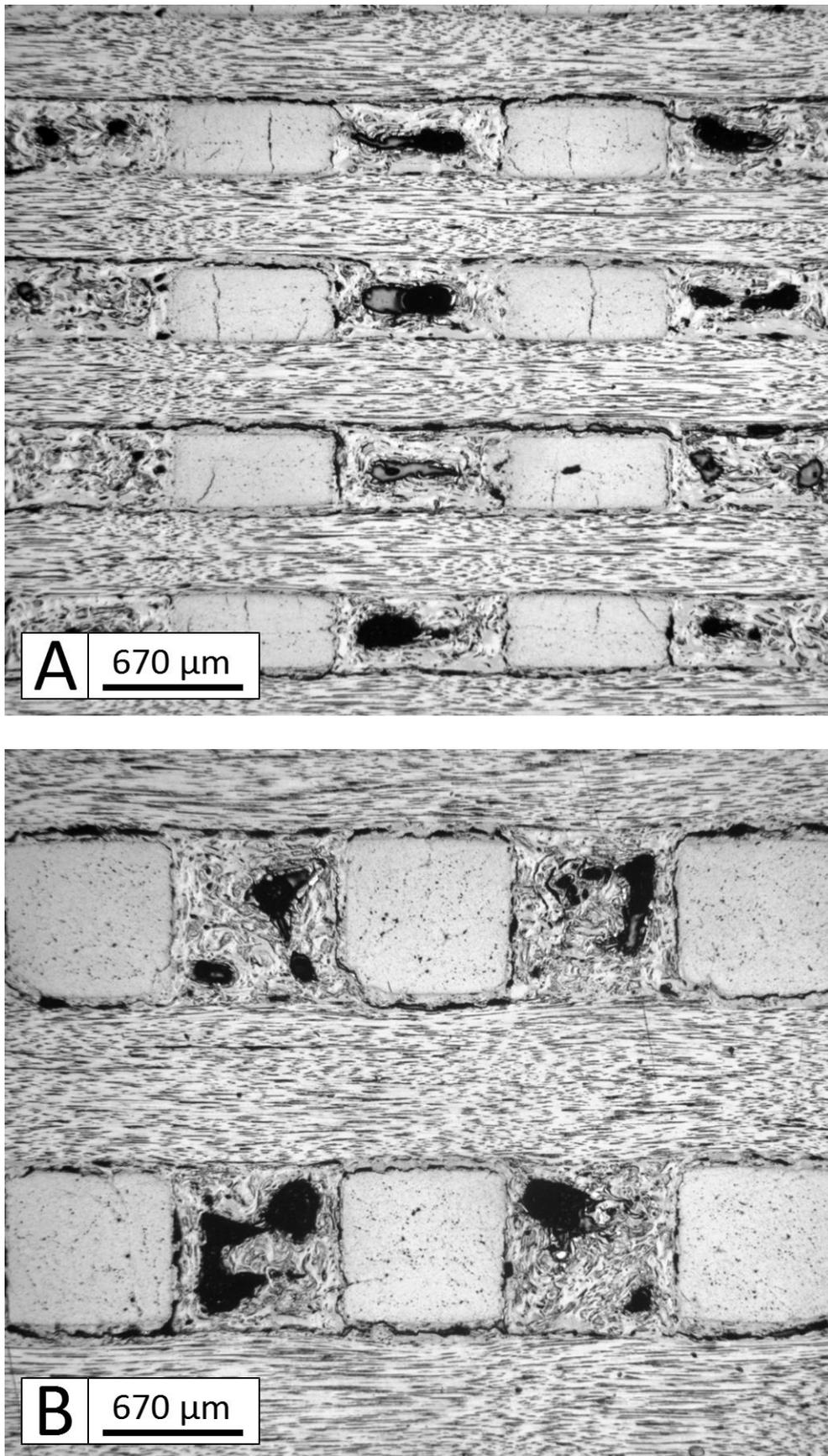


FIGURE 1.1 – Micrographies optiques d'un échantillon poli mécaniquement. A : Coupe normale aux baguettes X, passant par le milieu des baguettes Y. B : Coupe normale aux baguettes Z, passant par le milieu des baguettes X.

## 1.1 Le composite : structure et constituants

L'étude de la morphologie du 3D C/C est le point de départ obligatoire dans la compréhension des mécanismes et leur modélisation aux différentes échelles. Elle permet d'identifier les constituants, leur agencement et leur lien avec d'autres parties du matériau. D'un côté, cela caractérise la géométrie des constituants afin de construire les maillages, supports pour les simulations. D'un autre côté, cette étude apporte un éclairage complémentaire sur les essais mécaniques pour la compréhension des divers mécanismes (degrés de liberté, histoire du matériau, comportement aux interfaces, etc.). La figure 1.2 présente un schéma de la structure du composite. Les pas de tissage sont de 1.6mm et 0.80mm dans les directions X/Y et Z. La structure post-densification est organisée autour des baguettes et des octets de matrice, vides laissés par la préforme et partiellement comblés par la densification. Les baguettes Z, de section carrée ( $800\mu\text{m}\times 800\mu\text{m}$ ), sont composées de 12k fibres. Les baguettes X/Y contiennent 6k fibres et ont une section rectangulaire ( $400\mu\text{m}\times 800\mu\text{m}$ ), soit la moitié d'une baguette Z. Les octets occupent un volume de  $400\mu\text{m}\times 800\mu\text{m}\times 800\mu\text{m}$  partiellement rempli de matrice. Chaque méso-constituant occupe environ 25% de la maille de tissage unitaire ( $1.6\text{mm}\times 1.6\text{mm}\times 0.80\text{mm}$ ).

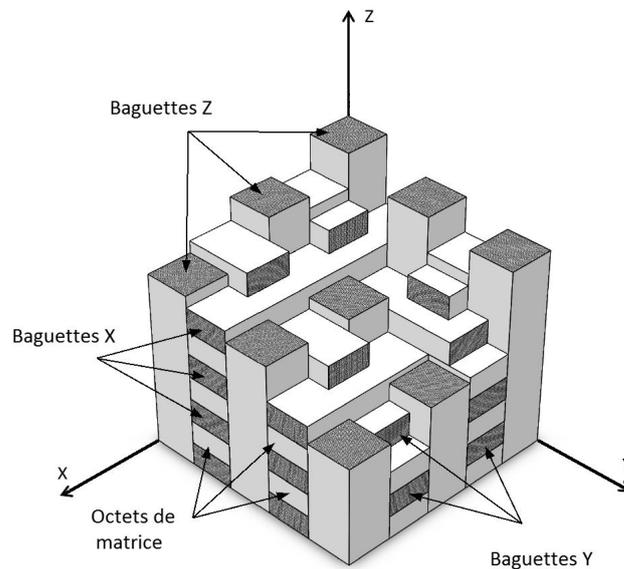


FIGURE 1.2 – Schéma du composite A32, représentant les différents constituants à l'échelle mésoscopique.

La figure 1.1 présente des micrographies de coupes polies du matériau, prises à l'aide d'un microscope optique. La structure du composite y apparaît très régulière, marquée par les baguettes X/Y et Z, et les octets de matrice. Les fibres sont parfaitement étendues au sein des baguettes, avec très peu de défauts d'alignement. Il faut cependant noter que les baguettes X semblent avoir une section plus réduite dans les parties restreintes entre deux baguettes Y. Il en va de même pour les baguettes Y ; les baguettes Z sont, quant à elles, moins concernées par ce phénomène. Les octets de matrice contiennent en leur centre des macropores de volume non négligeable et dont la forme apparaît complexe. Leur texture semble très désordonnée, avec beaucoup de porosités. Également, la décohésion entre les baguettes est visible, marquée par des espaces vides probablement créés au refroidissement à la fin du processus de densification. Les octets semblent mieux attachés aux baguettes que les baguettes ne le sont entre elles. La masse volumique du composite a été évaluée à  $1.92 \pm 0.02\text{g/cm}^3$ . Connaissant la quantité de fibres brutes et leur densité (1.81, [Toray, 2012]), les fractions massiques sont estimées approximativement à 49% pour la matrice et à 51% pour les fibres.

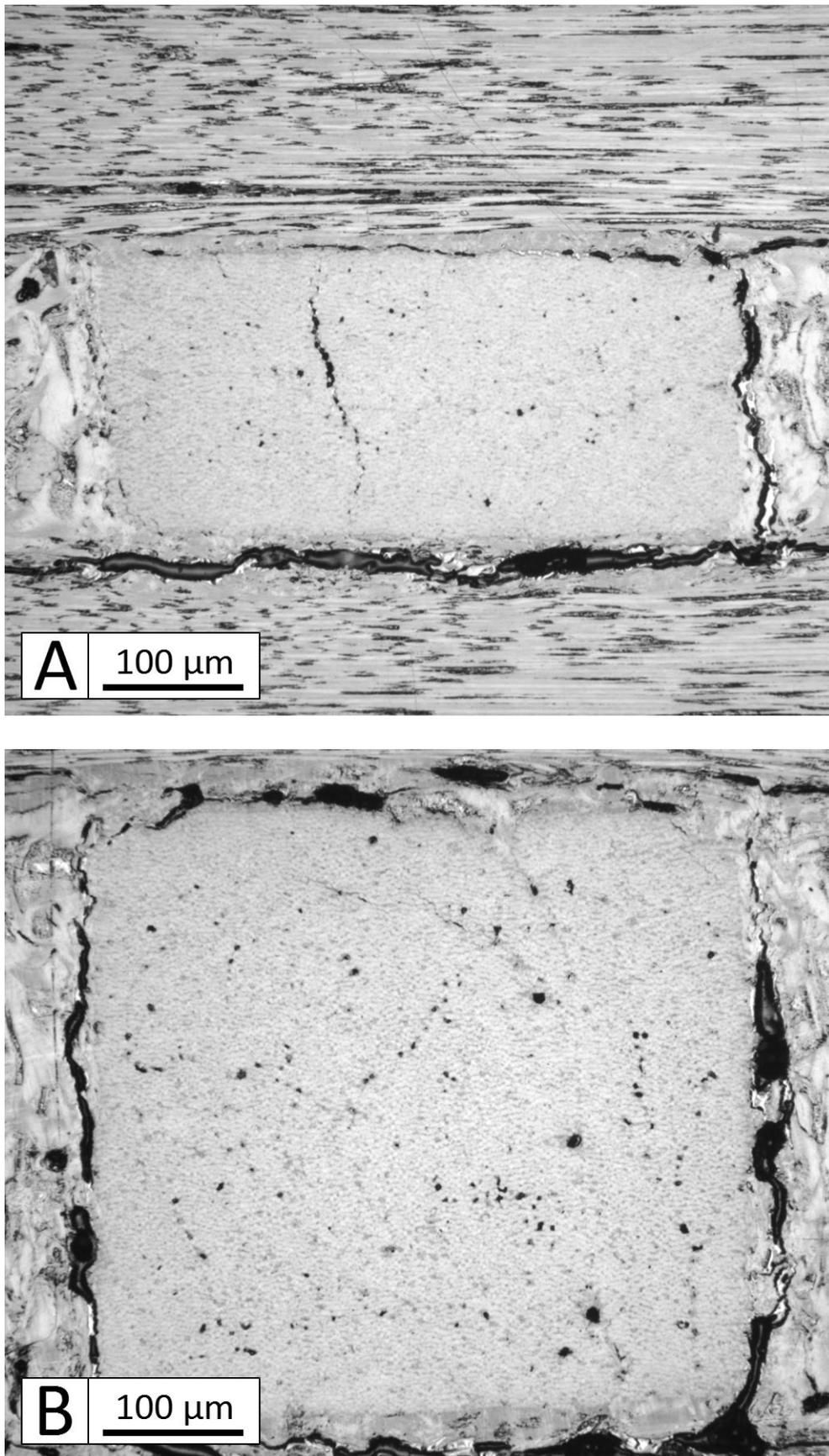


FIGURE 1.3 – Micrographies optiques transverses de baguettes. A : Coupe d'une baguette X/Y.  
B : Coupe d'une baguette Z.

## 1.2 Les baguettes : fibres, matrice et microporosités

**Aspect mésoscopique : structure et fissuration** Les deux micrographies de la figure 1.3 présentent des coupes transverses des baguettes X/Y et Z. Elles affichent quelques imperfections, une ou plusieurs fissures traversantes, ou encore des porosités. Certains défauts d'alignement des baguettes apparaissent dans de très rares cas, montrant des fibres dispersées dans des octets, voire des baguettes déplacées vers les octets. Les baguettes présentent également des fissures, probablement créées lors du refroidissement du matériau après sa densification. Les baguettes Z sont les moins concernées par ce phénomène, présentant seulement des fissurations dans les angles dans quelques cas. Les baguettes X/Y sont fissurées transversalement pour un grand nombre. Cette fissuration joue un rôle dans le comportement thermo-mécanique du matériau qui sera discuté dans les chapitres suivants. Des analyses d'images 3D issues de micro-tomographies X ont permis d'analyser la surface réelle des baguettes. Elles apparaissent plus fines que leurs enveloppes géométriques théoriques. Les baguettes Z présentent une section carrée et régulière, les baguettes X/Y ont une forme écrasée au niveau du pincement entre les baguettes X/Y et les baguettes Z. Il en résulte une forme ondulée périodique, visible sur la micrographie en figure 1.5 et déjà remarquée auparavant sur des architectures similaires [Fitzer and Manocha, 1999]). Par segmentation de micrographies, le taux volumique de porosité a été estimé à  $1.27 \pm 0.10\%$ , de matrice à  $37.4 \pm 0.1\%$  et de fibres à  $61.3 \pm 0.1\%$ . La masse volumique des baguettes a été estimée à  $1.97 \pm 0.06 \text{g/cm}^3$ . Le rayon de la fibre est mesuré à  $2.97 \pm 0.12 \mu\text{m}$  contre  $3.5 \mu\text{m}$  sur la documentation constructeur [Toray, 2012]. La densité indiquée y est de 1.81, cette valeur sous-estime probablement celle des fibres ayant vécu le processus de densification.

**Analyse sous lumière polarisée** La figure 1.4 présente une micrographie d'une coupe normale aux fibres dans une baguette Z, ainsi qu'une cartographie d'anisotropie et d'orientation ([Gillard et al., 2015], annexe A). La micrographie laisse apparaître les fibres en clair, dont le cœur est parfois visible, et ayant une forme de 'haricot'. La matrice apparaît en sombre, avec quelques porosités en noir. Il faut noter que le polissage mécanique effectué sur cet échantillon a couché les plans de la matrice et obstrué la plupart des porosités. Néanmoins, la texture de la matrice reste visible, marquée par des traits normaux à leurs surfaces. La cartographie apporte plus d'information. Les domaines cohérents qui composent la matrice apparaissent, marqués d'une couleur (orientation) unique, dans des domaines clairs (fortement anisotropes) et délimités par des liserés noirs (joints de grains). L'angle d'extinction de ces domaines est estimé à  $16.4 \pm 0.7^\circ$ . La matrice est ainsi assez anisotrope et principalement orientée autour de l'écorce de la fibre la plus proche. Les liserés convergent vers la surface des fibres, lieux d'origine de la croissance des domaines. Les fibres se décomposent en une périphérie et un cœur plus texturé. L'angle d'extinction transverse moyen de la fibre est de  $5.0 \pm 0.8^\circ$ . D'autres analyses sous lumière polarisée ont permis d'estimer l'angle d'extinction axial moyen à  $9.2 \pm 1.3^\circ$ , montrant le caractère anisotrope des fibres.

**Aspect microscopique : fibres, matrice, microporosités et interfaces** Les figures 1.6 et 1.7 présentent des micrographies obtenues à l'aide de microscopes électroniques. La forme des fibres est ici retrouvée. Elles présentent un cœur différemment texturé et une porosité sur la périphérie [Morgan, 2005]. La matrice apparaît extrêmement graphitée. Des domaines cohérents (ou grains) sont visibles, formés d'un carbone fortement graphité avec une texture lamellaire [Fitzer and Manocha, 1999]. Les observations à cette échelle mettent en avant la microporosité au sein de la matrice, de forme fine et allongée dans la direction des fibres. Enfin, la décohésion entre les fibres et la matrice, probablement formée lors du refroidissement du matériau après la densification, apparaît sur les micrographies. L'interface fibre/matrice semble cependant bien plus forte que celle entre les baguettes.

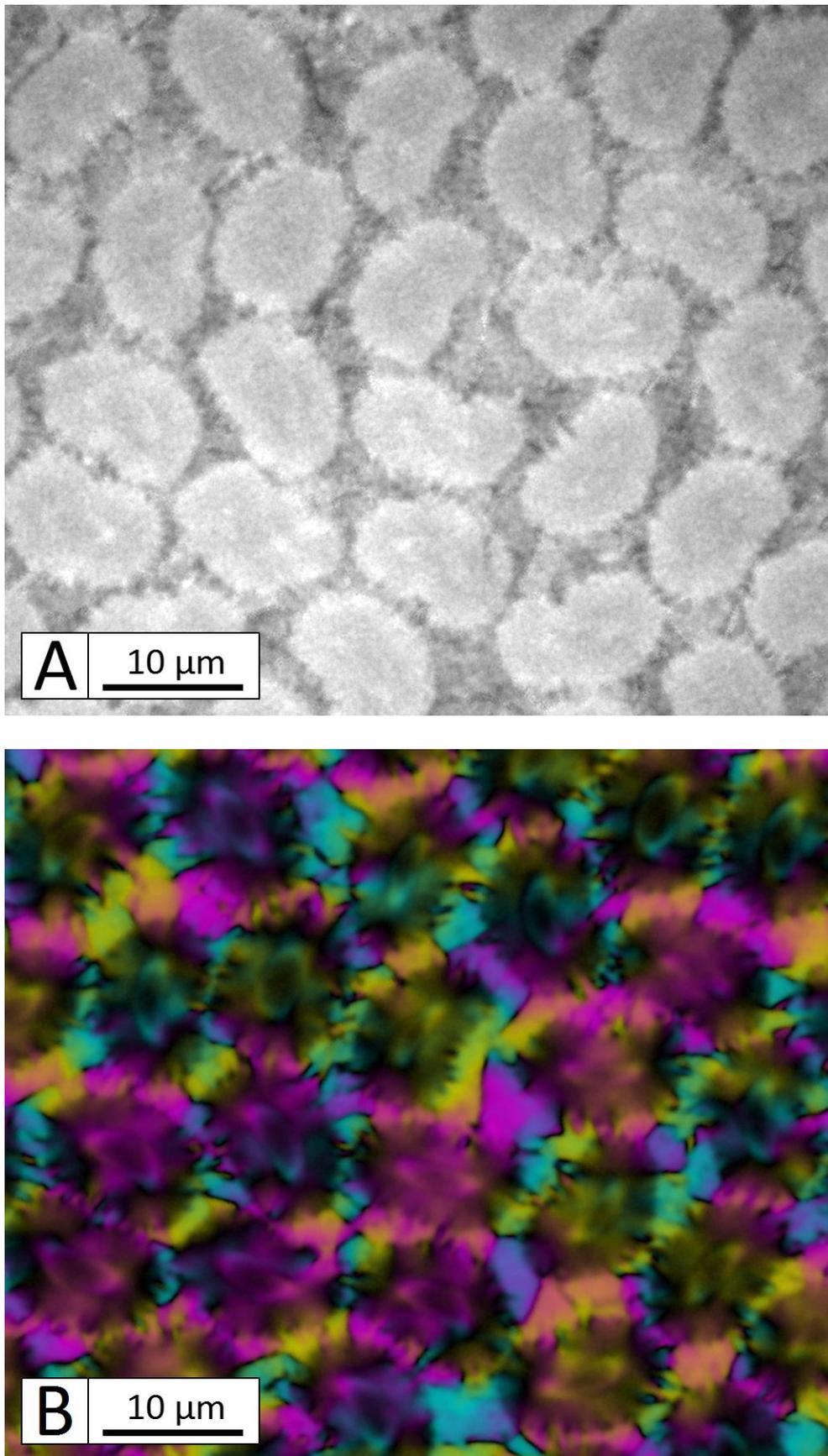


FIGURE 1.4 – Analyse de micrographies optiques sous lumière polarisée (annexe A) d'une coupe normale à une baguette Z. A : Microscopie classique. B : Cartographie d'anisotropie et d'orientation.

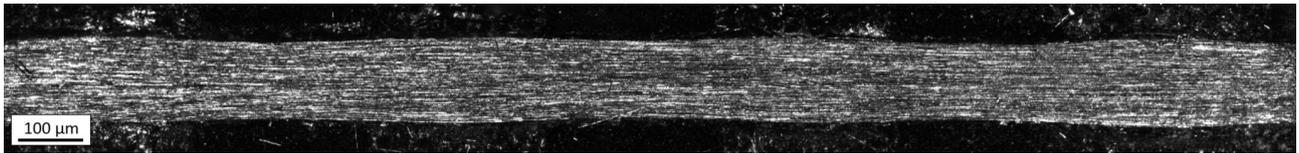


FIGURE 1.5 – Micrographie optique d’une coupe transverse d’une baguette X laissant apparaître la forme écrasée de la section entre les baguettes Z.

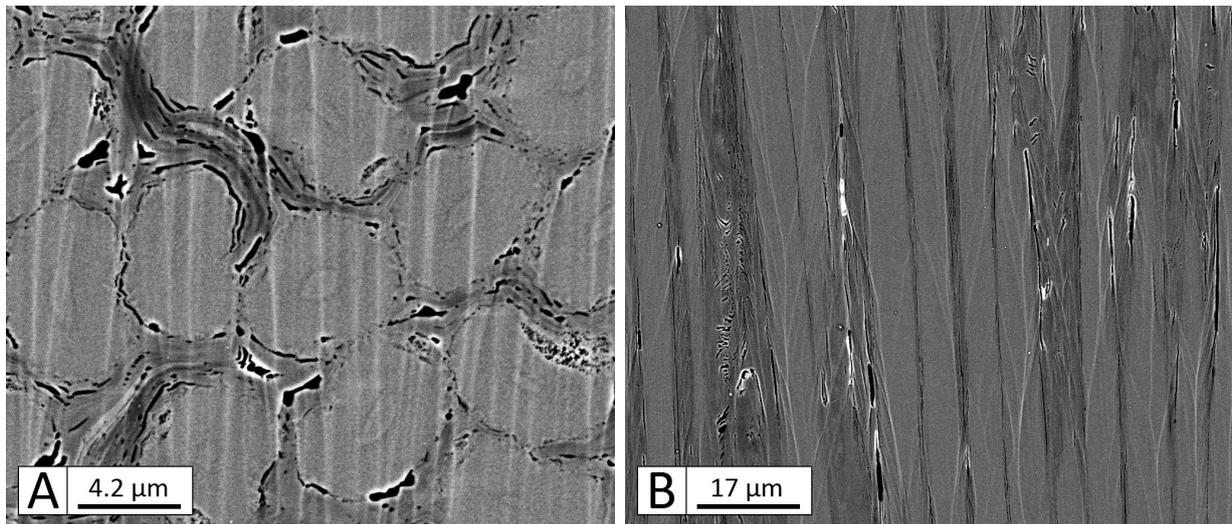


FIGURE 1.6 – Images obtenues avec un microscope électronique à balayage (MEB, annexe A) avec détecteur sensible aux électrons rétrodiffusés. Les échantillons ont été préparés à l’aide d’un polissage ionique pour préserver l’état de surface et éviter l’endommagement d’un polissage mécanique. A : Coupe transverse dans une baguette. B : Coupe longitudinale dans une baguette.

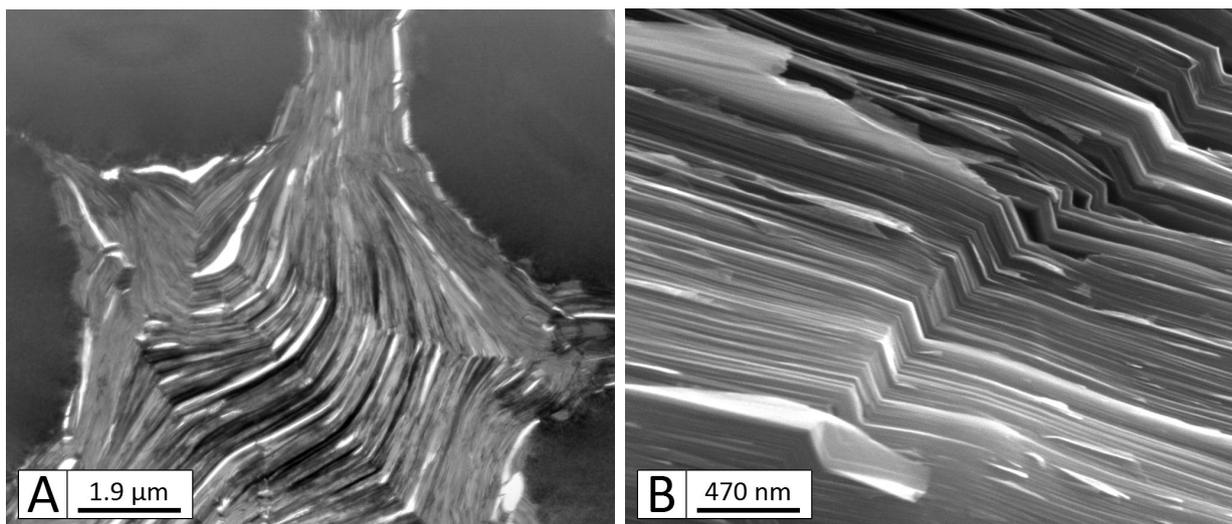


FIGURE 1.7 – A : Image issue d’un microscope électronique à transmission (MET, annexe A) en mode fond clair [Lachaud, 2006]. B : image MEB (électrons secondaires) d’un faciès de rupture de la matrice au sein des baguettes.

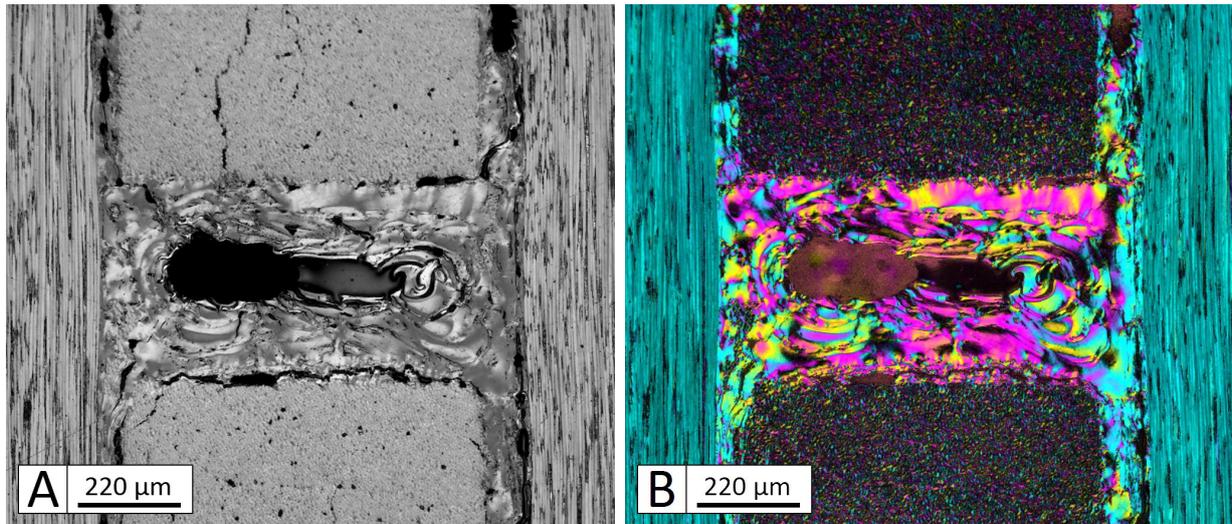


FIGURE 1.8 – Analyse de micrographies optiques sous lumière polarisée (annexe A) d’une coupe transverse X d’un octet de matrice. A : Microscopie avec polarisation verticale. B : Superposition d’une cartographie d’anisotropie et d’une cartographie d’orientation.

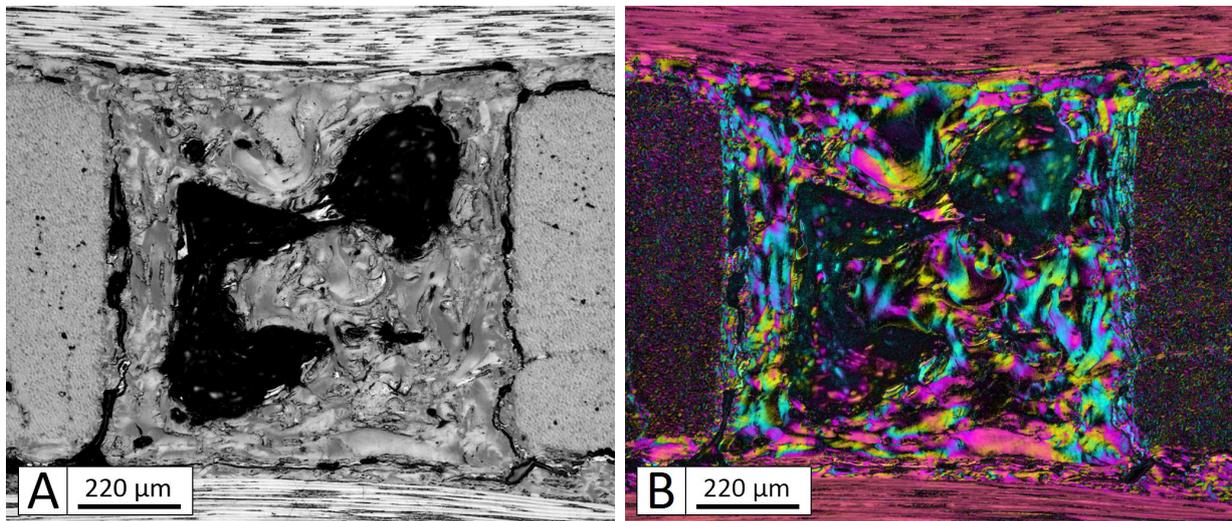


FIGURE 1.9 – Analyse de micrographies optiques sous lumière polarisée (annexe A) d’une coupe transverse Z d’un octet de matrice. A : Microscopie avec polarisation verticale. B : Superposition d’une cartographie d’anisotropie et d’une cartographie d’orientation.

### 1.3 Les octets de matrice : texture et macroporosité

**Aspect mésoscopique : structure du macropore** Les figures 1.8-A et 1.9-A montrent des micrographies optiques de coupes transverses d'octets de matrice, suivant les axes X et Z respectivement. Chaque octet contient une macroporosité en son cœur. Cette cavité correspond à une occlusion que la densification n'a pu combler. Son volume est assez variable, mais non négligeable, tout comme sa forme qui présente une géométrie complexe. Dans certains cas, la macroporosité rejoint la décohésion entre l'octet et les baguettes adjacentes.

**Analyse de micro-tomographies X** La figure 1.10 présente des extraits de tomographies X après segmentation de la porosité. Il n'existe pas deux macropores similaires ; ils présentent diverses formes et ne peuvent être réellement classifiés. Le volume relatif des macropores a été estimé à  $5.07 \pm 1.13\%$  du volume théorique de l'octet. Ils sont répartis uniformément autour du centre, mais sont en général placés sur un côté des octets. Le macropore est souvent connecté à la fissuration entre les baguettes. La porosité, au-delà du macropore, est très réduite dans la matrice. Les analyses sur tomographies ont également montré que les octets de matrice sont généralement plus attachés aux baguettes X/Y qu'aux baguettes Z. Ceci est probablement lié à la présence de fissurations transverses au sein des baguettes X/Y.

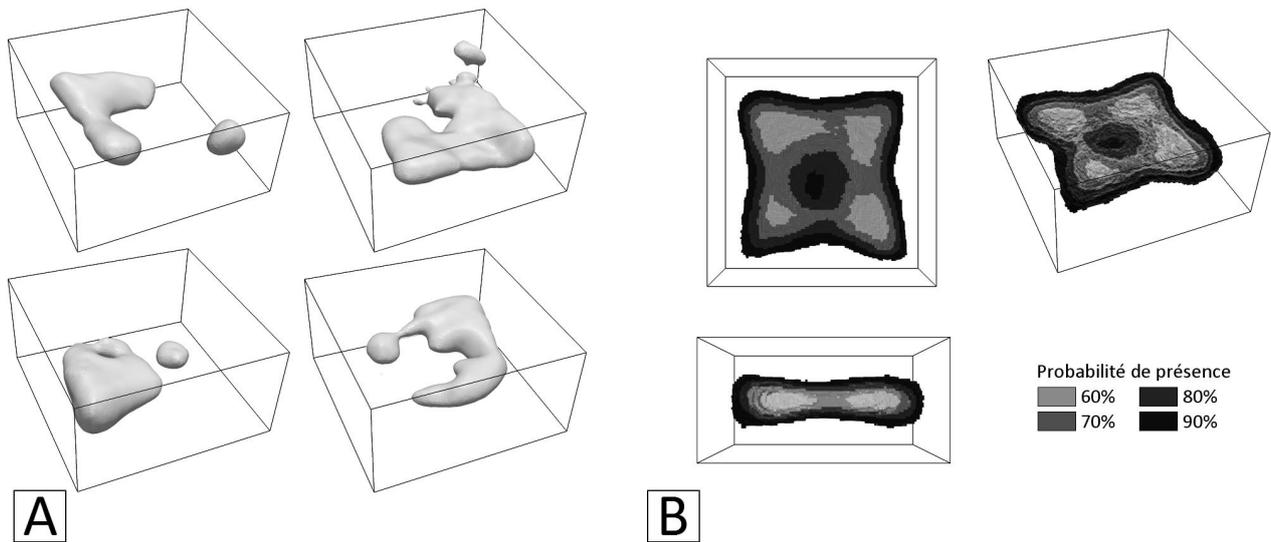


FIGURE 1.10 – Étude de la morphologie des macropores par segmentation de micro-tomographies X (annexe A). A : Quelques exemples. B : Localisation moyenne et enveloppes de probabilité de présence.

**Analyse sous lumière polarisée** L'analyse de micrographies sous lumière polarisée (annexe A, [Gillard et al., 2015]) a permis de caractériser la texture de la matrice constituant les octets de matrice. Les figures 1.8-B et 1.9-B présentent l'application d'une telle analyse sur des sections suivant les axes X/Y et Z respectivement. Les strates de carbone déposées lors des différentes passes de pyrolyse du brai sont visibles autour du macropore. La texture apparaît préférentiellement orientée autour du macropore, orthogonale à la direction de dépôt. Les domaines cohérents forment des plis entrelacés et comme "enroulés" autour du macropore. La forte anisotropie de la matrice indique un haut niveau de graphitisation, avec probablement une structure lamellaire, comme observé dans les baguettes. La texture 3D de la matrice dégrade les cartographies d'anisotropie et rend les analyses complexes. Néanmoins, l'angle d'extinction estimé reste similaire à celui de la matrice au sein des baguettes (autour de  $16^\circ$ ).

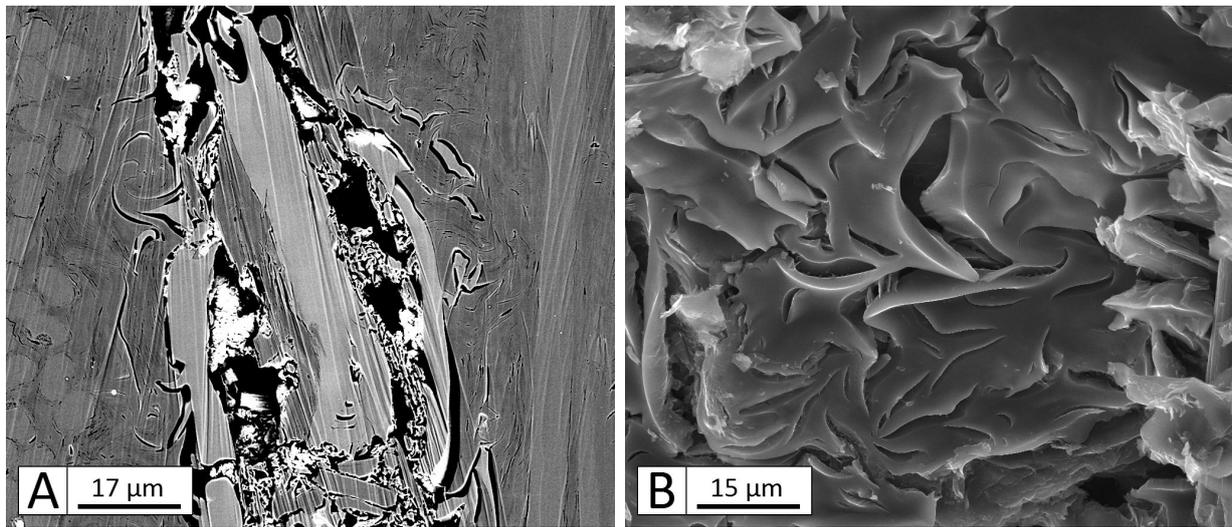


FIGURE 1.11 – Microscopies électroniques à balayage (MEB, annexe A) de l'interface mésoscopique. A : Coupe transverse (électrons rétrodiffusés). B : Vue de face (électrons secondaires).

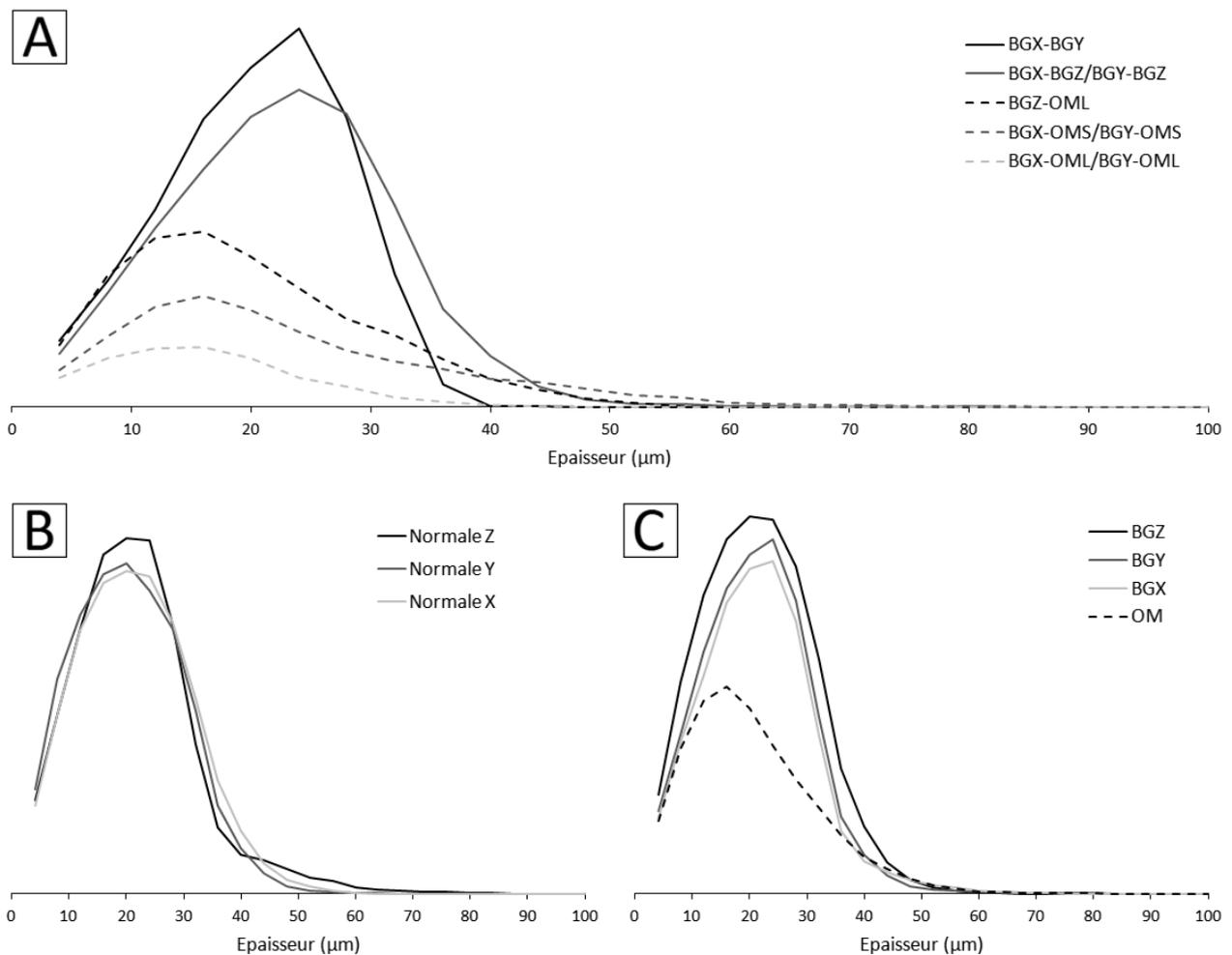


FIGURE 1.12 – Distributions d'épaisseurs de décohésion des méso-interfaces en fonction des éléments liés (A), de la direction normale (B) et des méso-constituants concernés (C). BG=baguette, OM=octet de matrice, OML/OMS=OM face latérale/supérieure.

## 1.4 Les méso-interfaces : composition et structure

**Texture et composition** Les méso-interfaces (ou interfaces mésoscopiques) représentent le lien entre les méso-constituants (baguettes X/Y et Z, octets de matrice). Dans la pratique, les observations réalisées sur micrographies (figure 1.1) montrent qu'elles sont formées par des décohésions très prononcées. Elles sont également remplies de débris, des blocs probablement détachés lors des différentes passes de densification du matériau. La figure 1.11 présente deux images obtenues par microscopie électronique à balayage. Les électrons rétrodiffusés mettent en avant la différence de texture entre la matrice à l'interface et celle dans les baguettes. Ceci pourrait correspondre au brai injecté lors de la dernière passe de densification, seulement carbonisé et non graphité, qui s'apparente à du carbone vitreux [Morgan, 2005]. L'analyse de micrographies sous lumière polarisée a montré que l'orientation préférentielle du carbone est parallèle à l'interface. Cependant, de nombreux domaines de taille réduite mais d'orientation variable sont visibles dans la matrice autour de cette interface. Il est possible que lors de la densification, des blocs détachés soient venus se refixer. Différentes couches ou strates ont été observées, mettant en exergue le processus de dépôt lors de la densification.

**Mesures d'ouverture** Grâce à l'apport de micro-tomographies X à 4.0 $\mu\text{m}$  de résolution, l'ouverture des méso-interfaces a été quantifiée. Des séries de segmentations de la porosité et des mesures d'ouvertures de décohésion ont été réalisées entre les méso-constituants. La figure 1.12 présente les distributions d'ouverture obtenues. À cause des débris, des multi-fissurations et de la tortuosité des interfaces, les mesures n'ont pas toujours permis de mesurer l'ouverture. Celles inférieures à la résolution ont ainsi été retirées. Les tableaux en figure 1.13 apportent un complément à ces distributions. En première observation, les interfaces baguette/baguette semblent moins liées avec 50% des mesures affichant une décohésion supérieure à 4 $\mu\text{m}$  (50% > 4 $\mu\text{m}$ ) et avec une ouverture moyenne de 20-30 $\mu\text{m}$ . Les octets sont plus attachés aux baguettes (20% > 4 $\mu\text{m}$ ) avec une ouverture moyenne de 10-15 $\mu\text{m}$ . Également, l'orientation des interfaces n'a pas d'importance. Au niveau des méso-constituants, les baguettes sont plus décohérées que les octets (32-35% > 4 $\mu\text{m}$  pour les baguettes X/Y, 41% > 4 $\mu\text{m}$  pour les baguettes Z et 21% > 4 $\mu\text{m}$  pour les octets). La décohésion moyenne autour des baguettes est de 20 $\mu\text{m}$  contre 15 $\mu\text{m}$  pour les octets. Si la décohésion se forme vers 2000-2500°C, on peut alors estimer une dilatation transverse de  $\alpha = 10.10^{-6}K^{-1}$  pour les baguettes à ces températures. En bilan, les méso-interfaces sont extrêmement décohérées. Le matériau ne semble être tenu que par quelques points de connexion et grâce au frottement dû à la rugosité des interfaces. Également, les octets sont mieux attachés aux baguettes que les baguettes ne le sont entre elles.

| A           | e ( $\mu\text{m}$ ) | Normale X | Normale Y | Normale Z |
|-------------|---------------------|-----------|-----------|-----------|
|             | e < 4               | 69.4%     | 69.5%     | 68.9%     |
| 4 < e < 10  | 3.7%                | 4.5%      | 3.8%      |           |
| 10 < e < 30 | 20.8%               | 21.0%     | 22.2%     |           |
| e > 30      | 6.0%                | 5.0%      | 5.1%      |           |

| B           | e ( $\mu\text{m}$ ) | BGX   | BGY   | BGZ   | OM    |
|-------------|---------------------|-------|-------|-------|-------|
|             | e < 4               | 67.6% | 65.4% | 58.6% | 78.6% |
| 4 < e < 10  | 3.7%                | 4.0%  | 5.1%  | 3.6%  |       |
| 10 < e < 30 | 23.5%               | 25.1% | 28.3% | 13.9% |       |
| e > 30      | 5.1%                | 5.5%  | 8.0%  | 4.0%  |       |

| C           | e ( $\mu\text{m}$ ) | BGX-BGY | BGX-BGZ | BGX-OML | BGZ-OML | BGX-OMS |
|-------------|---------------------|---------|---------|---------|---------|---------|
|             | e < 4               | 48.3%   | 47.4%   | 91.2%   | 69.8%   | 79.2%   |
| 4 < e < 10  | 5.4%                | 4.7%    | 2.2%    | 5.4%    | 3.0%    |         |
| 10 < e < 30 | 41.8%               | 37.0%   | 6.1%    | 19.7%   | 12.4%   |         |
| e > 30      | 4.4%                | 10.9%   | 0.5%    | 5.0%    | 5.4%    |         |

FIGURE 1.13 – Mesure des ouvertures des décohésions autour des baguettes X, Y et Z. Les mesures ont été réalisées par segmentation de micro-tomographies X de 4 $\mu\text{m}$  de résolution (annexe A). BG=baguette, OM=octet de matrice, OML/OMS=OM face latérale/supérieure.

ECHELLE MICROSCOPIQUE ————— ECHELLE MESOSCOPIQUE ————— ECHELLE MACROSCOPIQUE

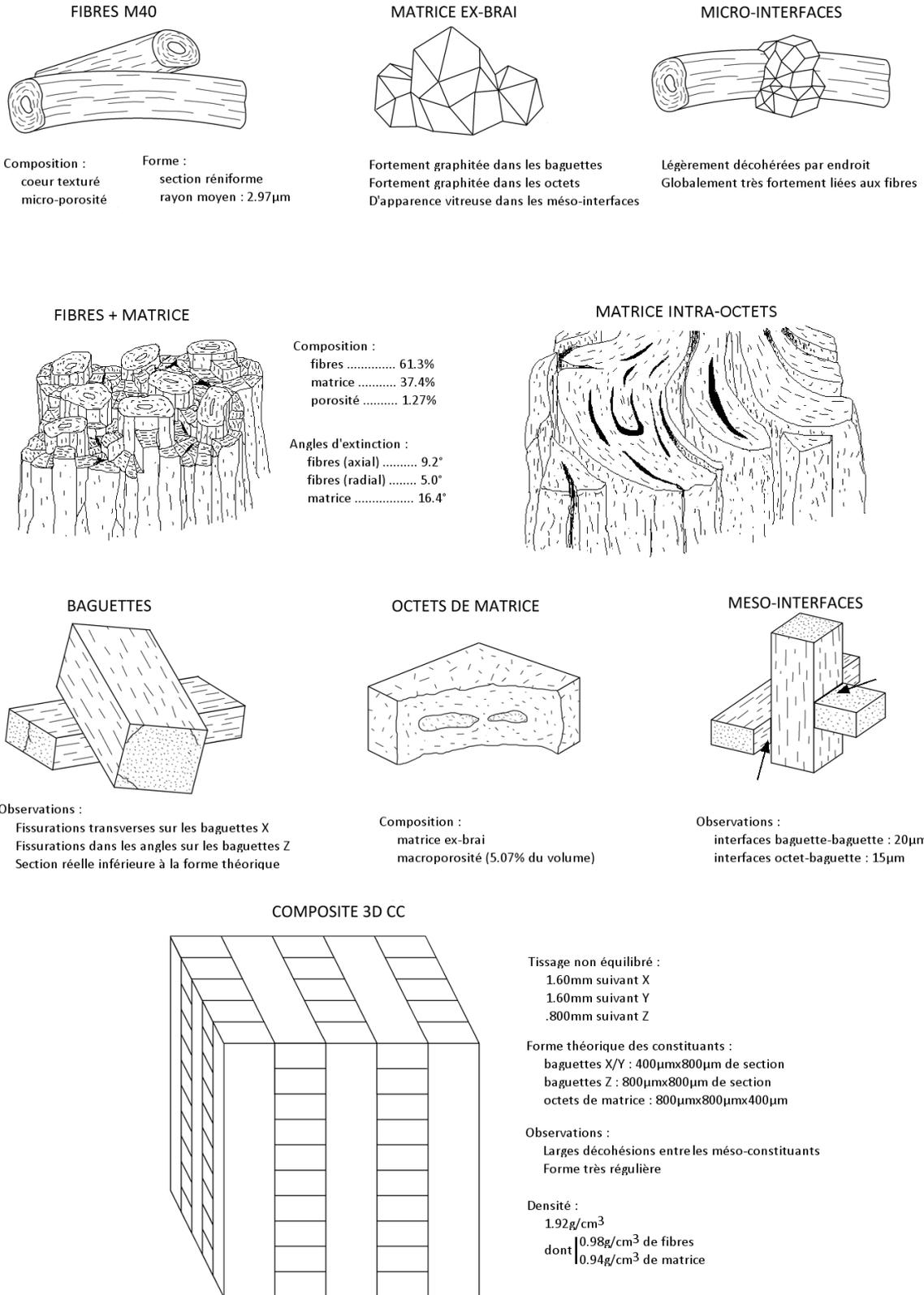


FIGURE 1.14 – Bilan des constituants du matériau aux différentes échelles.

## 1.5 Bilan et perspectives

Les diverses caractérisations morphologiques ont permis de recenser les différents constituants du 3D C/C. Ce matériau possède un fort aspect multi-échelle, chacune avec des éléments propres.

**Échelle macroscopique** L'échelle macroscopique se définit par une longueur grande devant le pas de tissage du composite (autour de 1cm, figure 1.14). À cette échelle, le composite présente une structure très régulière et parfaitement orthogonale. Le pas tissage est non équilibré, 1.6mm dans les directions X et Y, et 0.80mm dans la direction Z. Après densification, ce dernier reste visible à cause des nombreuses décohésions, laissant apparaître les baguettes X, Y et Z. Également, les vides du tissage laissent place aux octets de matrice.

**Échelle mésoscopique** L'ordre de grandeur de l'échelle mésoscopique est lié aux dimensions des méso-constituants, soit les baguettes et les octets. La longueur caractéristique retenue est d'environ 0.5mm. À cette échelle, les méso-constituants présentent des éléments distinctifs. Les baguettes Z possèdent une forme relativement rectiligne avec parfois des fissurations dans les angles. Les baguettes X/Y présentent quant à elles des fissurations axiales traversantes et une forme ondulée. Les sections des baguettes montrent un ensemble très compact avec plus de 60% de fibres et quelques porosités. Chaque octet de matrice contient un macropore avec une forme propre. Les interfaces mésoscopiques, liant les méso-constituants, sont largement décohérées et apparaissent remplies de débris. L'ouverture moyenne des interfaces est environ de 20µm, probablement une conséquence de la contraction des éléments lors du refroidissement après les cycles de densification.

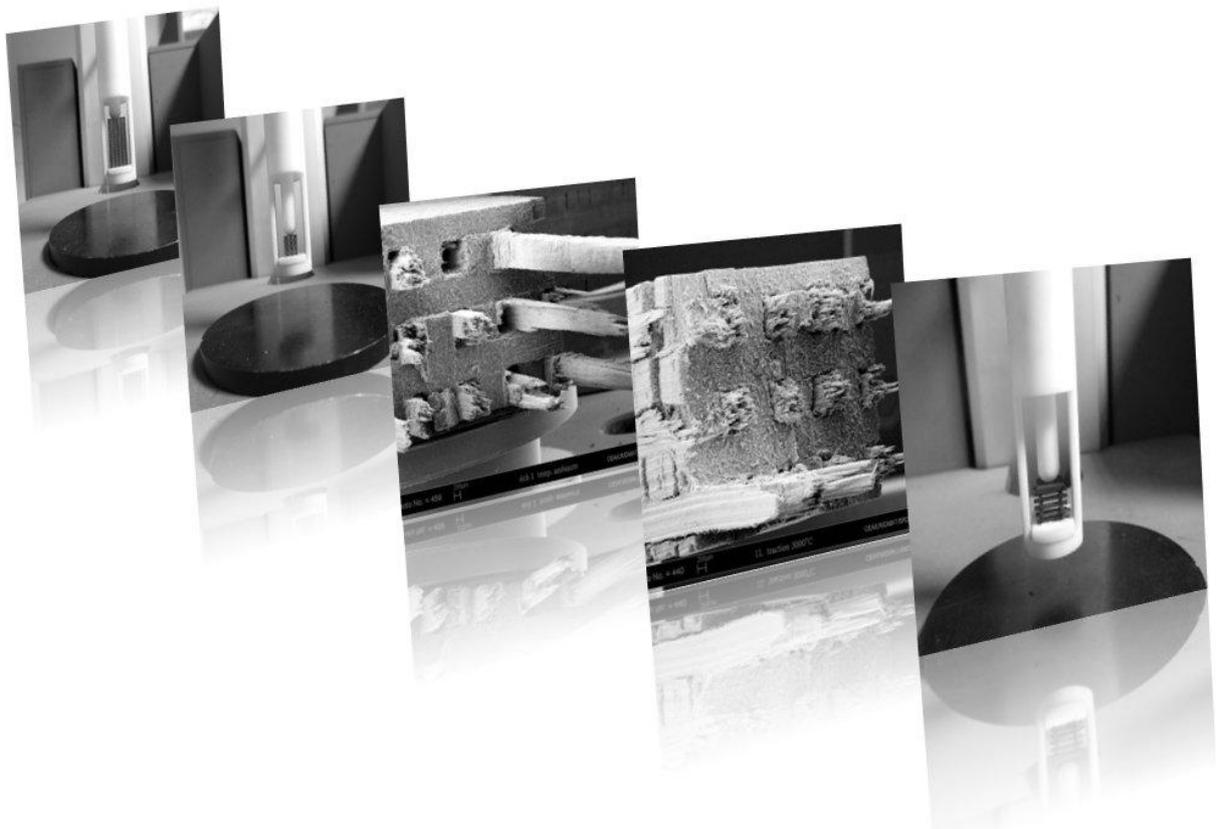
**Échelle microscopique** L'échelle microscopique concerne tous les constituants du composite, de la matrice des octets à celle des baguettes, en passant par les fibres et les microporosités. La dimension caractéristique de cette échelle est autour de 10µm. À cette échelle, la matrice montre la complexité de sa texture. Déposée autour des fibres au sein des baguettes sous forme granulaire/lamellaire, elle possède une texture tridimensionnelle encore plus complexe dans les octets. Une autre forme de matrice, semblable à un carbone vitreux, a aussi été observée au sein des méso-interfaces, résultat de la dernière passe de densification non graphitée. La fibre paraît tout aussi complexe, possédant une porosité interne et un cœur texturé. Sa section réniforme rend chaque individu unique avec une grande disparité. De plus, la réduction de diamètre par rapport à la fibre brute présage une forte transformation de ses propriétés. Enfin, malgré une fine décohésion parfois observée autour des fibres, l'interface fibre/matrice semble forte avec une certaine continuité entre la fibre et la matrice.

**Perspectives** La complexité apparaît ainsi croissante avec la finesse de l'échelle. Il en va probablement de même pour les propriétés thermomécaniques des constituants. La grande quantité de données au travers de l'étude réalisée dans ce chapitre permet la construction de maillages pour la simulation et aide à la compréhension des mécanismes aux différentes échelles. Ceci constitue précisément le sujet des prochains chapitres.



## Chapitre 2

# Caractérisation thermomécanique du 3D C/C et de ses constituants





## 2.1 Introduction

**Contexte** Le composite 3D C/C et ses variantes ont été largement étudiés par le passé au travers de différentes thèses portant sur la caractérisation du comportement mécanique à l’ambiante [Poss, 1982, Rémond, 1984, Gratton, 1998, Davy, 2001]. Différents essais mécaniques classiques comme originaux ont été réalisés sur le 3D C/C et sur ses constituants. Ces travaux ont permis l’estimation des propriétés élastiques, et d’étudier l’endommagement et la rupture du 3D C/C. Ils apportent une bonne compréhension des mécanismes d’endommagement et des scénarii de rupture à l’ambiante. Également, quelques essais de traction ont été réalisés à très haute température au CEA [CEA, 2004]. Ils renseignent sur l’évolution des propriétés du 3D C/C et de ses constituants sous de telles conditions. Il subsiste cependant des zones d’ombre quant au comportement macroscopique du 3D C/C. Par exemple, le comportement hors-axe apparaît très complexe et aucun essai à haute température ne semble exister pour cette direction. Il sera démontré plus loin dans ce chapitre que comprendre et modéliser le comportement dans cette direction revient à remplir les objectifs de cette thèse. Autre exemple, la faible expansion thermique du 3D C/C n’a pas été décrite, une propriété pourtant essentielle pour ce type de matériau. Elle s’avérera également un des enjeux majeurs de cette thèse. Enfin, le comportement thermomécanique des méso-constituants reste peu connu et mérite d’être approfondi. En effet, leur lien avec le comportement effectif du matériau est encore à établir.

**Objectifs** Le premier objectif est la description du comportement mécanique à l’ambiante du 3D C/C et de ses constituants. L’étude s’appuie en partie sur des éléments de la littérature. Le comportement élastique, l’endommagement et la rupture sont décrits et discutés. Également, quand cela est possible, le lien est établi entre les échelles du matériau. Le deuxième objectif consiste à intégrer l’effet de la température. En effet, ce matériau est utilisé pour ses propriétés avantageuses à haute température, les caractérisations à l’ambiante ne peuvent remplir qu’une partie des besoins. Plusieurs points sont à discuter, comme l’effet du traitement thermique et la stabilité chimique, l’expansion thermique du matériau et de ses constituants, ou encore l’éventuelle évolution de ses propriétés à de telles températures. Le troisième objectif est l’identification des propriétés matériaux nécessaires aux modèles et aux simulations. Les données peuvent provenir des caractérisations antérieures du 3D C/C, d’essais complémentaires réalisés au LCTS, ou encore s’appuyer sur des caractérisations HT sur des C/C d’architecture proche décrites dans la littérature [Hatta et al., 2005a, Aoki et al., 2007b].

**Contenu du chapitre** Ce chapitre s’articule autour de trois parties. La première porte sur le comportement à l’ambiante. Il s’agit d’une synthèse de travaux antérieurs sur le 3D C/C et ses constituants. Le comportement élastique, les mécanismes d’endommagement et les scénarii de rupture sont décrits et discutés. Également, des données provenant de la littérature ainsi que des essais complémentaires réalisés au LCTS permettent d’éclaircir certains aspects et d’appuyer certaines hypothèses. La deuxième partie s’attache à l’effet de la température et à l’évolution des mécanismes recensés à l’ambiante. Les rares données d’essais à haute température sur le 3D C/C sont complétées avec des éléments de la littérature et quelques caractérisations réalisées au LCTS. L’évolution à haute température des propriétés du 3D C/C et de ses constituants révèle un grand nombre de mécanismes complexes. La troisième et dernière partie s’intéresse à l’expansion thermique du 3D C/C et de ses constituants. Le comportement à l’échelle macroscopique, marqué par une faible expansion thermique, s’avère plus complexe qu’initialement prévu. Afin de retracer les différents mécanismes mis en jeu, l’étude est menée aux différentes échelles du matériau. Enfin, le lien entre le comportement des constituants et le comportement effectif du matériau est établi.

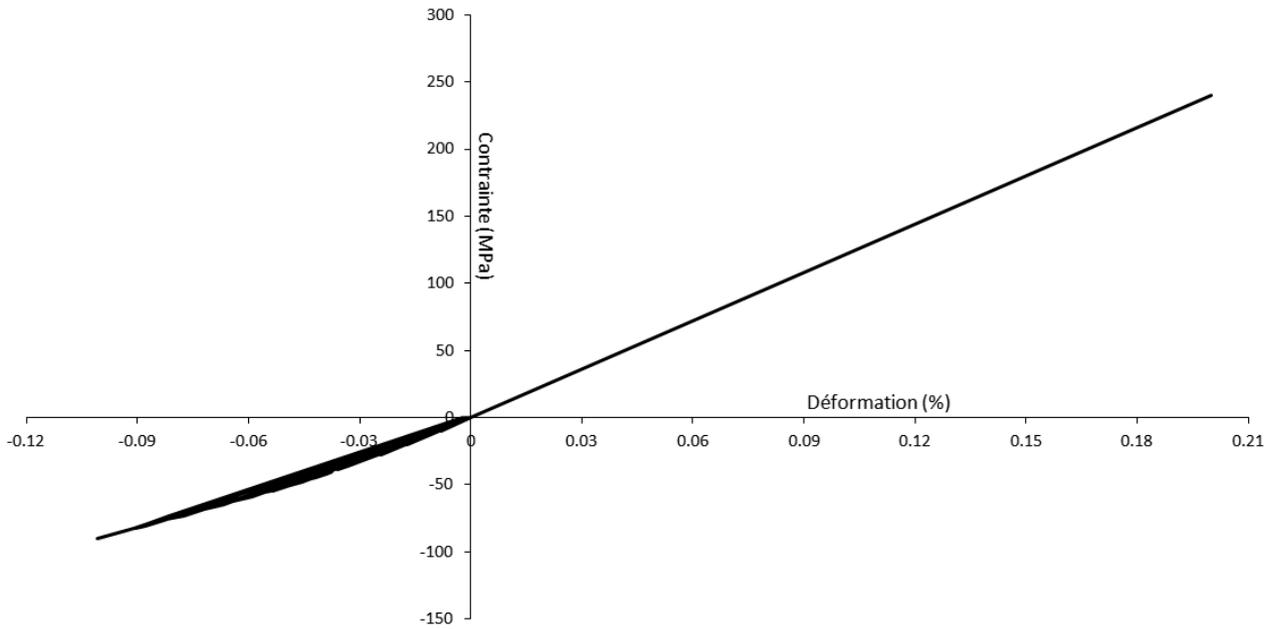


FIGURE 2.1 – Essais de traction et de compression cyclés sur le composite 3D C/C et suivant les axes de tissage [Poss, 1982]

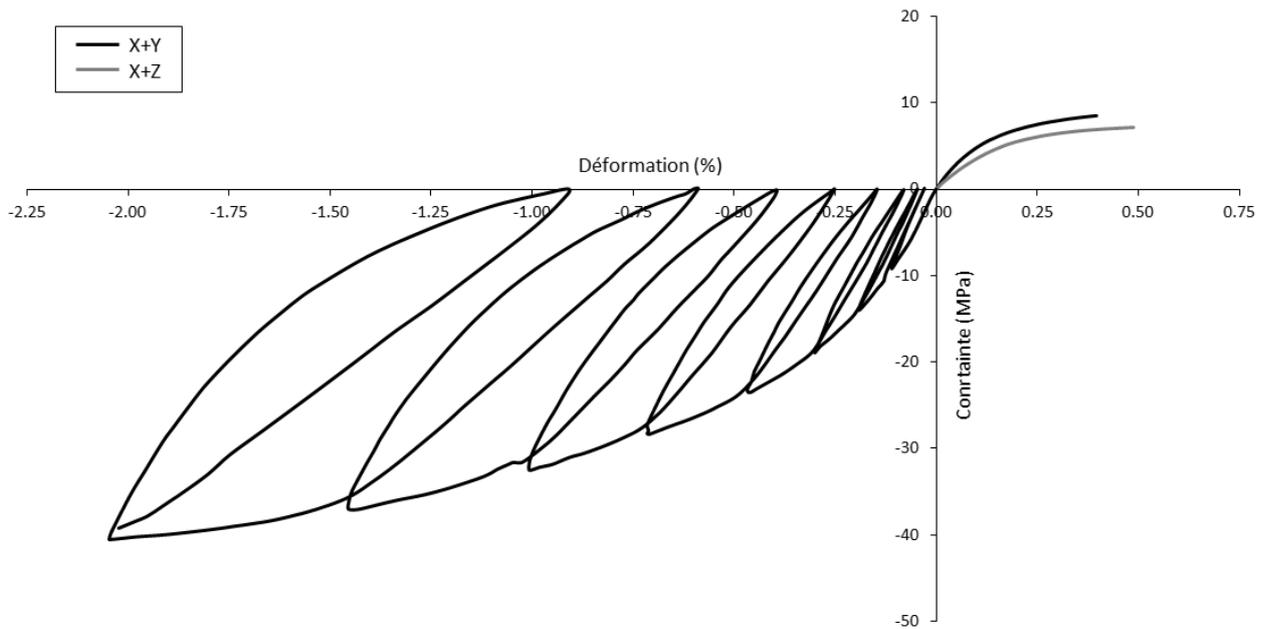


FIGURE 2.2 – Essais de traction et de compression cyclés sur le composite 3D C/C et en dehors des axes de tissage [Poss, 1982].

## 2.2 Comportement mécanique à l'ambiante

Cette section s'intéresse aux propriétés mécaniques du 3D C/C et de ses constituants à l'ambiante. Le composite et ses variantes ont largement été caractérisés dans les années 1980. Ces données sont discutées et complétées avec essais complémentaires réalisés au LCTS.

### 2.2.1 Essais macroscopiques sur le 3D C/C

#### Essais de traction/compression classiques

**Contexte** Dans le cadre d'une thèse de doctorat au LMT Cachan, intitulée "Endommagement et rupture des matériaux composites carbone-carbone", Michel Poss a caractérisé les propriétés mécaniques du 3D C/C [Poss, 1982]. Ses travaux présentent des essais de caractérisation mécaniques quasi-statiques, basés sur des campagnes de traction/compression suivant les axes de tissage. Des essais ont également été réalisés hors des axes de tissage (à 45°) pour caractériser le comportement en cisaillement. Les éprouvettes ont été dimensionnées en fonction des essais. Pour les essais de traction, la section utile est de 3.4mmx6.4mm et la longueur utile est de 26mm. Les appuis des têtes d'éprouvette sont des plans inclinés à 20° reposant sur des blocs de plomb (consommables) pour garantir la bonne répartition des efforts. Les éprouvettes de compression ont une section utile de 16mmx16mm, pour une longueur utile de 32mm afin d'éviter le flambement.

**Comportement suivant les axes de tissage** La figure 2.1 présente des essais de traction/compression suivant les axes du composite. Il s'agit d'un assemblage de plusieurs essais, un en traction et un autre en compression, tous deux cyclés. Le comportement étant similaire dans les trois directions, une seule est représentée. Le comportement en traction est linéaire élastique fragile, les cycles n'apparaissent donc pas car ils se superposent. Le module de Young est estimé à 120GPa dans toutes les directions. La rupture apparaît à 240MPa, pour une déformation de 0.2%. Les coefficients de Poisson relevés sont très faibles, de l'ordre de 0.05. Le comportement en compression est plus complexe, un léger endommagement apparaît. Les boucles d'hystérésis (contrainte - déformation) apparaissent progressivement dès 10MPa, et sont plus marquées jusqu'à la rupture vers 80MPa. La perte de rigidité est alors supérieure à 20%. Il faut noter des cycles très fermés et une déformation résiduelle très faible, probablement un effet de la grande rigidité des baguettes devant l'effort dû au frottement entre les constituants. La non-linéarité serait causée par l'endommagement des baguettes, possiblement suite à des micro-flambements des fibres. Aucun effet d'échelle n'a été noté (influence de la superficie de la section de l'éprouvette).

**Comportement en dehors des axes de tissage** La figure 2.2 présente des courbes contrainte-déformation d'essais de traction/compression cyclés hors axes. Le comportement observé est très différent de celui suivant les axes des renforts. Tout d'abord, la rupture en traction apparaît en dessous de 10MPa contre 240MPa suivant les axes des renforts. Les courbes sont fortement non-linéaires, avec une transition rapide de la réponse élastique vers un plateau d'endommagement. L'ouverture des cycles témoigne d'importants glissements avec frottement au sein de la structure. Une forte déformation résiduelle est également observée. Le comportement à 45° en compression est différent de celui en traction, avec une résistance accrue. Une différence est observée entre les essais dans le plan X+Y et ceux dans le plan Y+Z/Z+X. Les modules de cisaillement suivant X+Y et Y+Z/Z+X sont respectivement 2750MPa et 2250MPa ; la contrainte à rupture est légèrement plus élevée suivant X+Y. L'auteur a adapté avec succès un modèle d'endommagement phénoménologique avec viscoplasticité décrivant le comportement du matériau en cisaillement. Le modèle a été validé sur des essais à 30°.

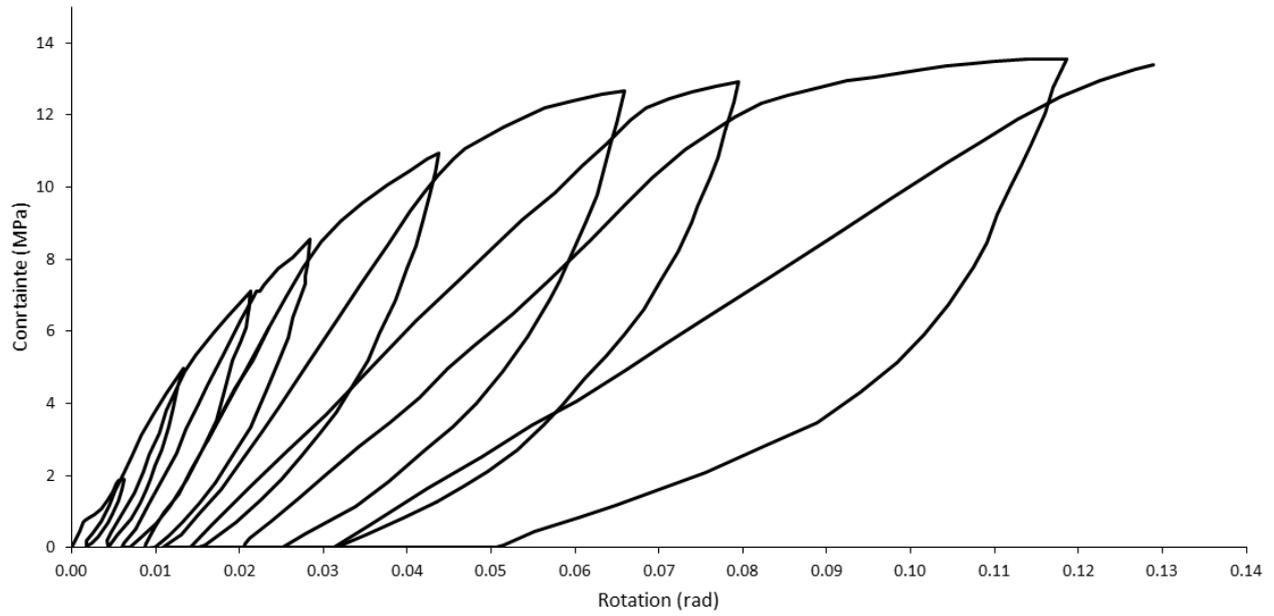


FIGURE 2.3 – Essai de torsion suivant Z sur le composite [Rémond, 1984].

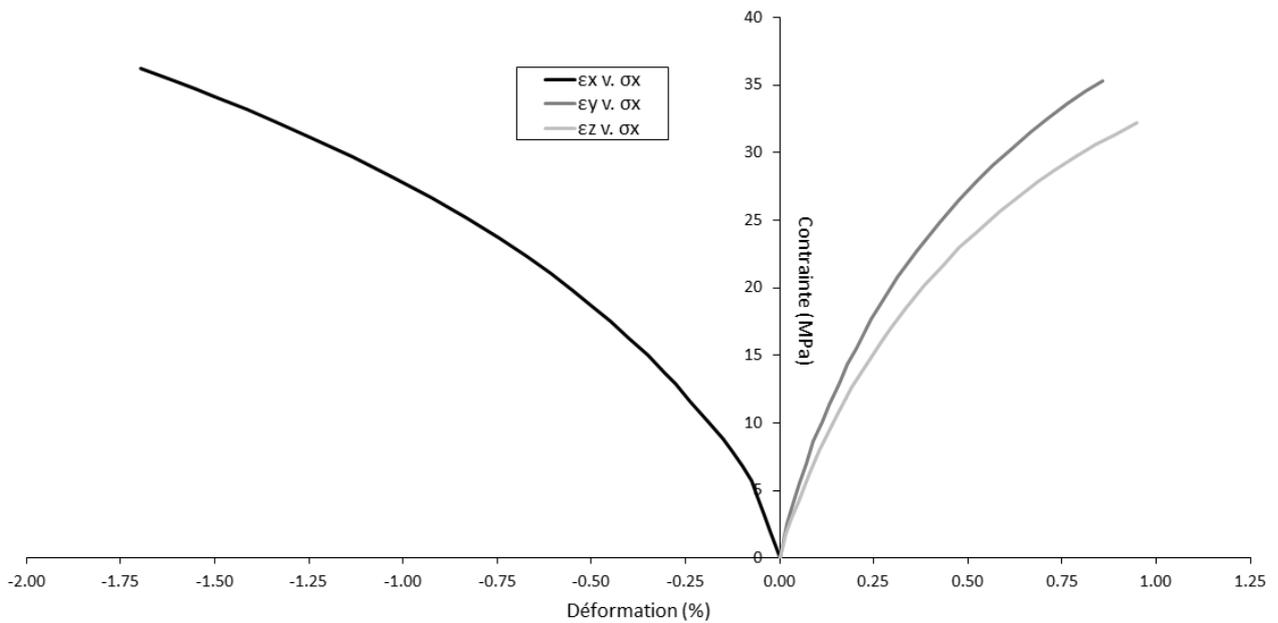


FIGURE 2.4 – Essai de compression suivant la trissectrice du composite [Rémond, 1984].

### Essais macroscopiques complémentaires

**Contexte** Les travaux de thèse de Yves Rémond, intitulés “Sur la reconstruction du comportement mécanique d’un matériau composite 3D à partir de ses constituants” [Rémond, 1984], font suite à ceux de Poss [Poss, 1982]. La thèse a été réalisée au LMT de Cachan et soutenue en 1984. Dans un premier temps, des essais macroscopiques complémentaires ont été réalisés afin de caractériser plus amplement le comportement hors axe du matériau. Un essai de torsion suivant Z et un essai de compression suivant la trisectrice ont été réalisés. Les constituants mésoscopiques, les baguettes et les octets de matrice, ont également été caractérisés via des essais classiques comme la flexion, la torsion et la traction. Des essais non-standards réalisés sur du matériau avec certains constituants ôtés ont permis de déterminer certaines propriétés transverses encore inconnues. Puis, des lois de comportement ont été construites, tenant compte de l’endommagement et de la “plasticité” de la matrice, des interfaces endommageables, etc. Une méthode d’homogénéisation a été développée afin de pouvoir calculer les propriétés effectives d’une maille élémentaire en intégrant les lois de comportement spécifiques. Les paramètres ont été ajustés et comparés aux caractérisations.

**Essais de torsion Z** La figure 2.3 présente les mesures réalisées lors d’un essai de torsion suivant Z sur le 3D C/C. Cet essai permet de caractériser le cisaillement X/Z ou Y/Z. Il met en avant ce qu’avait montré auparavant les essais hors axe de la thèse de Poss [Poss, 1982]. Le comportement en torsion montre le caractère très endommageable du composite en dehors de ses axes de tissage, avec une relation contrainte-rotation non-linéaire. Également, les cycles sont très ouverts et les déformations résiduelles importantes, signe d’un frottement non négligeable entre les éléments. La forme des cycles est assez éloignée de celle observée lors des essais de traction/compression à 45°. Il est probable qu’un fort endommagement soit infligé aux baguettes Z, avec des sollicitations de flexion et de torsion combinées. Cet essai provoque ainsi des mécanismes de rupture complexes au sein du 3D C/C.

**Essais de compression sur trisectrice** La figure 2.4 montre un essai de compression suivant la trisectrice de la maille périodique du composite. Cet essai permet de caractériser le couplage entre les trois directions du matériau. Il permet de valider les données estimées auparavant et de construire un modèle d’endommagement adapté aux différents cas de chargement. Les essais ont permis d’estimer les modules de cisaillement dans les différents plans de sollicitation,  $G_{XY}=2820\text{MPa}$  et  $G_{ZX} = G_{YZ} = 2300\text{MPa}$ . En effectuant des essais cyclés, un fort endommagement a été observé. Ces résultats sont en accord avec les compressions à 45° de Poss [Poss, 1982]. L’endommagement a été estimé et les paramètres du modèle ont été ajustés. L’essai a permis de quantifier le couplage de l’endommagement entre les différentes directions du composite, mais a également mis en avant le besoin de caractériser les méso-constituants.

**Modèle phénoménologique** Un modèle comportemental basé sur la structure du composite a été construit. Il prend en compte l’aspect local de l’endommagement et les caractères spécifiques des méso-constituants. Les paramètres ont été identifiés à partir des essais. Certaines valeurs ont été ajustées suite à des discussions sur les limites liées à l’expérimental. Les interfaces mésoscopiques ont été supposées élastiques endommageables. La rigidité en cisaillement de ces dernières (1.00GPa) est dégradée en fonction de l’endommagement ; il n’y a pas de frottement. L’énergie de cohésion en cisaillement est d’environ  $0.4J.m^{-2}$ . Le modèle reproduit de façon satisfaisante le comportement du matériau et intègre des aspects locaux. Cependant, ses limites sont les mêmes que celles du modèle proposé par Poss [Poss, 1982] : la plasticité et l’absence du frottement montrent la distance envers les mécanismes observés lors des essais de caractérisation du matériau.

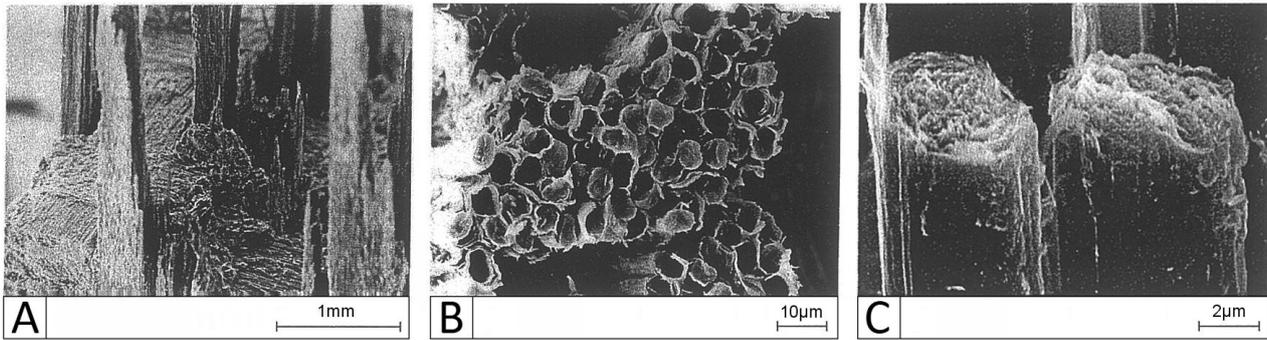


FIGURE 2.5 – Faciès de rupture après traction suivant Z [Davy, 2001]. Observations à l'échelle du composite (A), des baguettes (B) et des fibres (C).

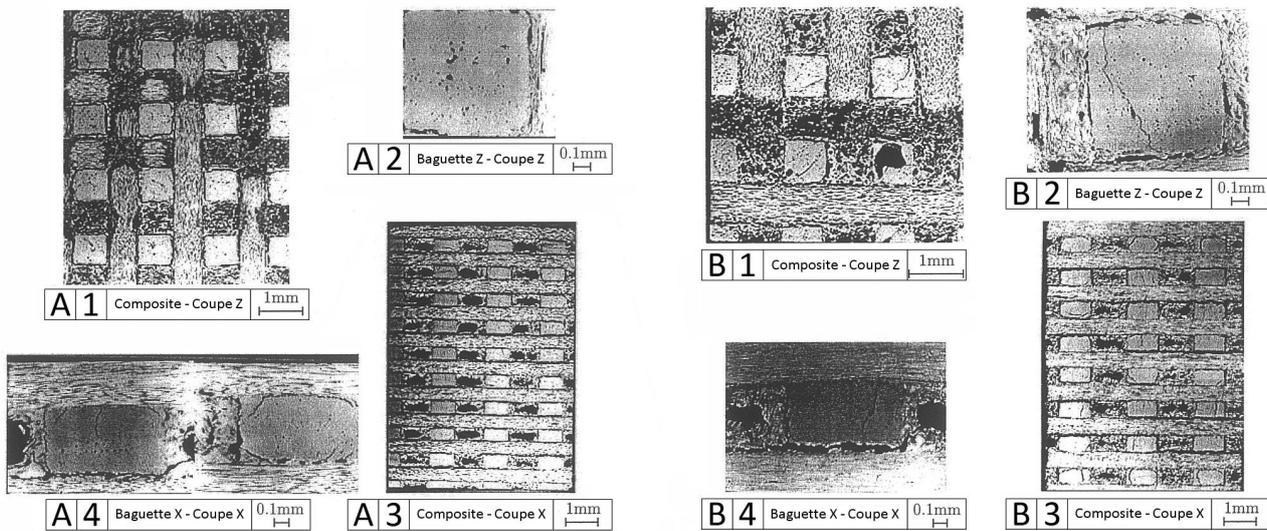


FIGURE 2.6 – Micrographies de coupes polies d'éprouvettes ante-mortem (A) et post-mortem (B) [Davy, 2001].

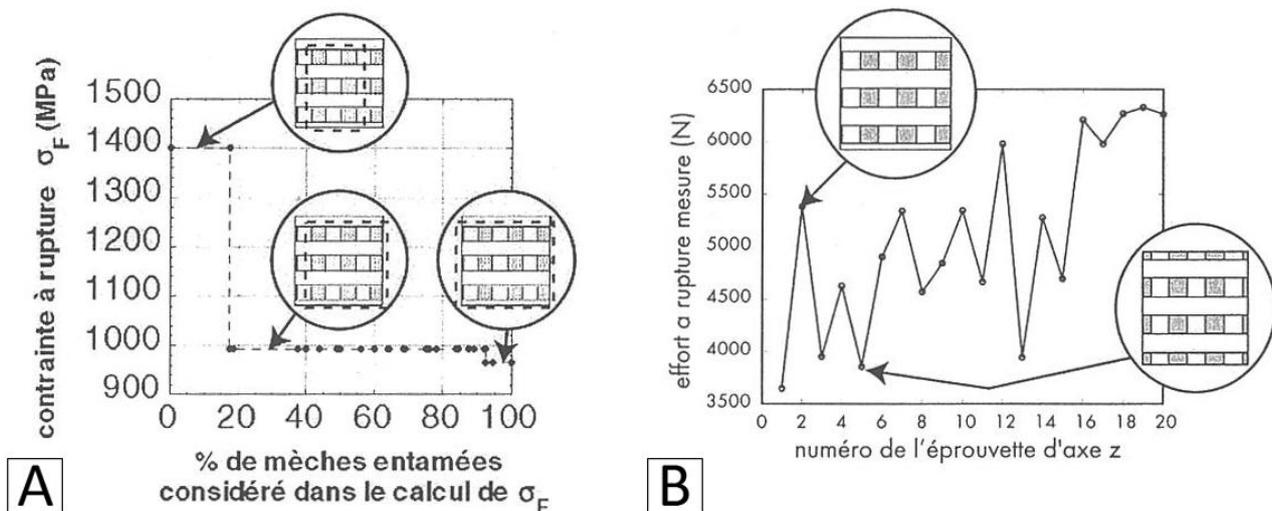


FIGURE 2.7 – A : Influence de la section de l'éprouvette sur la contrainte à rupture. B : Disparités des contraintes à rupture et section des éprouvettes [Davy, 2001].

### Mécanismes d'endommagement du 3D C/C

**Contexte** La thèse de doctorat de Catherine Davy, intitulée "Rupture d'un composite carbone-carbone 3D sous sollicitations complexes : expérimentation et modélisation" [Davy, 2001], a également été réalisée au LMT Cachan et défendue en 2001. Les objectifs sont l'analyse et la quantification de la rupture d'un composite 3D carbone/carbone. Le matériau est extrêmement proche de celui étudié ici, même si son nom n'est pas révélé par soucis de confidentialité. Le tissage, la composition et même les fibres semblent rigoureusement correspondre. Les propriétés mesurées ne sont peut-être pas exactement identiques, mais un grand intérêt est porté aux mécanismes décrits. Les travaux présentent une discussion sur les critères de rupture, reprenant entre autres les études de Poss et Rémond, et posent les enjeux des couplages de l'endommagement entre les directions de sollicitation. Divers essais de caractérisation ont été réalisés afin de pouvoir appliquer des modèles statistiques liés à la rupture. Un protocole expérimental rigoureux et des observations fines ont permis l'analyse des scénarii de rupture. Afin de reproduire les sollicitations complexes du matériau pendant sa phase d'utilisation, un dispositif d'essais multiaxial a été construit. L'objectif de ces essais est la validation des critères de rupture de composite jusque-là basés sur des essais moins complexes.

**Étude du faciès de rupture** La figure 2.5 présente des faciès de rupture à trois échelles. L'image A est localisée à l'échelle du composite, la B dans une baguette et la C au niveau des fibres. À l'échelle du composite (A), les baguettes Z présentent un fort déchaussement. Ceci est particulièrement marqué pour celles sur les bords de l'éprouvette, probablement endommagées initialement par l'usinage. Transversalement, le faciès de rupture suit les décohésions entre les octets et les baguettes X/Y. Parfois, la rupture passe au cœur des octets de matrice. Ce sont globalement les baguettes Z qui pilotent la rupture axiale, d'après leur aspect d'arrachement. L'image B présente les faciès de rupture à l'échelle des renforts fibreux. De nombreux paquets de fibres semblent s'être rompus en même temps, laissant apparaître la structure lamellaire de la matrice. Il semblerait que la matrice, de par sa structure feuilletée ait de faibles propriétés mécaniques, la rupture a été pilotée par les fibres. L'image C présente également un aspect d'arrachement, comme observé sur les baguettes à l'échelle supérieure. Ceci va dans le sens des fibres pilotant la rupture des baguettes avec un comportement probablement similaire.

**Endommagement et scénarii de rupture** La figure 2.6 présente des coupes d'éprouvettes ante-mortem (A) et post-mortem (B). Des coupes suivant l'axe des éprouvettes (Z, images 1 et 2) et le long des éprouvettes (X/Y, images 3 et 4) sont présentées, à différents grossissements. Au sein du matériau, il y a globalement peu de différence avant et après la rupture à l'échelle macroscopique. Le composite présente initialement de larges décohésions, il est déjà fortement endommagé. À l'échelle mésoscopique, des fissurations transverses apparaissent dans les baguettes Z. Les octets de matrice les plus poreux sont très souvent fissurés. Les décohésions autour des baguettes X/Y sont nettement plus prononcées. Ces dernières ont visiblement guidé le faciès de rupture. Dans le cas des essais suivant les axes de tissage, la rupture du matériau est pilotée par les baguettes, et celle des baguettes par les fibres qui les composent. Les éléments transverses ne jouent pas de rôle prépondérant du fait de leur décohésion initialement très prononcée. Cependant, il existe une grande disparité de contraintes à rupture dans le matériau, expliqué par des effets de bords. La figure 2.7 illustre l'influence de ces effets de bord sur la contrainte à rupture. Le schéma A met en avant la sensibilité envers le nombre de baguettes endommagées lors de l'usinage l'éprouvette. Le schéma B montre la disparité des contraintes à rupture et le lien avec la proportion de baguettes endommagées. Les éprouvettes possèdent un faible nombre de périodes de tissage dans la section, favorisant l'influence des baguettes initialement endommagées.

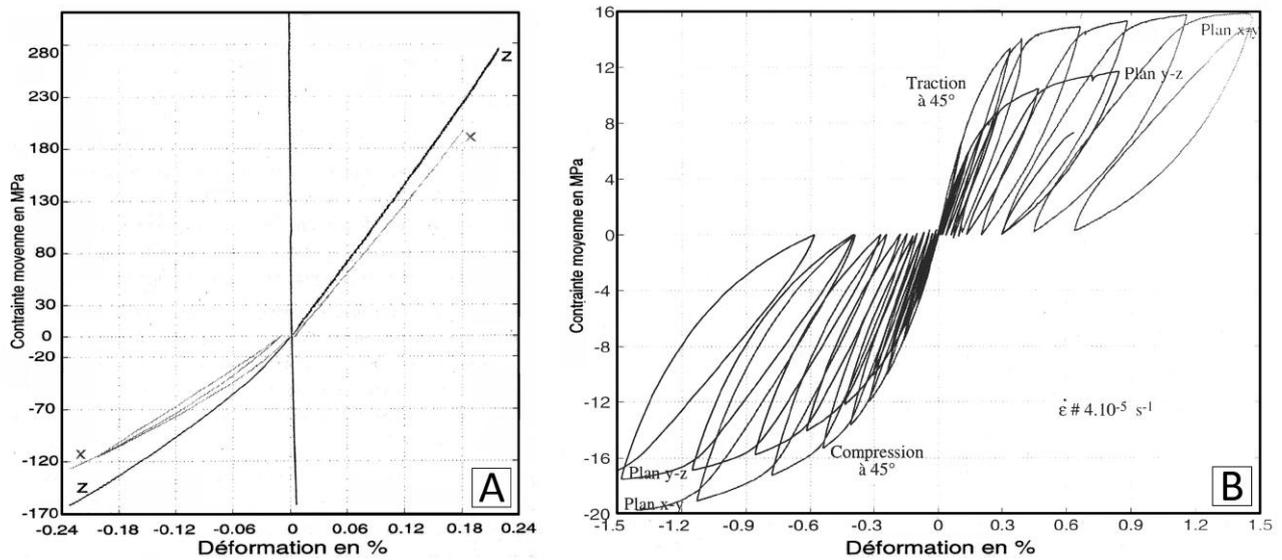


FIGURE 2.8 – Essais macroscopiques sur le C/C BLOC300 [Gratton, 1998]. A : Tractions/compressions suivant les axes de tissage. B : Tractions/compressions en dehors des axes de tissage.

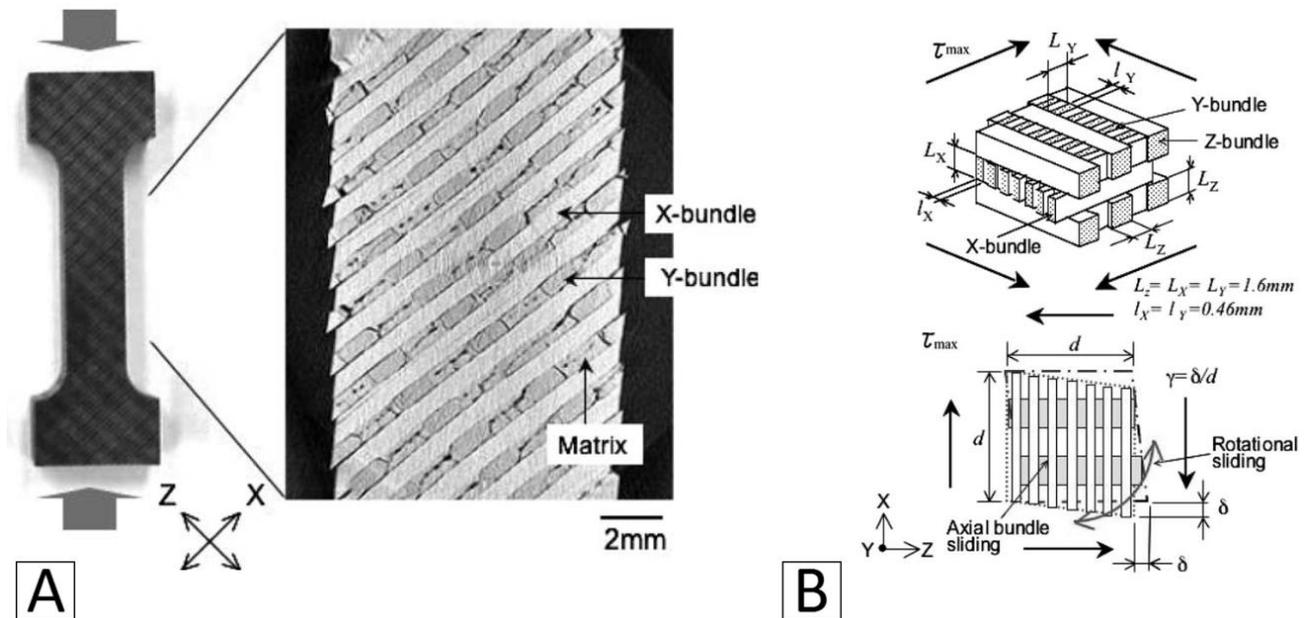


FIGURE 2.9 – Caractérisation macroscopique d'un C/C similaire au 3D C/C [Hatta et al., 2005a]. A : Éprouvette après essais de compression hors axe (déformation de 10%). B : Schématisation des mécanismes de déformation du 3D C/C dans la région du plateau de glissement.

### 2.2.2 Compléments sur des matériaux similaires au 3D C/C

#### Gratton1998

**Contexte** Dans le cadre de ses travaux de thèse, Michel Gratton a réalisé une étude intitulée « Comportement d'un composite 3D carbone/carbone, méso-modélisation pour la prévision de la réponse sous choc » [Gratton, 1998]. Le composite étudié, appelé BLOC300, possède une architecture similaire à celle du 3D C/C. Des essais de caractérisation sont présentés sur le composite (traction/compression axiales et hors axe) et sur ses constituants (baguettes, octets de matrice). Ces essais sont inspirés de ceux effectués par Poss et Rémond. Des essais d'impact plaque-plaque sont réalisés et les enjeux liés à leur modélisation sont introduits. Un modèle mésoscopique est construit en s'inspirant des travaux de Rémond [Rémond, 1984], les propriétés ayant été adaptées au matériau BLOC300. Enfin, ce modèle est exploité dans le cadre de l'impact plaque-plaque, permettant d'interpréter les essais réalisés.

**Comportement mécanique** Des essais de traction/compression ont été réalisés sur le composite. Les essais dans les directions du tissage sont présentés en figure 2.8-A. Le comportement en traction est linéaire élastique fragile, les modules de Young sont respectivement de 101GPa et 120GPa dans les directions X/Y et Z, avec des ruptures à 195MPa et 276MPa. En compression, le comportement est légèrement plus endommageable, avec une relation contrainte-déformation non linéaire et des cycles ouverts. Les modules élastiques en compression sont de 90GPa et 110GPa dans les directions X/Y et Z, avec des ruptures respectives à -127MPa et -160MPa. Des essais similaires ont été conduits hors des axes du tissage. La figure 2.8-B illustre les essais hors axes, dans les plans XY et YZ/ZX. Les modules de cisaillement sont respectivement de 4.00GPa et 3.15GPa. Les ruptures correspondantes en traction/compression ont eu lieu à 31MPa/39MPa et 24MPa/36MPa. Des essais de compression ont également été réalisés suivant la trisectrice (direction X+Y+Z). Les modules de cisaillement calculés sont proches de ceux obtenus précédemment avec 4.15GPa dans le plan XY et 3.05GPa dans les plans YZ/ZX, les ruptures ont eu lieu à 40MPa. Les essais ont mis en avant un comportement très similaire au 3D C/C étudié. Le comportement en cisaillement présente autant de non-linéarités avec un caractère tout autant endommageable. Les propriétés des baguettes et le comportement aux interfaces pilotent ainsi le comportement macroscopique du matériau. Les légères différences au niveau des propriétés ont plusieurs causes probables : une variation dans le processus de densification, le pas de tissage plus fin suivant Z ou l'utilisation de la fibre T300 au lieu de la M40.

#### Hatta2005

Hatta a également étudié le comportement mécanique de composites C/C à architectures tri-orthogonales [Hatta et al., 2005a]. Le comportement observé est souvent similaire à celui du 3D C/C. Si une grande résistance est observée suivant les axes de tissage, celle hors axe est près de 10 fois plus faible, une donnée décrite comme critique dans la conception de ces matériaux. La figure 2.9-A présente une coupe d'éprouvette après un essai de compression. La direction de sollicitation correspond à Z+X. Le schéma en figure 2.9-B résume les mécanismes observés. La faible résistance et le comportement non linéaire suivant cette direction sont expliqués par d'importants glissements aux interfaces. Les baguettes vont simplement glisser les unes sur les autres, celles placées transversalement vont rouler. Le frottement résultant de ce glissement provoque le plateau d'endommagement observé et les déformations résiduelles observés lors des essais. Il est possible d'établir des parallèles avec le 3D C/C. Au vu de la similarité des architectures et du comportement mécanique, il est fortement probable que les méso-interfaces soient également responsables du comportement non-linéaire hors axe.

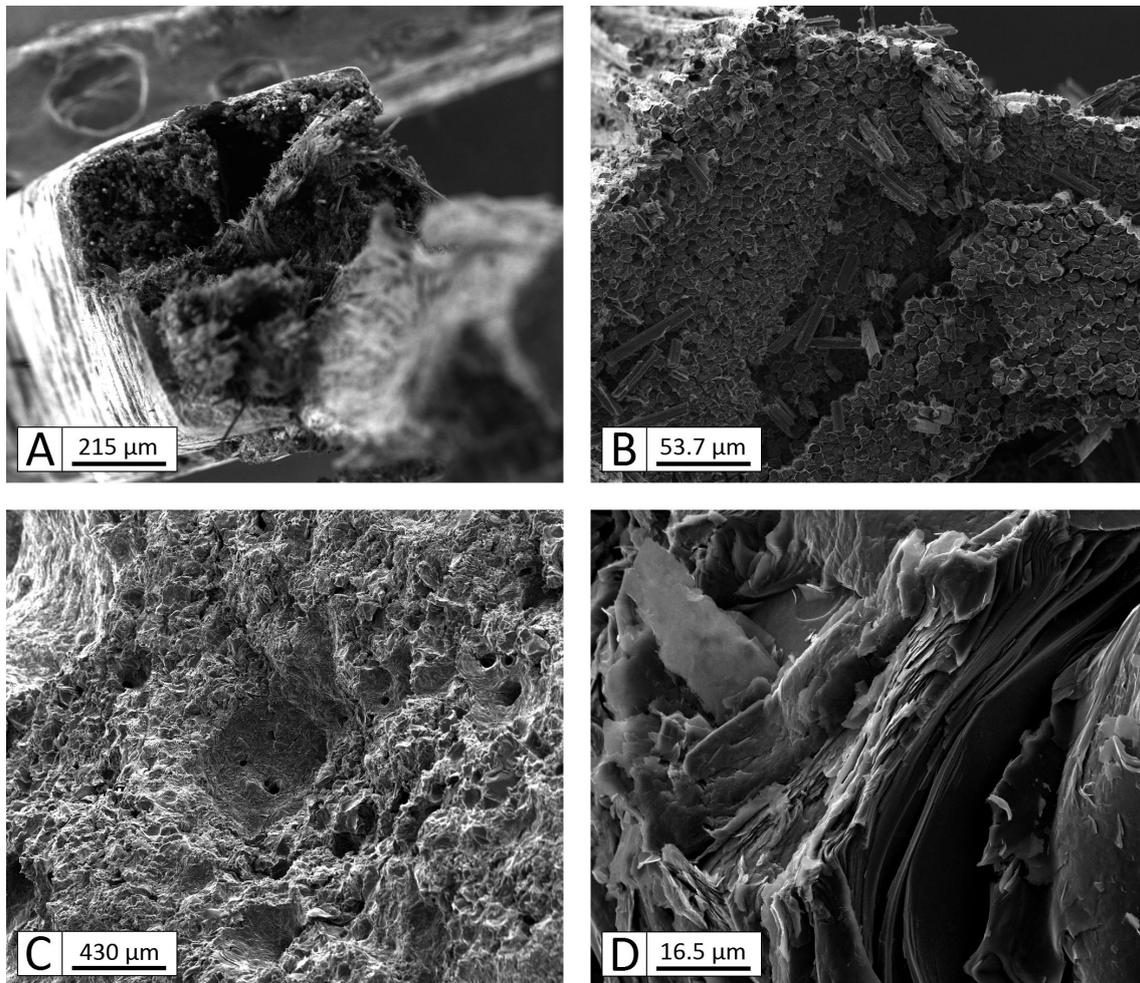


FIGURE 2.10 – Essais à l'ambiante sur méso-constituants. Faciès de rupture après traction sur baguettes Z (A,B) et après compression sur blocs de matrice ex-brai (C,D).

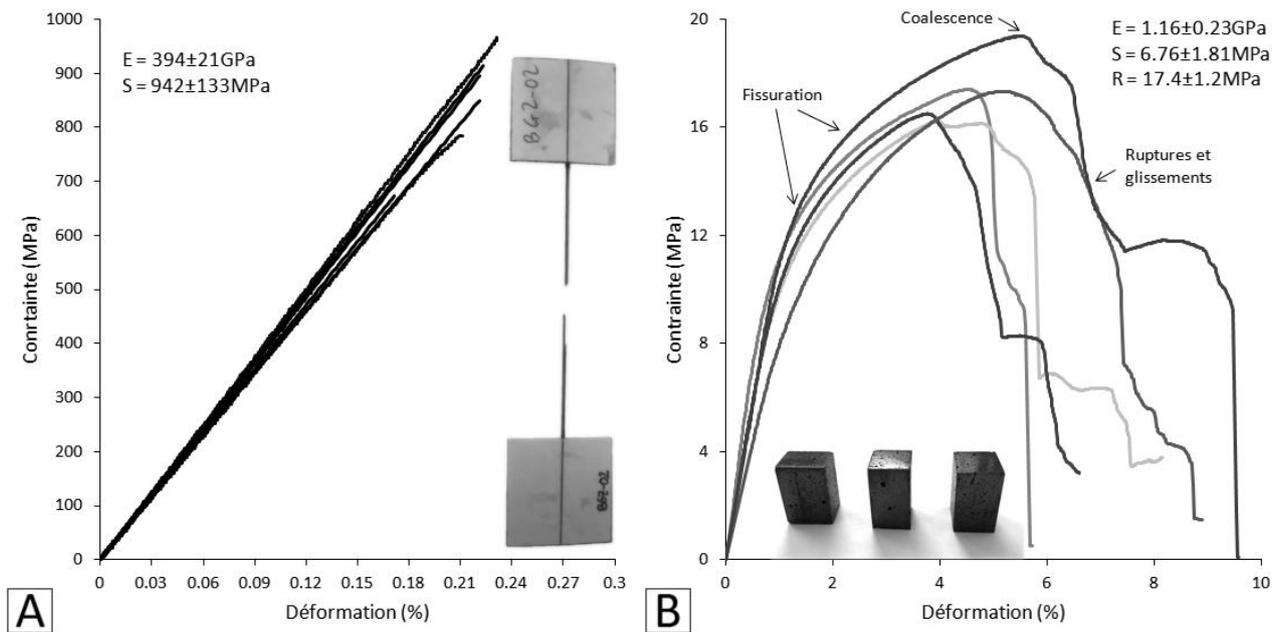


FIGURE 2.11 – Traction sur baguettes Z (A) et compression sur blocs de matrice ex-brai (B).

### 2.2.3 Caractérisation des méso-constituants

**Littérature** Aabyset (1981), Bussy (1982), Poss [Poss, 1982], Rémond [Rémond, 1984], et Dumont [Dumont et al., 1987] ont caractérisé les baguettes au travers de différents essais. Des essais de flexion ont été réalisés, mettant en avant un comportement élastique fragile, estimant un module axial de  $484 \pm 39$  GPa pour une rupture à 0.2% ( $1.20 \pm 0.12$  GPa). Également, la contrainte à rupture transverse a été estimée à  $\sigma_T^r = 47.5$  MPa (Aabyset et Bussy). Des essais de torsion ont permis d'estimer le comportement en cisaillement, avec un module à  $G_{XY} = G_{ZX} = 1.70$  GPa et une rupture à 1.0% (40 MPa). La rupture en cisaillement dans le plan transverse/transverse a été estimée à  $\tau_{TT}^r = 52$  MPa (Aabyset et Bussy). Un modèle d'homogénéisation a été utilisé pour déterminer les propriétés des constituants dans un échantillon de 3D C/C usiné par perçage de façon à retirer les baguettes Z [Rémond, 1984]. Ce matériau, composé de baguettes X/Y et d'octets, a été caractérisé en compression suivant différentes directions. Pour les baguettes, le module radial a été estimé à 6.00 GPa. Pour ce qui concerne les octets de matrice, il en résulte un module de Young de 3.60 GPa et un coefficient de Poisson de 0.15. Les coefficients de Poisson des baguettes ont été choisis dans la littérature, avec 0.25 en axial/radial et 0.45 en radial/radial. Dans ses travaux, Aoki a également étudié les propriétés transverses des renforts [Aoki et al., 2007b]. Un comportement linéaire élastique fragile a été observé lors d'essais de traction, avec un module élastique de 7.1-8.4 GPa et une contrainte à rupture de 7.3-8.8 MPa. Les ordres de grandeurs correspondent.

**Tractions sur baguettes Z** Des baguettes Z ont été extraites du 3D C/C et caractérisées avec des essais de traction. La figure 2.10 présente le faciès de rupture d'une baguette (A, B). Premièrement, le faciès est étagé différemment sur 4 quadrants, probablement une conséquence du tissage avec un assemblage de 4 fils légèrement torsadés individuellement. Deuxièmement, sur chaque quadrant le faciès, bien que complexe, est majoritairement formé de plateaux, signe de micro-interfaces fortes permettant un rechargement accru. L'aspect feuilleté de la matrice et les cassures nettes au niveau des fibres montrent que la rigidité des baguettes provient des fibres. Malgré son grand niveau de graphitisation, il semble que la matrice ex-brai joue un rôle non-prépondérant dans les propriétés axiales des baguettes. Enfin, la baguette est entourée d'une fine couche de matrice, soit  $4.7 \pm 1.5\%$  de la section. La baguette est ainsi un assemblage en comprenant 4 fils densifiés et une couche de matrice externe. La figure 2.11-A présente les courbes contrainte-déformation associées. Le comportement est semblable à celui décrit dans la littérature, une évolution rigoureusement élastique linéaire avec une rupture fragile. Ceci a été confirmé par les mesures d'émissions acoustiques tout au long des essais. Le module est estimé à  $394 \pm 21$  GPa, avec une rupture à  $942 \pm 133$  MPa ( $0.24 \pm 0.03\%$ ). Ces valeurs sont légèrement plus faibles que celles de la littérature en flexion.

**Compressions sur des blocs de matrice** Des essais de compression ont été réalisés sur des blocs de matrice ex-brai. Ce matériau présente divers points communs avec les octets de matrice (texture, forme des porosités). Il présente cependant une densité plus faible, due à une forte porosité ( $\approx 40\%$ ). La figure 2.10 présente un faciès de rupture après essai. La rupture finale semble due à une coalescence des fissurations entre les porosités. Le faciès est complexe et très rugueux et semble également dépendre de la texture de la matrice. La figure 2.11-B présente les courbes contrainte-déformation associées. Le comportement se traduit par un chargement élastique et une phase endommageable avant la rupture finale. Les émissions acoustiques confirment que l'endommagement n'opère qu'après le changement de pente. Le module initial est de  $1.16 \pm 0.23$  GPa, la limite élastique est à  $6.76 \pm 1.81$  MPa et la rupture intervient à  $17.4 \pm 1.2$  MPa. Le matériau apparaît avoir une résistance mécanique très faible. Les octets sont plus denses, mais ces résultats appuient l'hypothèse de leur faible contribution mécanique.

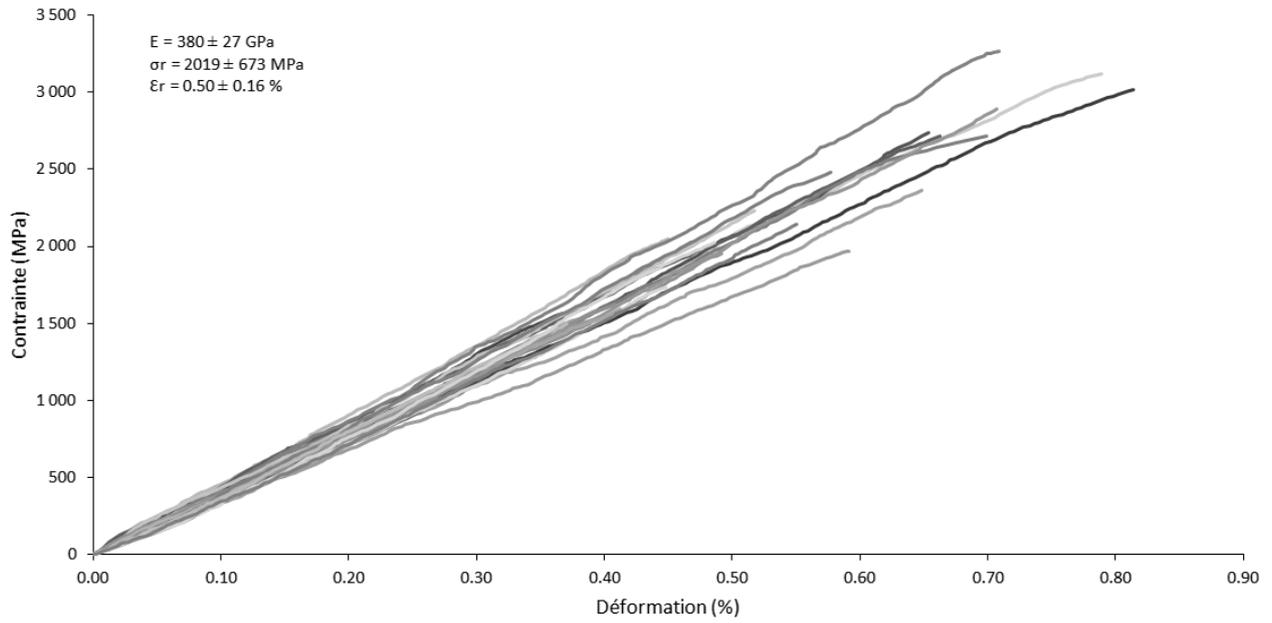


FIGURE 2.12 – Essais de traction sur fibres à l’ambiante [Carpier, 2015, Benezech, 2016].

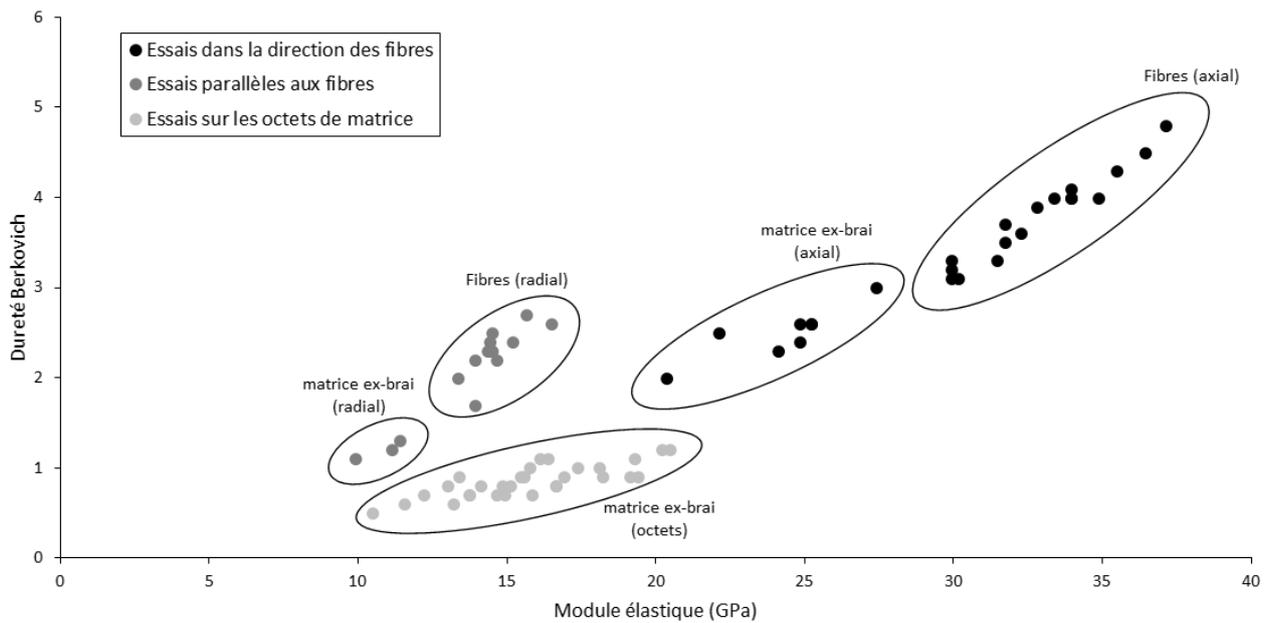


FIGURE 2.13 – Essais de nano-indentation sur les baguettes et les octets de matrice.

### 2.2.4 Caractérisation des micro-constituants

**Littérature** L'étude de morphologie du 3D C/C a révélé une forte réduction du diamètre moyen des fibres au sein des baguettes par rapport aux fibres brutes. Ceci témoigne d'une forte transformation pendant la densification du matériau. Pour information, quelques propriétés mécaniques des fibres M40 brutes sont connues. Tout d'abord, le fabricant [Toray, 2012] indique un module axiale de 392GPa et une contrainte à rupture de 2.74GPa. D'autres travaux affichent davantage de propriétés, un module élastique transverse de 12.0GPa et un coefficient de Poisson axial/radial de 0.38 [Menessier et al., 1989]. Enfin, les travaux de Kawabata [Kawabata, 1990] donnent un module axiale compris entre 343GPa et 513GPa pour une rupture à 3.82GPa et un module transverse de 7.56GPa pour une rupture à 0.95GPa (compression transverse). L'étude de morphologie du 3D C/C a montré la texture lamellaire de la matrice, dont les propriétés mécaniques sont probablement faibles. Ceci est corroboré par les faciès de rupture après traction sur baguettes. Il n'existe cependant pas de valeur dans la littérature pour la matrice ex-brai. Par contre, il est probable que le comportement des lamelles, prises individuellement, soit proche de celui de la structure graphitique théorique.

**Traction mono-filamentaire sur la fibre M40** Un dispositif de traction mono-filamentaire a permis de caractériser les propriétés mécaniques de la fibre M40 [Grandclaude, 2006]. Une trentaine d'essais à température ambiante ont été réalisés [Carpier, 2015, Benezech, 2016], présentés dans la figure 2.12. Un comportement linéaire élastique fragile est observé. Le module élastique axial est de  $380 \pm 27$ GPa, la contrainte à rupture axiale est de  $2020 \pm 670$ MPa et la déformation à rupture est de  $0.50 \pm 0.16\%$ . Les valeurs à rupture sont légèrement plus faibles que celles annoncées par le fabricant [Toray, 2012]. Même si le comportement rappelle celui des baguettes, les valeurs caractéristiques restent bien inférieures à celles attendues.

**Nano-indentation** La nano-indentation est une méthode destructive de caractérisation des propriétés mécaniques. Un indenteur équipé d'une pointe spécifique vient infliger une déformation irréversible à la surface du matériau. La pointe utilisée ici est de type Berkovich, une pyramide inversée à base triangulaire. L'analyse des courbes effort-déplacement permet de déterminer un module élastique et une dureté. Le module de nano-indentation est lié à la réponse du matériau lors du retrait de la pointe après essai. La dureté est une fonction de la profondeur atteinte, elle quantifie la résistance du matériau à la pénétration. Si cette méthode permet de caractériser les propriétés d'un matériau à l'échelle du micron, son application aux carbones graphitiques est très complexe. En effet, divers travaux [Diss et al., 2002, Gross et al., 2013] ont montré que ce type d'essai sous-estime grandement les propriétés mécaniques des carbones graphitiques du fait d'un flambement local dans les plans basaux. Il permet cependant de comparer les propriétés des différents constituants, et dans le cas du 3D C/C d'apporter quelques données sur la matrice ex-brai. La figure 2.13 présente la dureté en fonction du module de nano-indentation. Les essais ont été réalisés sur des coupes longitudinale et transverse des baguettes, ainsi que sur la matrice des octets. Dans les sections transverses des baguettes, les fibres ont une dureté de 3-5 pour un module de 30-37GPa, et la matrice ex-brai présente une dureté de 2-3 pour un module élastique de 20-28GPa. Dans les sections longitudinales des baguettes, les fibres ont une dureté de 2-3 pour un module de 13-17GPa, et la matrice à une dureté de 1-2 pour un module de 10-12GPa. Les essais sur la matrice ex-brai dans les octets de matrice donnent une dureté de 1.5-2.5 pour un module de 10-20GPa. Les modules sont très éloignés de ceux de traction, il s'agit de module de nano-indentation, probablement à comparer avec des modules de compression. Les éléments dans la direction des fibres sont plus rigides et plus durs que ceux dans la direction normale aux fibres et que la matrice dans les octets. Également, dans chaque direction respective, les fibres sont plus rigides et plus dures que la matrice.

### 2.2.5 Bilan des propriétés mécaniques à l'ambiante

**Échelle macroscopique** Le tableau 2.1 regroupe les propriétés élastiques issues des travaux au LMT [Poss, 1982, Rémond, 1984]. En complément, le tableau 2.2 rassemble les données liées à la rupture pour des chargements de traction, compression et cisaillement. Suivant les renforts, le 3D C/C présente un comportement linéaire élastique fragile en traction. En compression, des micro-flambements au sein des baguettes causent un comportement légèrement endommageable. En dehors des axes de tissage, le matériau présente beaucoup moins de résistance et un comportement non linéaire endommageable. Ce sont probablement des glissements aux interfaces qui seraient responsables de ce comportement.

| Module de Young | GPa | Coefficient de Poisson | -              | Module de cisaillement | GPa  |
|-----------------|-----|------------------------|----------------|------------------------|------|
| $E_X$           | 120 | $\nu_{XY}$             | $\approx 0.02$ | $G_{XY}$               | 2.75 |
| $E_Y$           | 120 | $\nu_{YZ}$             | $\approx 0.02$ | $G_{YZ}$               | 2.25 |
| $E_Z$           | 120 | $\nu_{ZX}$             | $\approx 0.02$ | $G_{ZX}$               | 2.25 |

TABLE 2.1 – Propriétés élastiques du 3D C/C [Poss, 1982, Rémond, 1984].

| Traction     | MPa | Compression  | MPa          | Cisaillement | MPa          |
|--------------|-----|--------------|--------------|--------------|--------------|
| $\sigma_X^T$ | 217 | $\sigma_X^C$ | $\approx 80$ | $\tau_{XY}$  | $\approx 40$ |
| $\sigma_Y^T$ | 217 | $\sigma_Y^C$ | $\approx 80$ | $\tau_{YZ}$  | $\approx 40$ |
| $\sigma_Z^T$ | 268 | $\sigma_Z^C$ | 80           | $\tau_{ZX}$  | $\approx 40$ |

TABLE 2.2 – Contraintes à rupture du 3D C/C [Poss, 1982, Rémond, 1984].

**Échelle mésoscopique** À l'échelle mésoscopique, les constituants présentent un comportement relativement simple. Les baguettes, directement responsables du comportement du 3D C/C lors de sollicitations suivant les axes de tissage, reprennent le comportement observé lors des essais de traction/compression. Des caractérisations ont été réalisées sur les baguettes X/Y et les baguettes Z. Ces baguettes seront supposées avoir les mêmes propriétés, celles présentées dans le tableau 2.3. La caractérisation directe des octets de matrice étant très difficile, des valeurs ont été estimées dans les travaux réalisés au LMT [Poss, 1982, Rémond, 1984]. Ces données, constituant néanmoins un point de départ, sont regroupées dans le tableau 2.4.

| Module de Young | GPa  | Coefficient de Poisson | -    | Module de cisaillement | GPa  |
|-----------------|------|------------------------|------|------------------------|------|
| $E_L$           | 484  | $\nu_{LR}$             | 0.25 | $G_{LR}$               | 1.70 |
| $E_R$           | 6.00 | $\nu_{RR}$             | 0.45 | $G_{RR}$               | 2.10 |

TABLE 2.3 – Propriétés élastiques des baguettes à l'ambiante [Poss, 1982, Rémond, 1984].

| Module de Young | GPa  | Coefficient de Poisson | -    | Module de cisaillement | GPa  |
|-----------------|------|------------------------|------|------------------------|------|
| $E$             | 4.60 | $\nu$                  | 0.15 | $G$                    | 2.00 |

TABLE 2.4 – Propriétés mécaniques isotrope des octets de matrice à l'ambiante [Poss, 1982, Rémond, 1984].

**Échelle microscopique** À l'échelle microscopique, très peu de données sont accessibles pour les micro-constituants. Les données proviennent de diverses sources externes, et sont soit discutables, soit éloignées des réalités du matériau. La fibre M40, a été caractérisée par le fabricant [Toray, 2012] et a fait l'objet de quelques études [Menessier et al., 1989, Kawabata, 1990]. Les données sont regroupées dans le tableau 2.5. Concernant la matrice ex-brai, la littérature ne fournit aucune donnée. La texture complexe et l'aspect granulaire/lamellaire laisse imaginer un comportement mécanique faible mais complexe. À titre d'information, des propriétés de matrice fortement graphitées issues de caractérisations et de simulations sont regroupées dans le tableau 2.6. Ces propriétés peuvent être reliées au comportement des lamelles individuelles.

| Référence     | $E_L$ (GPa) | $E_T$ (GPa) | $G_{LT}$ (GPa) | $G_{TT}$ (GPa) | $\nu_{LT}$ | $\nu_{TT}$ |
|---------------|-------------|-------------|----------------|----------------|------------|------------|
| Menessier1989 | 390         | 12.0        | -              | -              | 0.38       | -          |
| Toray2012     | 392         | -           | -              | -              | -          | -          |
| Kawabata1990  | 343         | 7.56        | -              | -              | -          | -          |

TABLE 2.5 – Propriétés élastiques linéaires de la fibre M40.

| Référence    | $E_a$ (GPa) | $E_c$ (GPa) | $G_{ac}$ (GPa) | $G_{aa}$ (GPa) | $\nu_{ac}$ | $\nu_{aa}$ |
|--------------|-------------|-------------|----------------|----------------|------------|------------|
| Blakshee1970 | 1025        | 36.1        | 440            | 0.0265         | 0.165      | 0.0121     |
| Mounet2005   | 1068        | 29.0        | 441            | 4.50           | 0.210      | -0.00207   |
| Cousins2003  | 1028        | 36.4        | 440            | 5.05           | 0.168      | 0.00637    |

TABLE 2.6 – Propriétés élastiques linéaires des graphites pyrolytiques estimées par caractérisations et simulations.

**Perspectives** Les essais suivant les axes de tissage ont mis en avant un comportement linéaire élastique fragile en traction et légèrement endommageable en compression à cause de micro-flambements dans les renforts. Ainsi, les renforts jouent un rôle prépondérant dans les axes du matériau, eux-mêmes pilotés par le comportement des fibres à l'échelle microscopique. Les essais hors axes ont mis en avant un comportement nettement moins résistant et fortement endommageable. Les compléments apportés par la littérature indiquent que des glissements aux interfaces seraient responsables de ce comportement. Les modèles phénoménologiques construits lors des travaux de Poss et Rémond, bien qu'efficaces, sont jusque-là très éloignés des réalités du matériau. Ils ne permettent pas de lier les mécanismes à l'échelle mésoscopique au comportement effectif du 3D C/C à l'échelle macroscopique. En conséquence, ils ne peuvent pas permettre d'anticiper une évolution des propriétés effectives lors d'une évolution des méso-constituants. Au niveau des méso-constituants, les baguettes ont été largement caractérisées, montrant un comportement similaire au composite suivant ses axes. Par ailleurs, ceci appuie l'hypothèse des glissements aux interfaces pour expliquer le comportement du 3D C/C hors-axe. Les octets de matrice, qui jouent un rôle encore inconnu mais probablement mineur, n'ont pu être caractérisés directement. À cette échelle, il faudrait caractériser les interfaces pour quantifier leur résistance et valider les hypothèses avancées dans ce chapitre. Enfin, il y a également nombre d'inconnues à l'échelle microscopique. Les propriétés des fibres semblent avoir évolué. Les essais sur fibres brutes, même avec traitements thermiques, ne peuvent réellement approcher celles du 3D C/C densifié. Également, le rôle de la matrice ex-brai reste très hypothétique, avec beaucoup d'inconnues sur son comportement mécanique. Pour finir, les micro-interfaces apparaissent fortes après observation des faciès de rupture. Même si elles n'interviennent que lors des phases finales de la rupture du 3D C/C (endommagement des renforts), il serait intéressant de les caractériser.

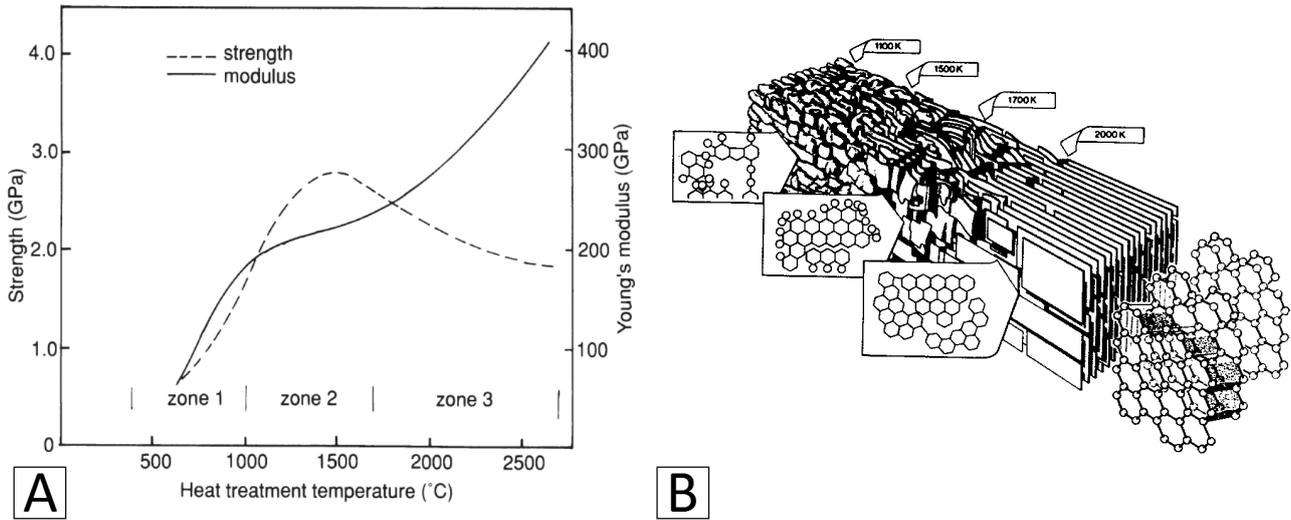


FIGURE 2.14 – A : Influence du traitement thermique sur les propriétés à l'ambiante d'une fibre de carbone ex-PAN [Fitzer and Manocha, 1999]. B : Effet du traitement thermique sur la structure des carbones graphitiques [Fitzer and Manocha, 1999].

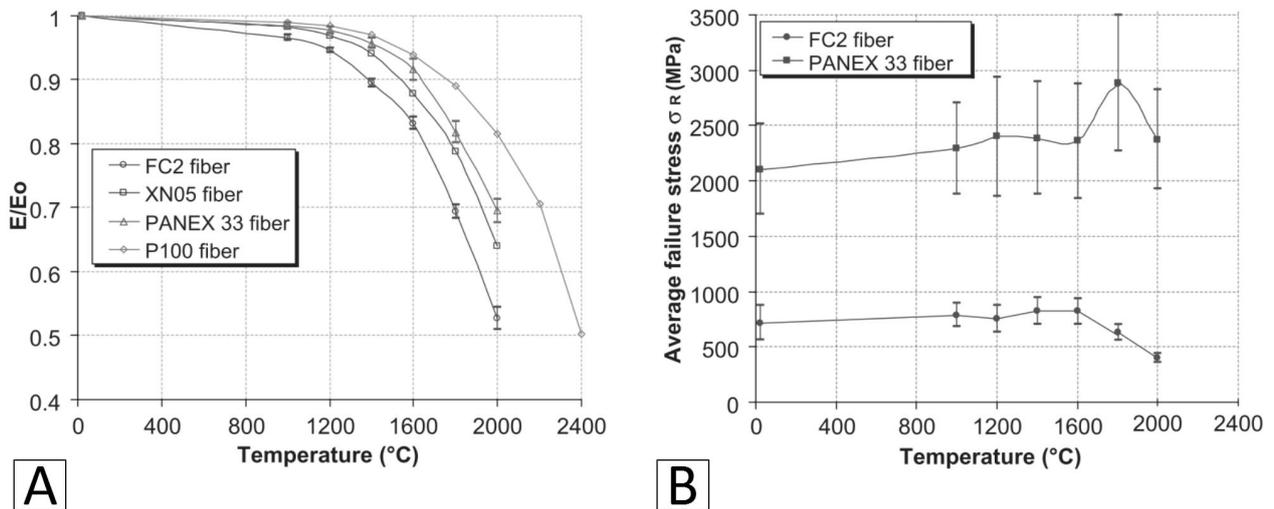


FIGURE 2.15 – Évolution des propriétés mécaniques axiales de fibres de carbone en fonction de la température [Sauder et al., 2004]. A : Le module élastique. B : La contrainte à rupture.

## 2.3 Évolution avec la température

### 2.3.1 Données de la littérature

**Traitement thermique (HTT)** Le schéma en figure 2.14-A présente l'évolution des propriétés mécaniques d'une fibre de carbone ex-PAN en fonction de la température. Plus la température de traitement est élevée, plus le module de la fibre augmente. Certaines fibres, qualifiées de "très haut module", peuvent atteindre jusqu'à 800GPa grâce à des méthodes d'étirement à chaud. Cependant, la résistance à la rupture ne suit pas une loi croissante. Elle augmente progressivement jusqu'à 1500°C, puis décroît au-delà. Ainsi, à partir de 1500°C, avoir une fibre plus rigide équivaut à avoir une fibre moins résistante. L'évolution des propriétés s'explique par les changements opérés à l'échelle cristalline. Le schéma en figure 2.14-B représente l'effet du traitement thermique sur le carbone graphitique désordonné. Plus la température est élevée, plus les défauts vont se réduire, les plans cristallins s'aligner, les domaines cohérents croître et l'anisotropie augmenter. Plus la graphitisation est avancée, plus les propriétés tendent vers celles du graphite. Tout ceci se traduit par la réduction de la largeur de la distribution des orientations préférentielles au sein du carbone. Ainsi, une disparité de  $\pm 5^\circ$  équivaut à un module élastique de 800GPa (exemple des propriétés axiales dans une fibre ex-braï), et  $\pm 30^\circ$  à 200GPa [Savage, 1993]. Kobayashi [Kobayashi et al., 2009] a étudié ce phénomène sur un 3D C/C tissé avec des fibres M40 par diffraction des rayons X (DRX). En comparant un traitement à 2000°C et un à 2500°C, une croissance de 10% de la longueur des cristallites  $L_c$  a été mesurée au sein des fibre et de la matrice, ainsi qu'une diminution de la distance inter-plan  $d_{002}$  dans la matrice. Cette croissance des domaines cohérents et diminution de la quantité de défauts accroît l'anisotropie locale et augmente la rigidité le long des renforts. Cependant, l'effet du traitement thermique sur des structures comme celles des composites C/C peut avoir un impact négatif. Les travaux de Perry [Perry, 1976] ont porté sur l'évolution des propriétés mécaniques en traction (module élastique et contrainte à rupture) d'un C/C proche du 3D C/C lors des cycles de densification et de graphitisation. Si la densification augmente ces propriétés, la graphitisation a tendance à fortement les dégrader, ouvrant des décohésions dans le matériau. Le traitement thermique augmente l'anisotropie et la densité localement, mais provoque des contraintes thermiques résiduelles croissantes. C'est là la limite du traitement thermique sur les matériaux C/C.

**Propriétés mécaniques et température** Bien que le traitement thermique comporte des aspects négatifs, il est nécessaire pour figer la structure locale du matériau. Une fois le traitement thermique effectué à une certaine température, le matériau n'évoluera plus (chimiquement) en deçà de cette température. L'évolution des propriétés mécaniques sera considérée sur des matériaux traités au-delà de la température maximale d'essai. La figure 2.15 présente des essais de traction sur différentes fibres, réalisés dans le cadre de la thèse de Cédric Sauder [Sauder et al., 2004]. Avec un système électrique se servant de la fibre comme résistance, des fibres ont été portée jusqu'à 2400°C sous vide. Le graphe 2.15-A montre la décroissance du module élastique avec la température (-5% à 1500°C, -10% à 1800°C, -30% à 2000°C, -50% à 2200°C). Le graphe 2.15-B montre la variation des contraintes à rupture. Elles restent globalement constantes jusqu'à 2000°C. Au-dessus de 2000°C, le comportement se complexifie avec l'apparition du fluage. Il s'agit d'une déformation plastique causée par un maintien sous contrainte dans le temps. Ceci contribue fortement à la dégradation des propriétés mécaniques des fibres [Sauder et al., 2004]. Les fibres de carbone tiennent relativement bien à haute température, en particulier celles ayant subi un traitement thermique, avec des propriétés qui ne se dégradent réellement qu'après 2000°C. Les fibres étant le renfort des composites C/C, il est attendu que les renforts se comportent de façon analogue.

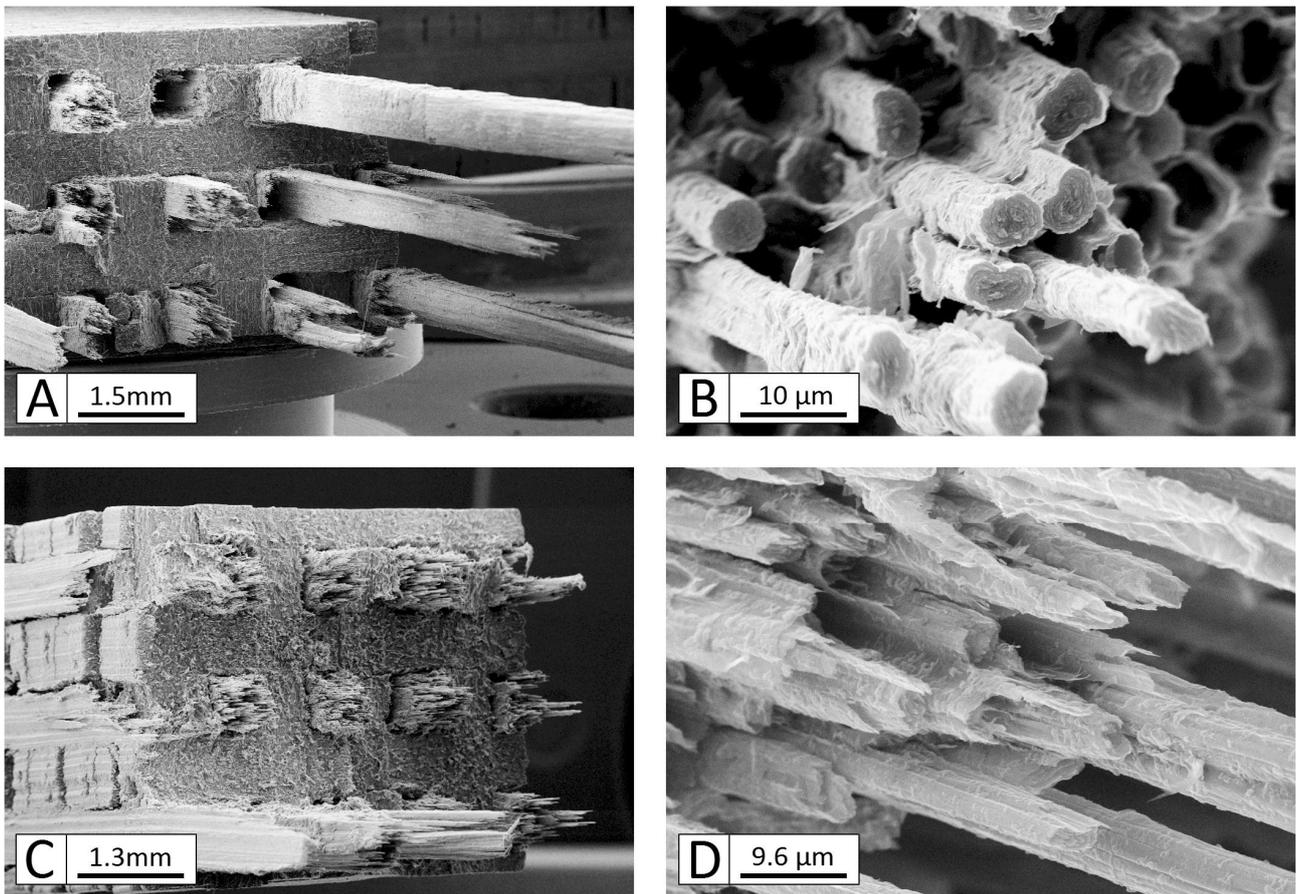


FIGURE 2.16 – Micrographies MEB post-mortem sur éprouvettes de traction Z sur le composite 3D C/C, à l'ambiante (A,B) et à 3000°C (C,D). [CEA, 2004]

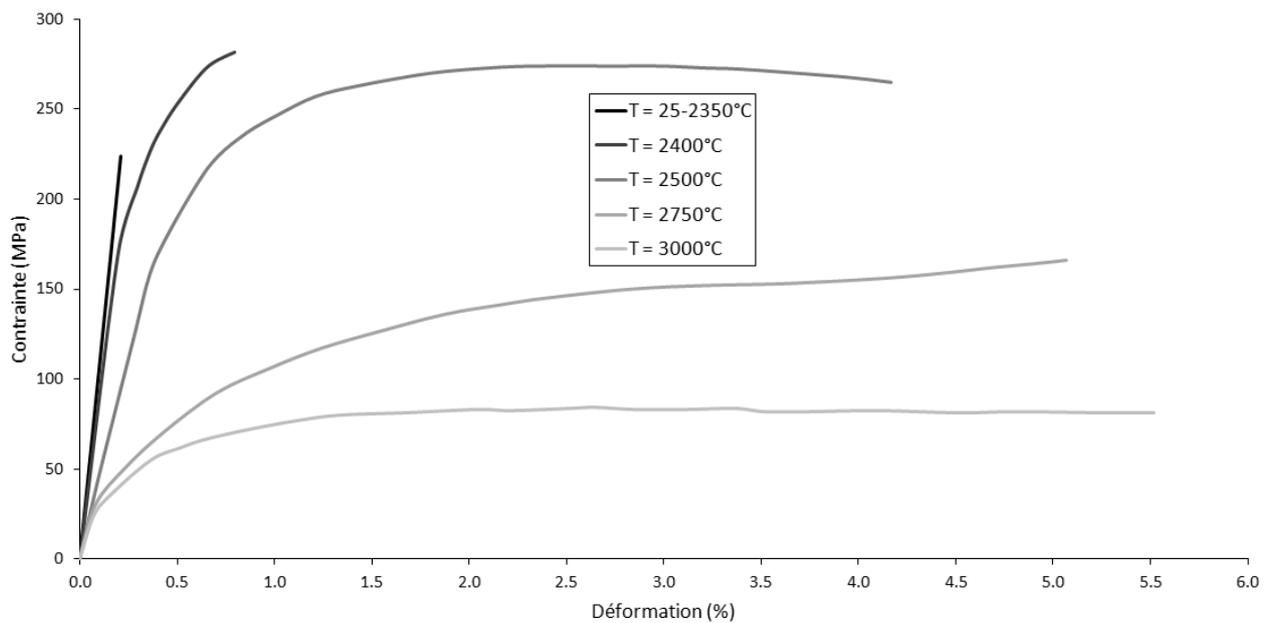


FIGURE 2.17 – Essais de traction Z à haute température sur le composite 3D C/C. [CEA, 2004]

### 2.3.2 Essais macroscopiques à haute température

#### Traction axiale à très haute température

**Évolution du faciès de rupture** Des essais de traction suivant Z ont été réalisés au CEA sur le 3D C/C [CEA, 2004]. La figure 2.16 présente 4 micrographies d'essais de traction à 25°C et à 3000°C, à l'échelle de l'éprouvette et à l'échelle des fibres au sein des baguettes Z. Les faciès de rupture des essais à 25°C correspondent aux observations dans les travaux de C. Davy [Davy, 2001]. Les baguettes Z tiennent à elles seules le matériau, et vont rompre de façon fragile simultanément. Les faciès microscopiques montrent de faibles longueurs de déchaussement des fibres, signe d'une cohésion plutôt forte à l'interface fibre/matrice. Les fibres présentent toutes les caractéristiques d'une rupture fragile. La matrice ne semble pas jouer de rôle mécanique prépondérant dans ces essais. À l'inverse, le profil de rupture des baguettes semble différer, les ruptures locales sont réparties sur plusieurs mm autour du plan XY rompu. Elles ont probablement rompu au niveau d'un point faible sur leur longueur. Ceci est le signe d'une interface mésoscopique faible avec un rechargement très limité. Ceci est encore plus marqué en bordure d'éprouvette, probablement une conséquence de l'usinage ou de la flexion. À 3000°C, le faciès de rupture évolue considérablement. Globalement, la rupture est limitée au niveau du plan XY rompu. La dilatation transverse des baguettes contraint les méso-interfaces en compression, provoquant un effet de renforcement, et augmentant probablement le rechargement entre les éléments. En conséquence, la fragilité du matériau a été augmentée à cette échelle. Au niveau du renfort fibreux, les longueurs de déchaussement semblent accrues. À très haute température, la matrice se ramollit, provoquant une dégradation ses propriétés mécaniques. L'interface fibre/matrice s'en trouve alors affaiblie. Les ruptures ne se produisent plus sur des plans mais au niveau des points faibles sur chaque fibre prise individuellement, toujours autour du plan XY global. Les fibres présentent une rupture plus complexe qu'à 25°C, avec des faciès étagés. La température introduit des phénomènes de ductilité et de fluage lors des essais. Les travaux de Kobayashi [Kobayashi et al., 2009] sur un 3D C/C composé de fibres M40 confirme ces observations. Le renforcement des propriétés interfaciales à haute température y est observé. Puis la matrice devient ductile à très haute température, augmentant d'autant la déformation à rupture. Le comportement est alors piloté par les fibres, la matrice ayant un rôle négligeable.

**Évolution du comportement macroscopique** La figure 2.17 présente les mesures réalisées (contrainte/déformation) lors d'essais de traction suivant Z à différentes températures (25-3000°C). Les essais de 25°C à 2350°C ont été regroupés sur une seule courbe, le comportement n'évoluant pas entre ces températures. Le matériau présente un caractère élastique fragile avec un module de Young autour de 100GPa et une rupture vers 220MPa. À partir de 2400°C, le comportement évolue avec l'apparition d'un comportement plastique à partir de 180MPa et une rupture autour de 280MPa. Il est possible que la matrice commence alors à perdre sa rigidité, dégradant les micro-interfaces au sein des baguettes Z. Ceci peut provoquer des ruptures locales des fibres, qui vont glisser à l'intérieur des baguettes. Ce phénomène peut être résumé par un fluage des baguettes Z sous charge. À partir de 2500°C, c'est la rigidité du composite qui se dégrade. Ceci correspond aux observations de Sauder [Sauder et al., 2004] lors d'essais à haute température sur fibres. Les fibres, le renfort mécanique, voient leurs propriétés fortement dégradées entre 2400°C et 2500°C. Les essais à 2750°C et 3000°C ne sont que les effets observés précédemment, conjugués et amplifiés. Il faut noter qu'à 3000°C, le module de Young reste élevé, autour de 30 à 50GPa, et la rupture se produit à 80MPa pour une déformation de 5.5%. En bilan, le comportement du 3D C/C dépend du comportement des fibres, de la matrice et des interfaces. La température apparaît changer radicalement leurs comportements respectifs, faisant varier d'autant les propriétés effectives du composite.

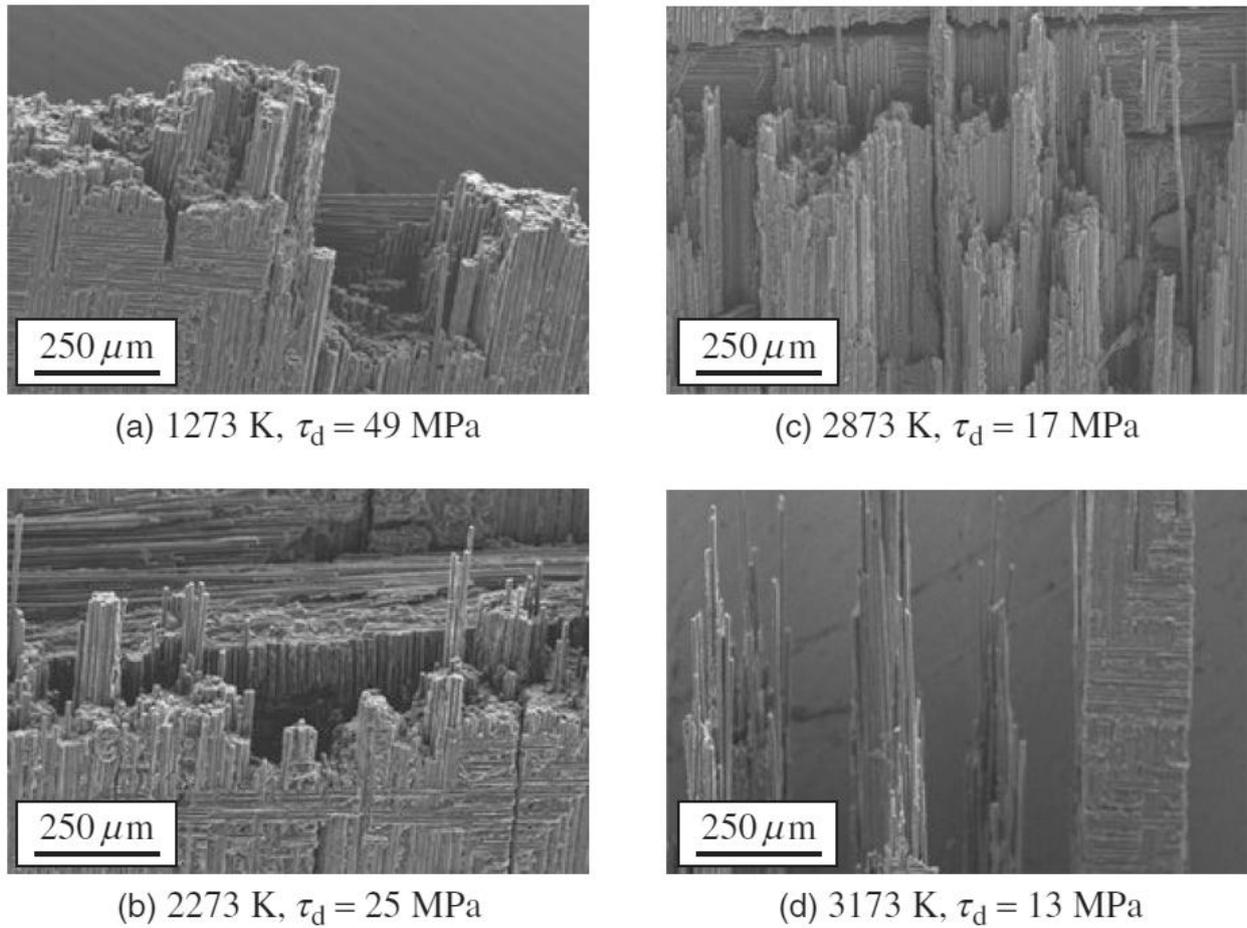


FIGURE 2.18 – Comparaison de faciès de rupture après tractions à l’ambiante sur des composites C/C élaborés avec différents traitements thermiques. Les contraintes de cisaillement à rupture des micro-interfaces correspondantes sont également indiquées. [Hatta et al., 2005a]

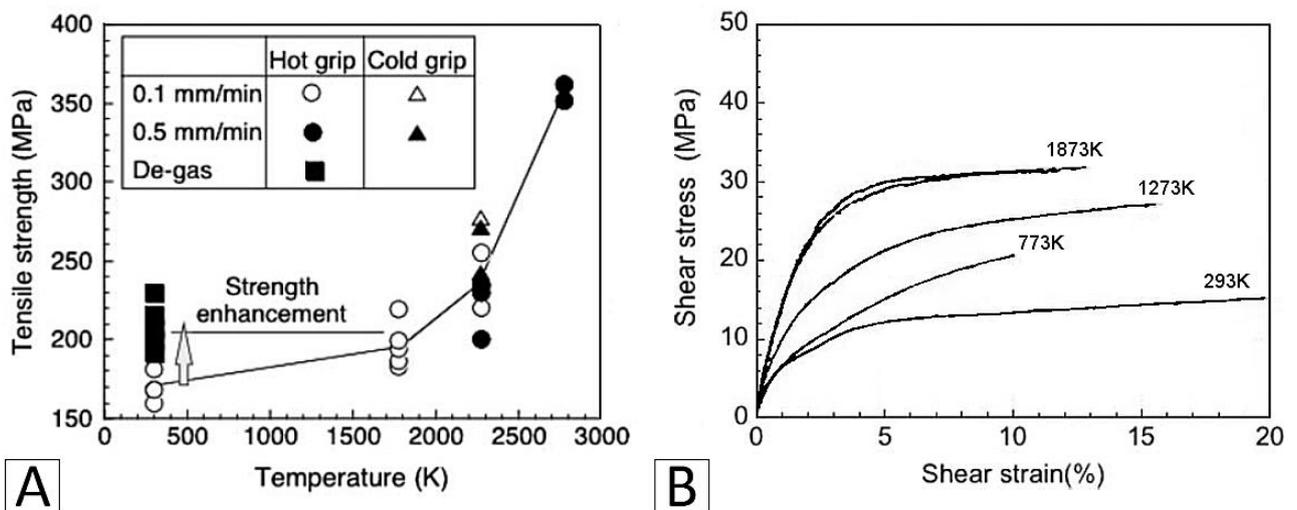


FIGURE 2.19 – Essais macroscopiques sur composites C/C à haute température [Hatta et al., 2005a]. A : Essais de traction sur un composite stratifiés sous différentes conditions expérimentales. B : Essais de compression à 45°C sur une architecture tri-orthogonale.

### Compléments sur le comportement à haute température

**Faciès de rupture et interfaces** Les faciès de rupture varient fortement avec les propriétés des constituants et des interfaces liant ces derniers. En supposant une fissure initiée dans un renfort depuis la rupture d'une fibre, cette dernière se propage dans un plan orthogonal aux fibres tant que les interfaces sont suffisamment fortes pour permettre un rechargement efficace. Si la fissure arrive sur une interface faible, la fissure est déviée parallèlement aux fibres, rechargeant le voisinage jusqu'à une nouvelle rupture. Ainsi, l'endommagement des renforts est relié à la probabilité de rencontre d'une interface faible. Plus les interfaces sont fortes, plus les bundles rompus sont épais. À l'inverse, pour des interfaces très faibles, chaque fibre va casser à sa contrainte à rupture individuelle. La rupture d'une fibre va provoquer un rechargement uniforme sur l'ensemble des autres fibres. Ce rechargement peut éventuellement provoquer une série de rupture, en fonction de la finesse de la distribution des contraintes à rupture. Il existe une valeur critique où la contrainte redistribuée dépasse la tenue des fibres survivantes, provoquant alors la rupture complète du renfort. La température peut radicalement changer le faciès de rupture après essais de tractions dans la direction des renforts sur un C/C (figure 2.18, [Hatta et al., 2005a]). Le faciès de rupture à l'échelle macroscopique et à l'ambiante est décrit comme très rugueux. C'est le signe de méso-interfaces faibles, provoquant des cassures aux points de faiblesse individuels des renforts. À partir de 2000°C (b), le faciès est concentré sur un plan de faiblesse du composite, les méso-interfaces sont plus fortes et permettent un rechargement efficace sur le voisinage. À l'échelle microscopique, c'est le contraire qui est observé. Des ruptures par paquets de fibres sont observées jusqu'à 2000°C, signe d'une micro-interface forte, permettant un fort rechargement au sein des renforts. Au-delà de 2600°C (c et d), l'interface microscopique faiblit, provoquant des ruptures des fibres aux points de faiblesse individuels. Ceci s'observe par les grandes longueurs de déchaussement. Il faut néanmoins noter le changement de comportement du matériau, marqué par une rupture fragile à l'ambiante et par l'apparition de fluage à haute température. L'affaiblissement des micro-interfaces peut s'expliquer par un ramollissement de la matrice, plus sensible au fluage que les fibres.

**Évolution des propriétés macroscopiques** Il existe peu de données d'essais de macroscopiques publiées dans la littérature. Hatta a étudié le comportement en traction d'un composite C/C stratifié (figure 2.19-A, [Hatta et al., 2005a]). Plusieurs résultats intéressants ressortent de cette étude. Tout d'abord, le matériau se renforce considérablement avec la température. Le fluage est mis en avant pour expliquer ce renforcement. Il est cependant probable que la refermeture des méso-interfaces à haute température [Aoki et al., 2007b] augmente le rechargement entre les différentes strates du matériau, augmentant le nombre de renforts sollicités et donc la résistance effective du matériau. Le 3D C/C ne présente pas de renforcement des propriétés axiales avec la température, tous les renforts étant déjà sollicités à l'ambiante lors des essais axiaux. En effet, la refermeture des méso-interfaces provoque potentiellement un rechargement sur les baguettes transverses et les octets. Ces derniers travailleraient alors dans des directions dépourvues de fibres, leur influence sur le comportement macroscopique est ainsi très faible. Il existe un dernier point intéressant concernant l'étude de Hatta. Le dégazage semble avoir un effet non négligeable sur le comportement macroscopique. La volatilisation des espèces aux interfaces semble augmenter la résistance du matériau. Les essais de compression hors-axe sur un C/C similaire au 3D C/C sont tout aussi intéressants (figure 2.19-B, [Hatta et al., 2005a]). Cette direction de sollicitation est connue pour fortement solliciter les interfaces du matériau. Les résultats montrent un renforcement considérable des propriétés mécaniques dans cette direction avec la température. Les interfaces semblent fortement évoluer avec les conditions expérimentales (température, dégazage) et ont une influence non négligeable sur le comportement macroscopique pour ce matériau.

### 2.3.3 Essais microscopiques à haute température

**Traction mono-filamentaire HT sur la fibre M40** Un dispositif de traction mono-filamentaire a été développé au LCTS [Grandclaudeon, 2006] pour la réalisation de caractérisations thermo-mécaniques sous atmosphère contrôlée. Les fibres, collées entre deux électrodes, sont chauffées par effet Joule avec une alimentation électrique. La température est mesurée à l'aide un pyromètre. Pour éviter les problématiques liées à l'oxydation, un vide secondaire est établi avant le chauffage. La figure 2.20 présente les essais de traction à haute température sur les fibres M40 [Carpier, 2015, Benezech, 2016]. Le comportement élastique fragile est retrouvé entre 25°C et 800°C, avec un module autour de 380GPa et une déformation à rupture entre 0.75% et 0.80%. De 1000°C à 1500°C, le module élastique diminue de 10-20% et la tenue de la fibre semble également réduite. Au-delà de ces températures, un comportement ductile est observé avec des déformations plus importantes. À 1800°C, le module chute de 30% pour une déformation à rupture de 1.20%. À 2000°C, le module chute de 60%, avec une déformation à rupture de 4.54%. La fibre brute a ainsi une tenue très limitée à 2000°C, l'apparition du fluage dégrade ses propriétés mécaniques. Il a été montré que le comportement axial du composite est piloté par les baguettes, et celui des baguettes par les fibres. Le comportement des fibres doit donc se rapprocher de celui du 3D C/C. L'apparition du fluage à haute température correspond bien au comportement du 3D C/C. Ceci appuie le fait que les fibres pilotent le comportement des baguettes, qui elles-mêmes pilotent le composite lors d'essais suivant les axes de tissage. Cependant, le comportement linéaire élastique fragile est observé jusqu'à 1500°C. Les essais axiaux sur le 3D C/C ont affiché ce comportement jusqu'à 2300°C. Ceci indique une probable différence entre les fibres brutes et celles constituant les baguettes, ayant vécu divers traitements pendant la densification. Les baguettes étant composées à environ 60% de fibres, et en supposant un module de 15GPa pour la matrice, une simple loi des mélange donne un module de 800GPa pour les fibres composant les baguettes. La différence avec le module issu des caractérisations sur fibres unitaires appuie l'hypothèse d'un fort changement de propriétés.

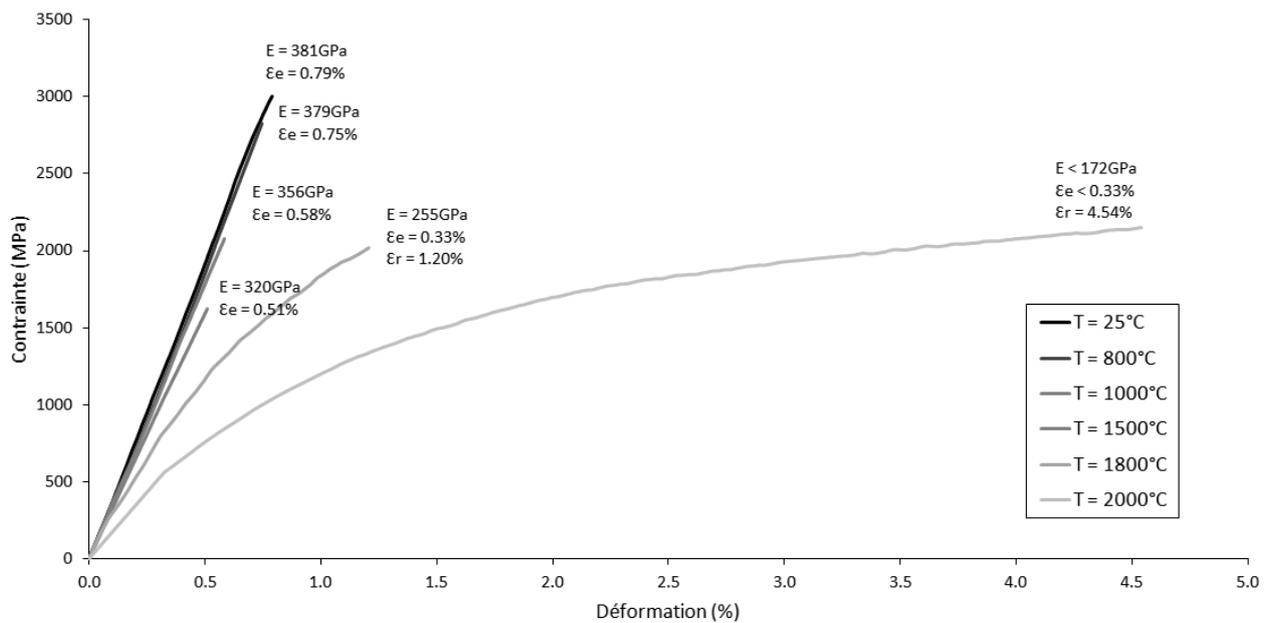


FIGURE 2.20 – Essais de traction sur fibres à haute température [Carpier, 2015, Benezech, 2016].

### 2.3.4 Bilan sur l'influence de la température

**Renforcement des propriétés jusqu'à 2000°C** Le 3D C/C est traité à haute température, il n'évolue pas ou très peu chimiquement de l'ambiante à 2000°C. La dernière passe de densification non-graphitée, composant les méso-interfaces, est supposée invariante pour simplifier les raisonnements. Sur cette plage de température, les courbes contrainte-déformation issues d'essais de traction sur le 3D C/C dans la direction des renforts ne présentent aucune évolution. Les renforts, aux propriétés probablement invariables pour ces températures, sont prépondérants en ce qui concerne le comportement mécanique. Cependant, en s'intéressant aux faciès de rupture des éprouvettes, les longueurs de déchaussement des baguettes sont fortement réduites à 2000°C. Ceci implique un rechargement accru entre les méso-constituants et donc un probable renforcement aux méso-interfaces. Les caractérisations en dehors des axes de tissage sur le 3D C/C n'ont été réalisées qu'à l'ambiante, mettant en avant la forte sollicitation des méso-interfaces, mais posant le problème de l'évolution du comportement à haute température. Les travaux de Hatta *et al.* [Hatta et al., 2005a] ont permis de caractériser le comportement hors-axe à haute température sur des matériaux très similaires au 3D C/C en terme d'architecture et de composition. Ils montrent une forte augmentation de la résistance mécanique, et l'expliquent par un renforcement significatif aux méso-interfaces. Par ailleurs, d'autres composites C/C comme les stratifiés, présentent ce même renforcement dans la direction des strates. Un autre phénomène de renforcement lié au dégazage a été constaté par Hatta *et al.*, il apparaît avoir le même effet qu'une élévation de la température à 2000°C et est également relié à un renforcement aux méso-interfaces. En bilan, cette plage de température semble plutôt favorable aux C/C avec une forte amélioration de leur résistance mécanique. Les propriétés des renforts restent inchangées, le renforcement des méso-interfaces semble la clé de cette évolution.

**Dégradation des propriétés au-delà de 2000°C** À partir de 2000°C, un nouveau phénomène apparaît dans les carbones graphitiques : le fluage. Il s'agit d'une déformation irréversible activée par la température et dépendante du temps de maintien lorsqu'une contrainte est appliquée. Le fluage des baguettes est clairement mis en avant lors des tractions à 3000°C réalisées au CEA. Ce phénomène provoque un ramollissement des micro-constituants comme la fibre et la matrice. Les essais mécaniques à chaud montrent une matrice plus sensible à ce phénomène, probablement à cause de sa texture. Avec le ramollissement de la matrice, les faciès de rupture évoluent différemment. En effet, les micro-interfaces faiblissent et les longueurs de déchaussement des fibres augmentent. Les méso-interfaces semblent quant à elles se maintenir au-delà de 2000°C. En bilan, les températures au-delà de 2000°C dégradent les propriétés mécaniques des C/C. À ces températures très élevées, les constituants passent d'un comportement linéaire élastique fragile à un comportement non-linéaire manifesté par du fluage. Les scénarii de rupture deviennent alors beaucoup plus complexes. Pour simplifier l'étude menée ici, les mécanismes étudiés par la suite seront considérés sur une plage de température inférieure à 2000°C. Au-delà, le matériau nécessite des études poussées, des modèles adaptés et des moyens de caractérisation non disponibles.

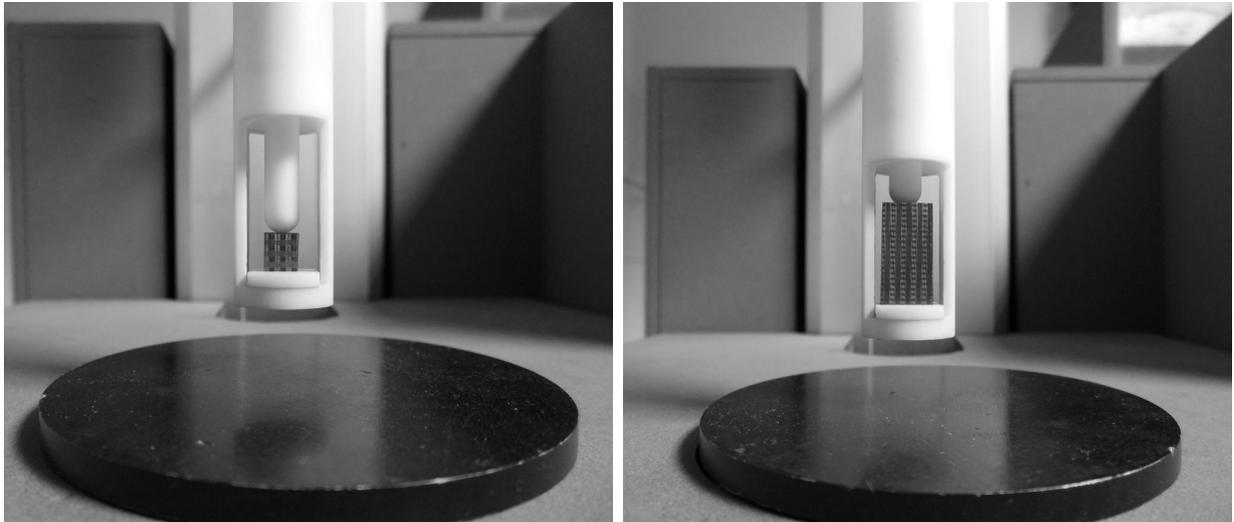


FIGURE 2.21 – Échantillons dans le dilatomètre TMA. À gauche un échantillon de 6mm, à droite un échantillon de 16mm.

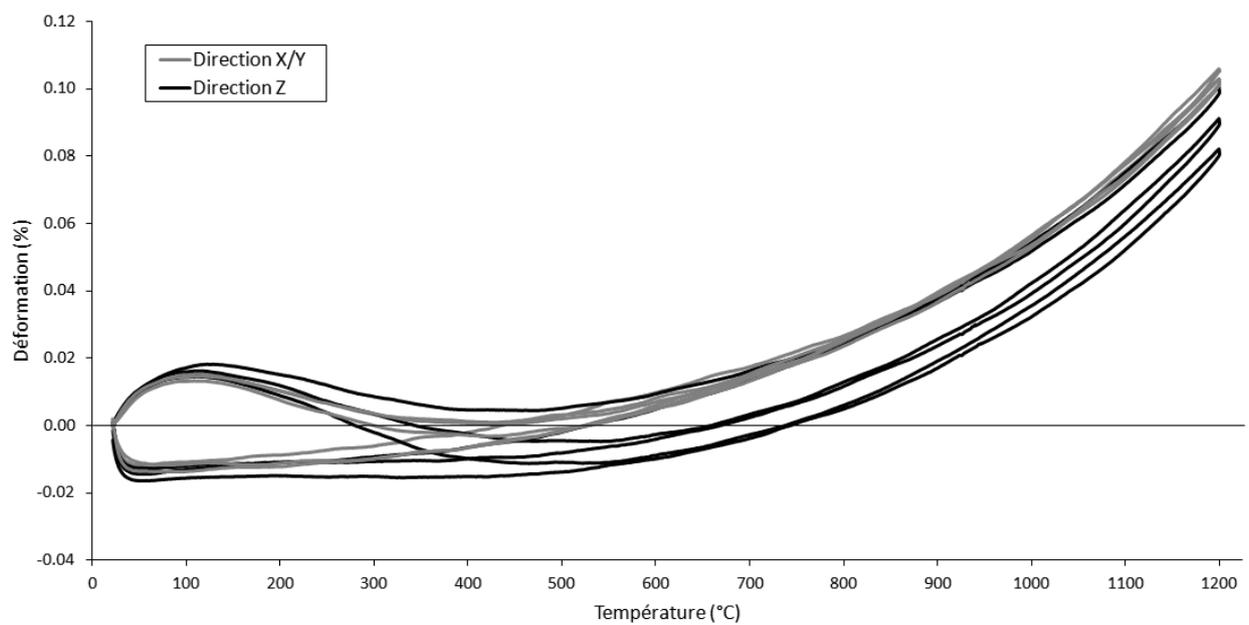


FIGURE 2.22 – Dilatation thermique du composite : mesures sur un échantillon de 16mm.

## 2.4 Caractérisation de l'expansion thermique

### 2.4.1 Expansion thermique du 3D C/C

**Contexte** L'étude de la morphologie (chapitre 1) a mis en exergue la forte anisotropie locale et la grande hétérogénéité au sein du 3D C/C. L'effet conjugué de l'anisotropie et de l'hétérogénéité cause des gradients d'expansion thermique, provoquant potentiellement d'importantes contraintes thermiques résiduelles. Ceci explique les multiples décohésions qui parcourent le matériau aux différentes échelles. Ces décohésions semblent avoir une forte influence sur le comportement macroscopique lors des essais hors axe. Comprendre l'expansion thermique du 3D C/C, c'est aussi retracer la formation des interfaces et mieux comprendre leur rôle. Dans la littérature, Hatta [Hatta et al., 2000] s'est intéressé à l'influence de la microstructure sur la dilatation thermique au sein de C/C stratifiés. Il y est avancé que le renfort fibreux permet contenir efficacement la dilatation thermique. Néanmoins, les travaux de Luo [Luo et al., 2004] sur 5 composites C/C tissés/aiguilletés différents, ne présentent aucun lien évident vis-à-vis de la microstructure. Ainsi, la relation structure-propriétés dans les C/C apparaît complexe. L'architecture du 3D C/C est régulière, un contexte favorable pour étudier cette relation.

**Objectifs** Cette section s'intéresse à la caractérisation de l'expansion thermique du 3D C/C et de ses constituants. Les mesures à l'échelle macroscopique mettent en avant des phénomènes mécaniques intéressants. Dans la continuité de l'étude, l'enquête sur les mécanismes est poursuivie aux échelles mésoscopiques et microscopiques. Il s'agit d'expliquer le comportement du composite à partir des propriétés de ses méso-constituants, et le comportement des méso-constituants à partir de celui des micro-constituants. L'objectif est de comprendre quels sont les moteurs de la dilatation aux différentes échelles, des éléments clés pour la compréhension du comportement thermo-mécanique du 3D C/C. Cette première section est focalisée à l'échelle macroscopique. Deux dimensions d'échantillons ont été empiriquement choisies, 6mm et 16mm (figure 2.21). La première hauteur est suffisamment faible pour que les contraintes internes sollicitent les interfaces, la deuxième est suffisamment grande pour qu'un comportement "de référence" soit mesuré, sans endommagement ni glissement aux interfaces. Le tissage n'étant pas équilibré, les essais ont été répétés dans chaque direction représentative, X/Y et Z. L'objectif est d'observer, recenser et caractériser les mécanismes mis en œuvre lors de ces mesures afin de les intégrer, ultérieurement, dans les lois de comportement du matériau.

**Dispositif expérimental** Le dispositif utilisé est un outil multi-module de caractérisation à très haute température (2400°C) dénommé SETSYS 2400, capable de diverses analyses dont la mesure de la dilatation. Le module utilisé est un TMA (pour Thermo Mechanical Analysis). Conçu pour mettre en avant un changement d'état physique d'un matériau, il exerce un effort via un palpeur tout en variant la température. Comme préconisé dans la littérature, le palpeur choisi a une forme sphérique [Jortner, 1985]. L'effort appliqué est maintenu à 5g et le déplacement est lu, permettant ainsi d'avoir l'expansion thermique d'un matériau. L'échantillon est placé au centre d'un four en graphite et sous atmosphère contrôlée; une atmosphère neutre d'argon est utilisée pour éviter l'oxydation du composite aux hautes températures. La température est mesurée à l'aide d'un thermocouple placé dans le support de l'échantillon, capable de mesurer en continu de 25°C à 1200°C (plage de mesure considérée ici). Le fonctionnement du dispositif est détaillé en annexe D. Une première étape consiste à placer l'échantillon au centre du support et à positionner le palpeur au-dessus de ce dernier (figure 2.21). Puis le zéro de déplacement est établi, la hauteur de l'échantillon est déjà connue à ce point. Ensuite l'ensemble est descendu dans le four, le vide est établi, suivi d'une injection d'argon, et enfin le programme de chauffe est lancé.

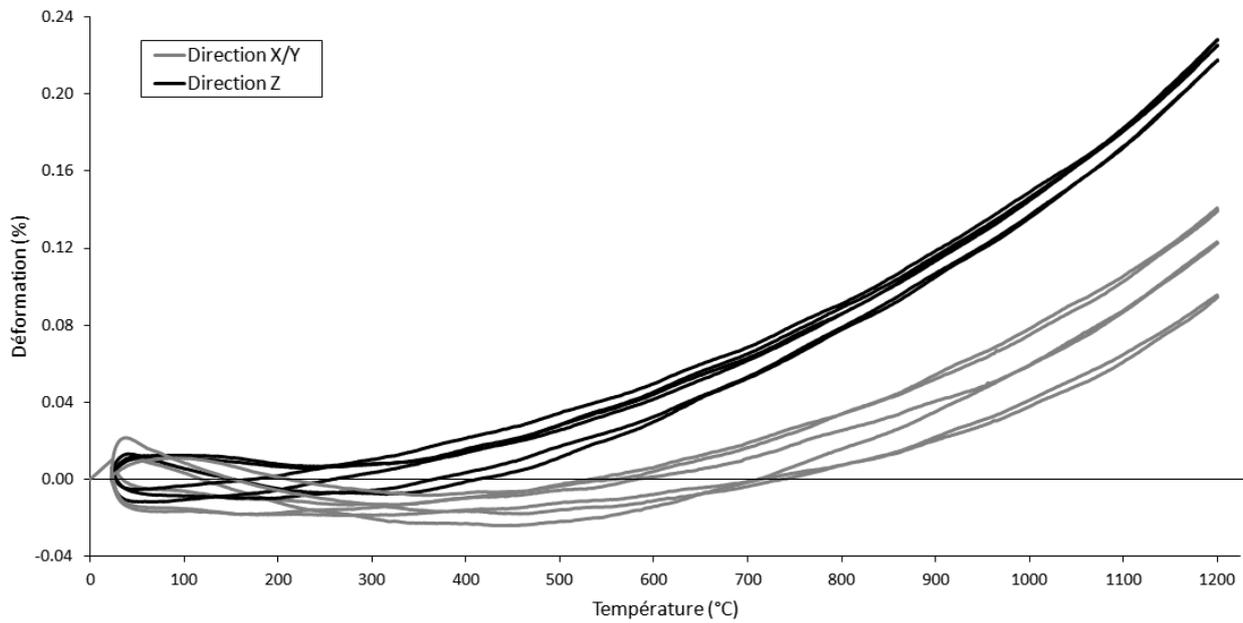


FIGURE 2.23 – Dilatation thermique du composite : mesures sur un échantillon de 6mm.

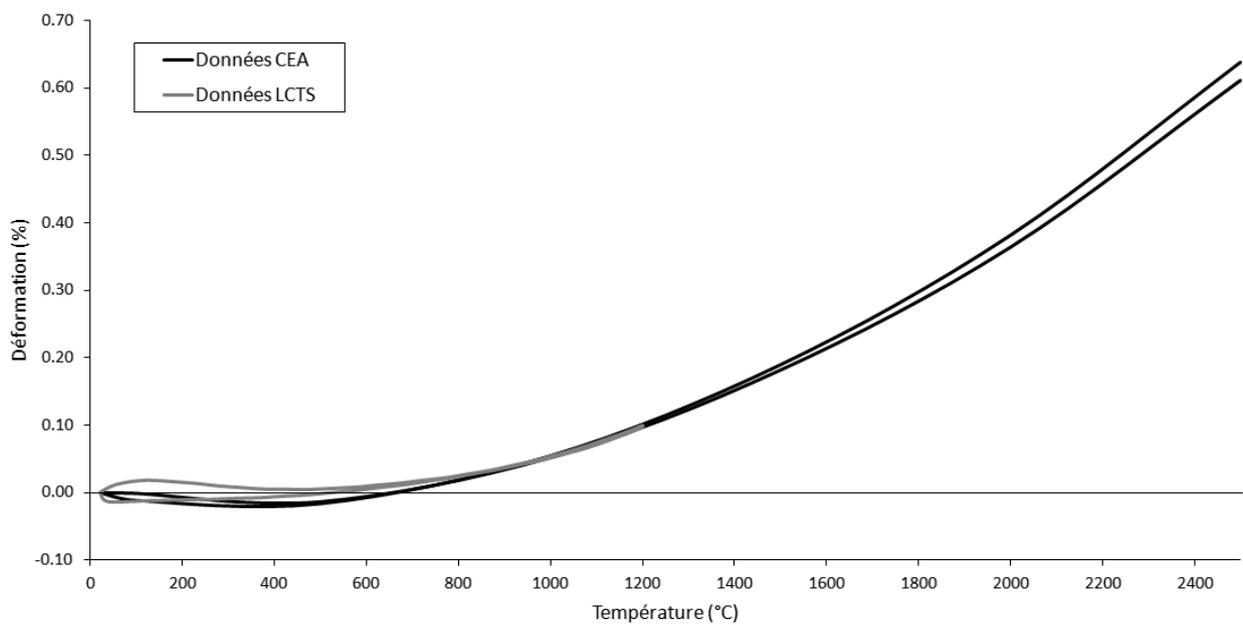


FIGURE 2.24 – Dilatation thermique du composite : mesures fournies par le CEA.

Un trapèze de température est appliqué ; le programme choisi comporte des paliers isothermes et des montées/descentes à 5°C/min. Il est possible d'effectuer plusieurs cycles, seul le second est pris en compte, le premier servant à positionner le palpeur et à stabiliser la mesure ; l'échantillon peut éventuellement dégazer pendant ce premier cycle. La complaisance du dispositif est retranchée à l'aide d'un échantillon test en graphite dense dont les propriétés sont connues.

**Mesures et observations** La figure 2.22 présente la déformation de l'échantillon de 16mm en fonction de la température. Trois essais de dilatation ont été réalisés suivant chaque direction représentative du tissage, avec les mesures brutes des cycles montée-descente complets. En première observation, le composite possède une dilatation très particulière avec des phases négatives et une hystérésis très marquée entre 25°C et 400°C. Pour la dilatation négative, rien d'anormal puisqu'il s'agit de carbones graphitiques très anisotropes. Elle correspond à la dilatation dans la direction  $a/b$  des plans basaux au sein de la structure graphitique. Lors du chauffage, la dilatation est nettement plus importante entre 25°C et 400°C que lors du refroidissement. Cette hystérésis est due à la correction de la complaisance du moyen de mesure utilisé. Comme attendu, le matériau dilate globalement très peu. Cette très faible dilatation, qui fait la résistance aux chocs thermiques du matériau, place la correction en deçà de sa plage de fiabilité. En deuxième observation, malgré un tissage non-équilibré, le composite présente un comportement presque isotrope. Ceci correspond aux observations sur des C/C similaires dans la littérature [Perry, 1976]. La direction Z dilate sensiblement moins, avec des valeurs légèrement plus négatives. La fibre étant le renfort mécanique du composite, il était attendu qu'elle impose sa dilatation thermique. Le taux de fibre est le même dans chaque direction de tissage, ce qui explique le comportement isotrope observé. La légère différence entre les deux directions peut s'expliquer par le pas de tissage non-équilibré. La figure 2.23 présente la déformation de l'échantillon de 6mm. En comparaison avec la mesure sur l'échantillon de 16mm, l'hystérésis apparaît sur la même gamme de température et pour les mêmes raisons. La dilatation dans la direction X/Y semble avoir très peu évolué malgré la diminution de la taille de l'échantillon. Par contre, la dilatation suivant Z a très nettement changé avec une dilatation maximale doublée. Le renfort fibreux ne semble plus piloter la dilatation dans cette direction pour des échantillons de cette taille. Les baguettes n'ayant pas été endommagées lors de la chauffe, ce sont plutôt des glissements aux interfaces qui en seraient responsables.

**Bilan** Avec les limites de la correction pour de faibles dilatations, une comparaison est réalisée avec la figure 2.24 présentant des mesures fournies par le CEA. Il s'agit de deux mesures de dilatation suivant Z sur des échantillons de hauteur 25mm. La dilatation entre 800°C et 1200°C correspond au comportement de l'échantillon de 16mm, ce qui valide une partie des données. Cependant, la dilatation entre 25°C et 800°C est visiblement plus négative sur les mesures du CEA. N'ayant pas connaissance de la méthode de correction des données, il est impossible d'en dire davantage sur cette différence. Il est possible que ce soit un effet de la taille de l'échantillon. Un phénomène important a néanmoins été mis en avant dans cette étude, la dépendance de la dilatation thermique envers la dimension de l'échantillon. Des échantillons de dimensions trop réduites verront un endommagement qui changera fortement le comportement global. Les baguettes, composée à 60% de fibres forment un renfort très rigide pouvant imposer aisément sa dilatation thermique. Ceci n'est vérifié que pour les éléments suffisamment liés à ces dernières. De fortes décohésions ont été observées au niveau des méso-interfaces. Les baguettes ne peuvent contenir la dilatation que lorsque les interfaces le permettent. Ainsi, des caractérisations complémentaires sont nécessaires à l'échelle mésoscopique, pour mesurer l'expansion thermique des constituants mais aussi pour évaluer la résistance des interfaces.

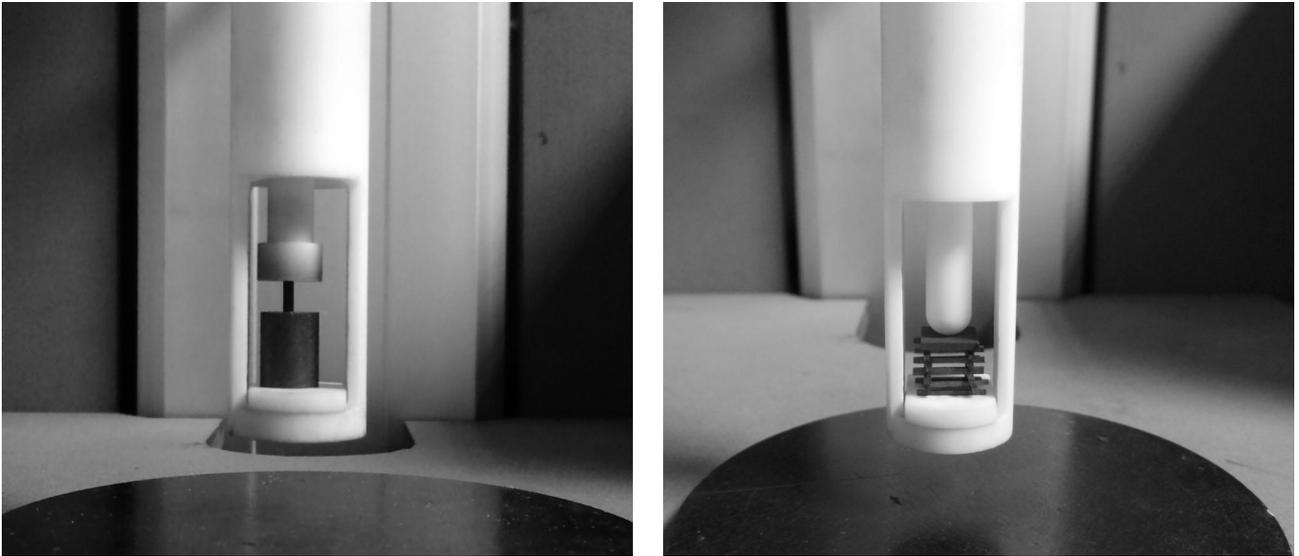


FIGURE 2.25 – Mesure de la dilatation des baguettes dans le dilatomètre. À gauche, le montage "creuset" pour la dilatation axiale. À droite, le montage "chalet" pour la dilatation radiale.

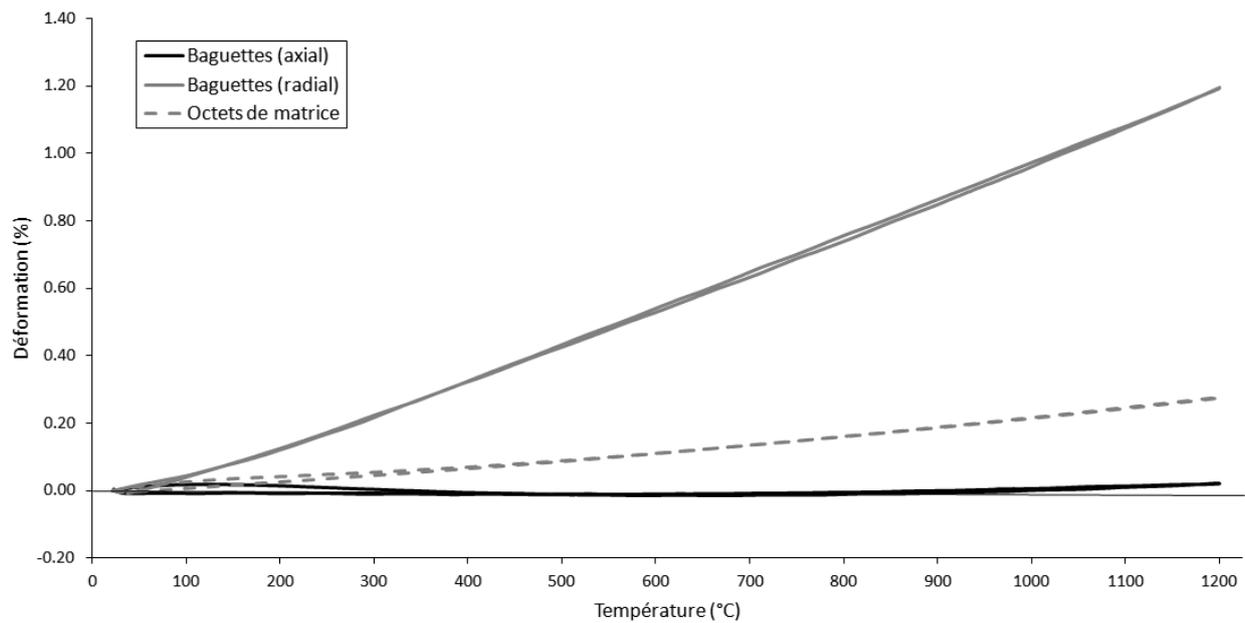


FIGURE 2.26 – Mesures de la dilatation des baguettes (axiale et radiale) et des octets de matrice.

### 2.4.2 Expansion thermique des méso-constituants

**Objectifs** La dilatation thermique du composite présente une dépendance envers la taille des échantillons. Pour de petits échantillons, les méso-interfaces s'endommagent lors des mesures, changeant fortement le comportement observé. L'étude à l'échelle mésoscopique permet d'isoler les mécanismes et les propriétés des constituants. Cette section s'intéresse à la dilatation de baguettes Z extraites du 3D C/C. Le dispositif expérimental est le même que celui utilisé pour mesurer la dilatation du composite. Il s'agit d'un Setaram Setsys 2400 équipé d'un TMA, permettant de mesurer la dilatation thermique entre 25°C et 1200°C. Le protocole est également le même, avec un cycle de stabilisation et un cycle de mesure, avec des montées/descentes à 5°C/min et des paliers isothermes, le tout sous atmosphère inerte.

**Mesure de la dilatation des baguettes** Des assemblages astucieux ont été utilisés pour réaliser la mesure de la dilatation des baguettes dans les directions axiale et radiale (figure 2.25, [Genée, 2013]). Les baguettes utilisées sont les baguettes Z, elles sont plus faciles à extraire, étant plus grosses, plus décohérées et ne présentant pas de fissuration transverse. La figure 2.26 présente les mesures de la dilatation radiale (trait plein gris) et axiale (trait plein noir) des baguettes Z. En première observation, la dilatation radiale est assez élevée (1.2% à 1200°C) et possède une forme assez commune. La dilatation transverse est quant à elle beaucoup plus complexe. De même que pour les mesures de la dilatation sur composite, l'hystérésis entre 25°C et 500°C est due à l'erreur de correction de complaisance du dispositif, à cause de la faible dilatation axiale des baguettes. Elle atteint un minimum à -0.015% vers 650°C pour retourner à 0.020% à 1200°C. Afin de rendre les données utilisables pour la modélisation, une régression polynomiale a été appliquée sur les mesures. Seules les montées en température sont considérées pour limiter les effets d'une éventuelle dérive du dispositif de mesure. Vue l'incertitude entre 25°C et 500°C, les données ne sont retenues que dans la gamme 500°C-1200°C, ainsi que la référence à 25°C. La régression polynomiale est basée sur des polynômes de Legendre d'ordre 4. Ces données sont alors directement intégrables dans un modèle de dilatation orthotrope.

**Mesure de la dilatation thermique des octets de matrice** Lors de la fabrication du composite, une matrice est déposée autour de ce dernier, sous forme de croûte, qui est retirée entre les différentes passes de densification. Un morceau de cette matrice a été récupéré et caractérisé. La texture est similaire à celle observée dans les octets de matrice, la forme des porosités se rapproche également des macropores des octets de matrice. Il existe cependant une différence au niveau de la densité, beaucoup plus faible que celle des octets. Mesurer la dilatation de cette matrice permet d'avoir des informations proches des réalités du 3D C/C sur le comportement des octets de matrice. La figure 2.26 présente les mesures de dilatation de la matrice en fonction de la température (trait discontinu gris). Le comportement est supposé isotrope, une mesure dans une seule direction suffit à décrire la dilatation de la matrice. Malgré la texture complexe, la dilatation possède une forme assez simple. La légère hystérésis observée entre 25°C et 500°C est encore une fois due à l'erreur de correction de la complaisance machine. Sinon, la dilatation évolue presque linéairement jusqu'à 0.25% à 1200°C. Une régression polynomiale similaire à celle utilisée sur les baguettes a été utilisée pour rendre les données exploitables pour la modélisation. Un modèle de dilatation isotrope sera utilisé pour les octets de matrice.

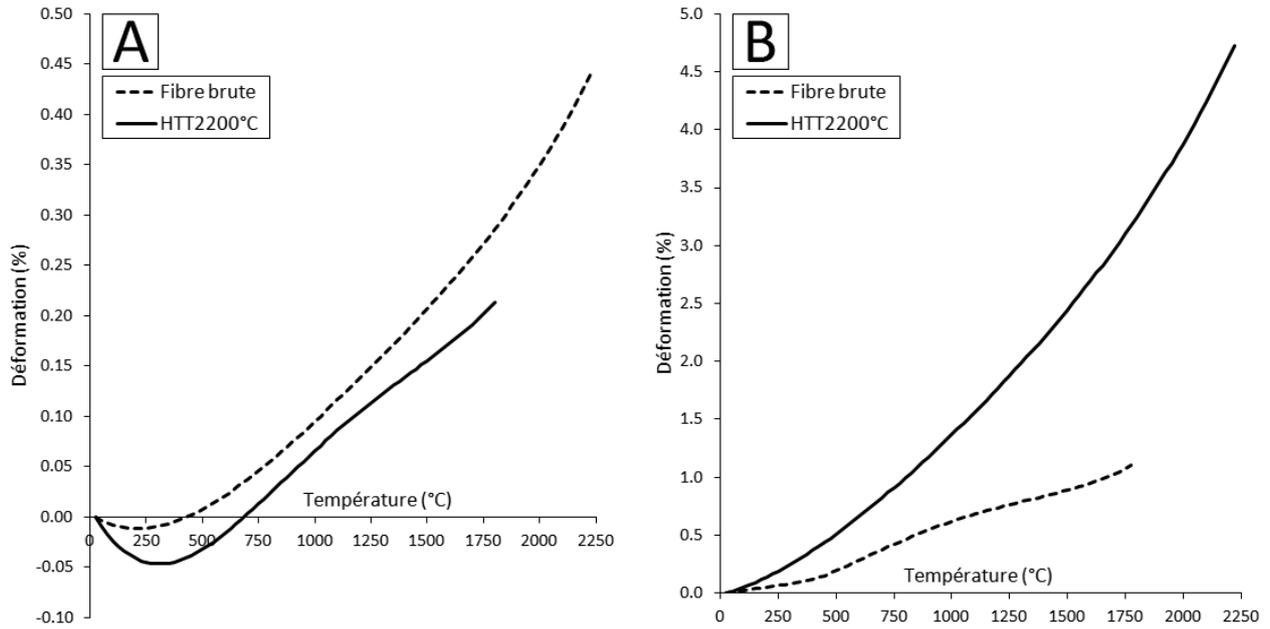


FIGURE 2.27 – Mesure de la dilatation de la fibre M40 [Carpier, 2015, Benezech, 2016] dans les directions axiale (A) et radiale (B). En pointillés, la fibre brute, et en trait plein, la fibre traitée à 2200°C.

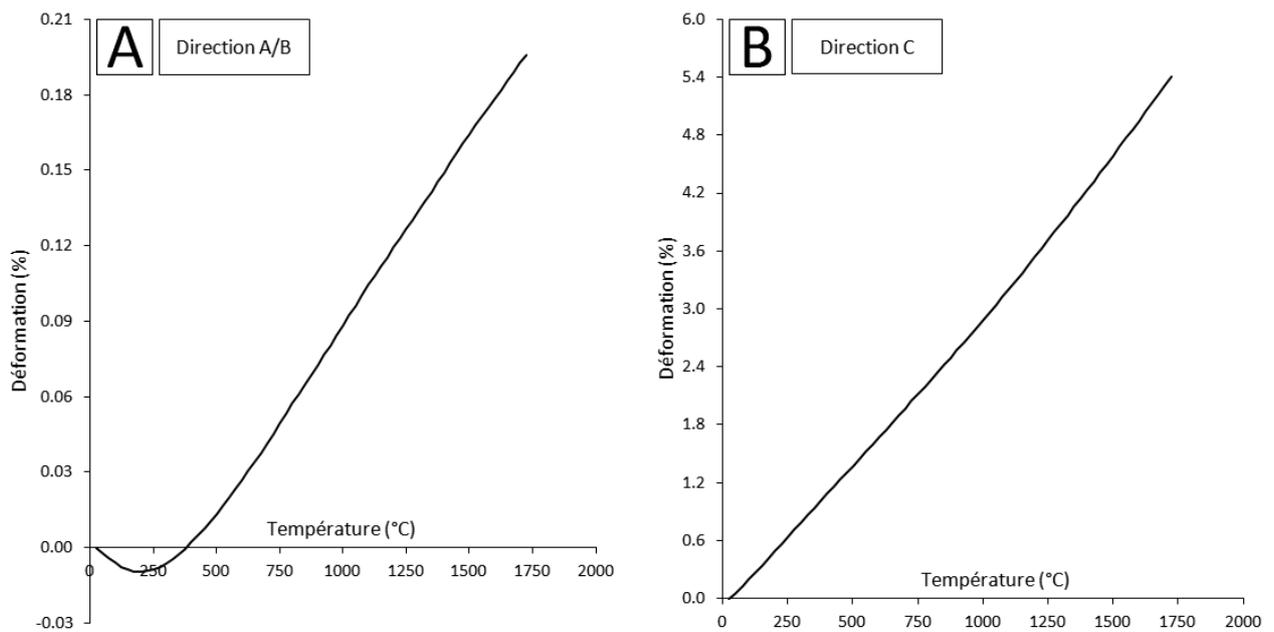


FIGURE 2.28 – Expansion thermique du graphite monocristallin dans les directions  $a/b$  (A) et  $c$  (B) [Fitzer and Manocha, 1999].

### 2.4.3 Expansion thermique des micro-constituants

**Contexte** L'étude à l'échelle microscopique est centrée sur la relation dilatation-propriétés des micro-constituants au sein des baguettes, soient les fibres et la matrice ex-brai. Les propriétés des constituants sont globalement inconnues, du fait du processus d'élaboration qui les transforme fortement et altère leurs propriétés. La seule donnée connue à ce point est l'expansion thermique effective (axiale et radiale) des baguettes. L'étude de la morphologie (chapitre 1) a mis en avant la texture des fibres (cœur, porosité, etc.) et l'aspect granulaire/lamellaire de la matrice ex-brai. Pour simplifier cette étude, la fibre est supposée homogène et isotrope transverse (axial, radial). De même, l'aspect lamellaire de la matrice sera ignoré au profit d'un modèle prenant simplement en compte les grains avec des propriétés isotropes transverses (suivant les plans, hors plans). Cette section s'intéresse à la caractérisation de la dilatation thermique des constituants pris séparément.

**Fibre M40** Un dispositif de caractérisation mono-filamentaire a été développé au LCTS [Grandclaude, 2006]. Il a permis de caractériser la dilatation thermique radiale et axiale de fibres M40 [Carpier, 2015, Benezech, 2016]. Le dispositif opère sous vide secondaire pour éviter toute oxydation de la fibre. La fibre est collée entre deux mors/électrodes permettant de transmettre l'effort ainsi qu'un courant électrique produisant un effet Joule. Ceci permet d'atteindre virtuellement n'importe quelle température désirée, de l'ambiante à 3000K. Pour effectuer la mesure, la fibre est maintenue à une contrainte de 200MPa. La dilatation axiale de la fibre est obtenue avec le déplacement vertical des mors lors du maintien sous contrainte. La dilatation radiale est obtenue en comparant des figures de diffraction laser autour de la fibre chauffée pour en mesurer la variation de diamètre. À haute température, le fluage des fibres peut influencer fortement la mesure. C'est pourquoi un traitement thermique a été préalablement réalisé à 2200°C. De plus, ce traitement peut potentiellement rendre les fibres plus proche de celles au sein des baguettes, ayant vécu le processus d'élaboration. La figure 2.27 présente les mesures obtenues. Le traitement thermique semble fortement changer le comportement de la fibre. La fibre possède une dilatation proche de celle des baguettes au niveau de la forme. Une faible dilatation axiale avec une portion négative et une grande dilatation radiale. Le traitement thermique à 2200°C augmente cette différence, doublant la dilatation radiale et réduisant davantage la dilatation axiale en augmentant la région négative. Les valeurs de dilatation axiale et radiale de 0.10% et 1.8% sont observées à 1200°C, supérieures aux 0.020% et 1.2% des baguettes.

**Matrice ex-brai** L'expansion thermique des grains de la matrice ex-brai est très difficile à caractériser. La structure lamellaire laisse supposer une dilatation fortement anisotrope, même si cette dernière possède une tenue mécanique limitée (flambement). Au vu de la texture très anisotrope de la matrice et des conditions d'élaboration extrêmes, sa dilatation thermique sera supposée localement semblable à celle du graphite monocristallin. Cette hypothèse s'applique localement dans les grains et ne tient pas compte de la structure lamellaire. La figure 2.28 présente des propriétés issues de la littérature [Fitzer and Manocha, 1999]. La matrice est supposée isotrope transverse par rapport à ses plans basaux (direction  $a/b$ ) et à leur normale (direction  $c$ ). À 1200°C, la matrice dilate de 0.12% dans les plans et 3.54% hors plan. Il est probable que la dilatation hors-plan soit en réalité bien plus faible, absorbée par la texture lamellaire des grains.

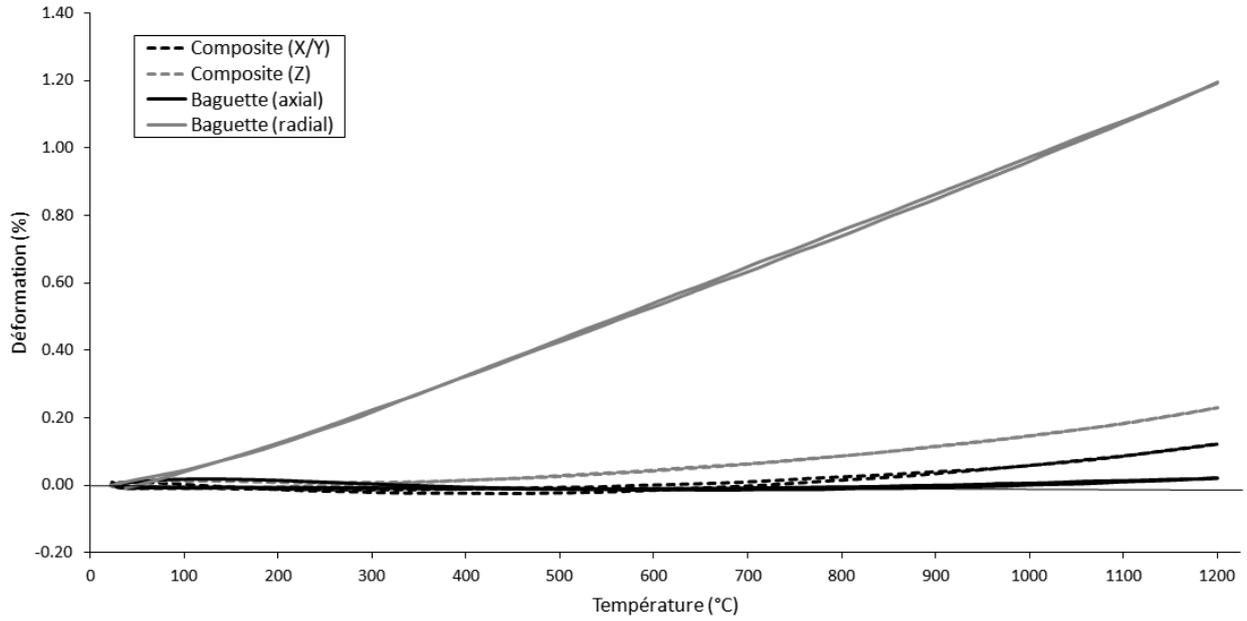


FIGURE 2.29 – Comparatif des expansions thermiques aux échelles macro- et mésoscopiques. La dilatation du 3D C/C est celle pour un échantillon de 6mm. La dilatation isotrope d'un échantillon de 16mm correspond à celle de l'échantillon de 6mm dans la direction X/Y.

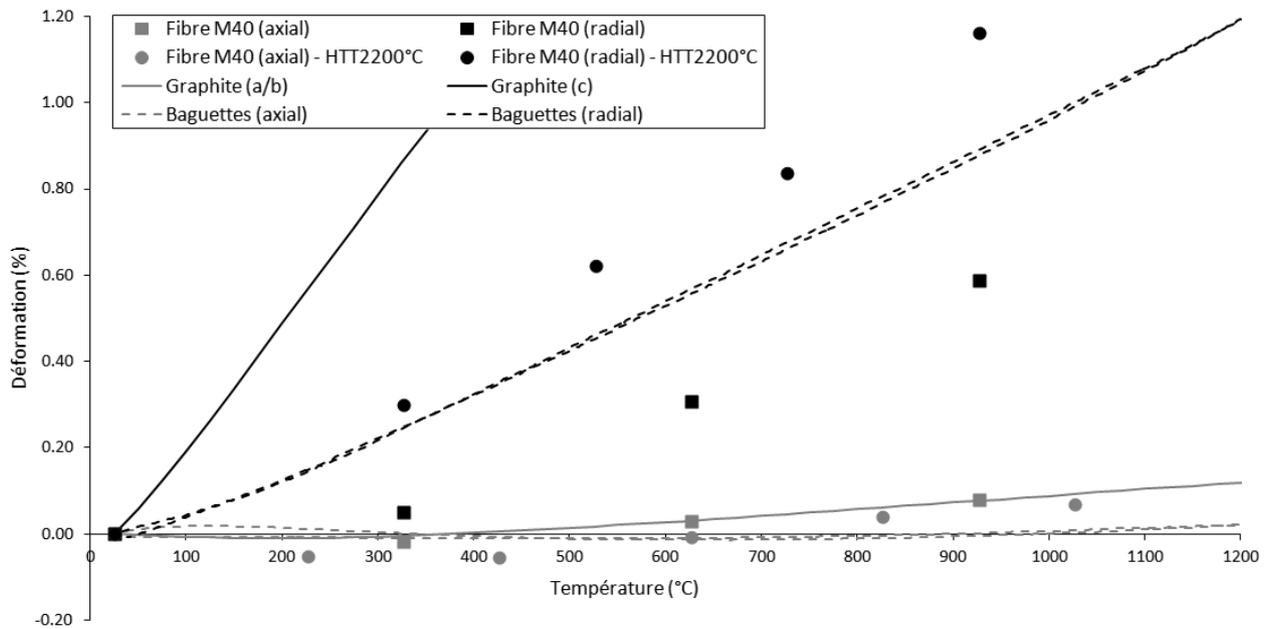


FIGURE 2.30 – Comparatif des expansions thermiques aux échelles méso- et microscopiques.

### 2.4.4 Bilan des expansions thermiques

**Du composite aux baguettes** La dilatation du composite apparaît encadrée par les dilatations axiale et radiale des baguettes (figure 2.29). La dilatation de la matrice est intermédiaire, mais au vu de ses faibles propriétés mécaniques, son influence reste probablement limitée. La dilatation radiale des baguettes est bien supérieure à celle du composite. Les méso-interfaces, composées principalement de décohésions, absorbent probablement cette expansion thermique. La dilatation axiale des baguettes correspond davantage à celle du composite. Il s'agit de la direction du renfort fibreux, il est logique qu'il impose sa dilatation. Le composite de 6mm présente une déformation accrue dans la direction Z ; l'échantillon de 16mm présente un comportement isotrope comme décrit dans la littérature. Cette augmentation de la dilatation suivant Z semble provenir de la dilatation radiale des baguettes : des glissements aux méso-interfaces pourraient expliquer ce phénomène. La dilatation suivant X/Y reste quant à elle proche de la dilatation axiale des baguettes. Cet endommagement unidirectionnel serait une conséquence du tissage non-équilibré. En tout cas, les interfaces entre les méso-constituants semblent jouer un rôle qu'il est nécessaire de caractériser.

**Des baguettes aux micro-constituants** Les expansions thermiques des micro-constituants sont plus élevées que celle des baguettes (axialement comme radialement). Il est possible que les propriétés supposées soient éloignées des réalités du matériau. Une hypothèse peut expliquer la dilatation radiale des baguettes, inférieure à la dilatation radiale des fibres, constituant majoritaire à environ 60%. À très haute température pendant la densification, la dilatation des fibres est considérable et la matrice forme un matériau dense extrêmement graphité. Lors du refroidissement, le retrait des fibres provoque un état de traction à l'intérieur des baguettes. Les fibres possèdent une texture plus résistante à cet état que la matrice qui travaille alors suivant la direction  $c$ , du fait de l'orientation préférentielle des grains. Ils viennent alors se briser pour former la texture lamellaire. La figure 2.31 appuie cette hypothèse avec les éléments fléchis visibles entre les lamelles. En contrepartie, lors d'un chauffage, la structure lamellaire absorberait fortement la dilatation transverse de la matrice et la dilatation radiale des fibres.

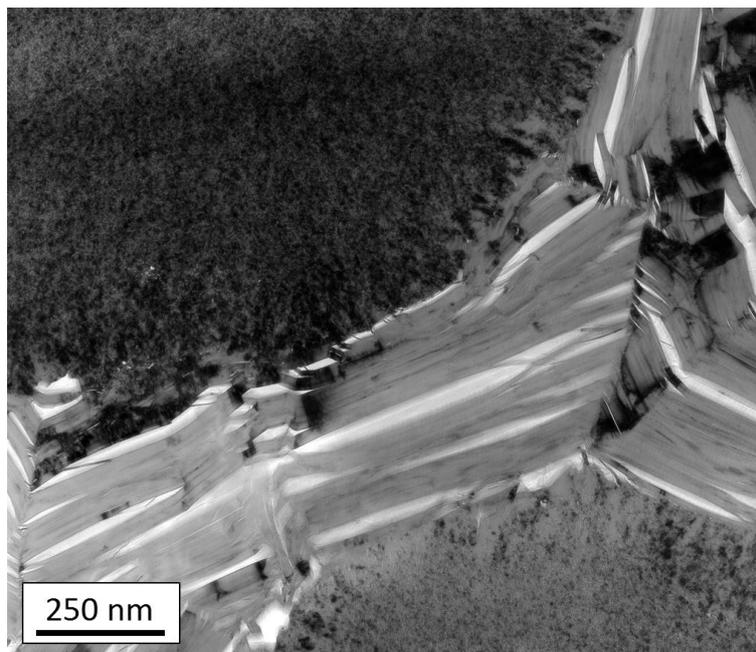


FIGURE 2.31 – Image de microscopie électronique en transmission (MET, annexe A) montrant l'aspect lamellaire de la matrice. [Lachaud, 2006]

## 2.5 Bilan des propriétés thermomécaniques

### De l'échelle macroscopique à l'échelle mésoscopique

Le comportement du composite est très variable suivant la direction de sollicitation. Dans les axes de tissage, le comportement est élastique linéaire fragile en traction et légèrement endommageable en compression. Les renforts fibreux pilotent alors le comportement, avec une grande rigidité et une grande résistance dans le sens des fibres et de faibles propriétés dans la direction transverse. Jusqu'à 2000°C, le comportement suivant les axes de tissage reste inchangé. Par contre, le faciès de rupture évolue avec des longueurs de déchaussement des baguettes de plus en plus réduites, montrant un renforcement significatif des méso-interfaces. Au-delà de 2000°C, le ramollissement des carbones graphitiques des constituants du matériau complexifie le comportement effectif, avec l'apparition de phénomènes de fluage. En dehors des axes de tissage, le comportement dépend davantage des méso-interfaces que des renforts fibreux. Ces dernières n'ont jamais été caractérisées, mais il est fort probable qu'elles influent très fortement sur le comportement macroscopique. La littérature prédit un renforcement de la résistance du matériau avec la température, le comportement des interfaces est au centre de ces hypothèses. Concernant l'expansion thermique du composite, elle est variable avec les dimensions de l'échantillon. Un échantillon de taille suffisamment grande possédera une dilatation isotrope, proche de la dilatation axiale des baguettes. La littérature appuie l'hypothèse des baguettes pilotant l'expansion thermique macroscopique, au travers de leur rôle de renfort. Néanmoins, un échantillon de taille suffisamment réduite verra son expansion suivant Z accrue. L'hypothèse la plus crédible pointe des glissements aux interfaces. Les interfaces semblent également jouer un rôle majeur dans l'absorption de l'importante expansion thermique transverse des baguettes. Il apparaît par ailleurs qu'elles sont formées lors du refroidissement après la densification du matériau à cause de cette forte expansion thermique et des faibles propriétés mécaniques dans la direction transverse des baguettes. L'influence du tissage non-équilibré du 3D C/C reste encore à évaluer. Seule une caractérisation associée à une modélisation des interfaces permettraient de valider les hypothèses avancées.

### De l'échelle mésoscopique à l'échelle microscopique

Aux échelles inférieures, les mécanismes sont plus complexes. Les octets de matrice, dépourvus de renfort fibreux, ont probablement de faibles propriétés mécaniques. Leur influence sur le comportement macroscopique est inconnue à ce point. Les baguettes, renforts du composite, ont été davantage caractérisées. Elles sont directement responsables du comportement du 3D C/C suivant ses axes de tissage. Elles pilotent le comportement linéaire élastique fragile en traction et le léger endommagement en compression. D'ailleurs, cet endommagement provient probablement de micro-flambements au sein de la structure fibreuse. Les caractérisations appuient également le fait que les fibres pilotent le comportement des baguettes. Ce comportement relativement simple des renforts a par ailleurs souligné l'importance des méso-interfaces lors des essais hors-axe. Au niveau des micro-interfaces, entre les fibres et la matrice, les faciès de rupture mettent en avant leur forte résistance. Ces dernières semblent peu varier jusqu'à 2000°C. Au-delà, le ramollissement de la matrice ex-brai semble affaiblir les micro-interfaces, comme le montre l'allongement des longueurs de déchaussement sur les faciès de rupture. Ce ramollissement cause aussi des phénomènes complexes à cette échelle, comme l'apparition du fluage. L'étude de l'expansion thermique des micro-constituants s'est avérée complexe, avec des propriétés difficiles à caractériser, en partie supposées et probablement éloignées des réalités du matériau. Cependant, l'origine de la structure lamellaire de la matrice semble avoir été élucidée. Elle est soupçonnée d'absorber en partie l'expansion radiale des fibres.

## Perspectives

Les modèles phénoménologiques proposés dans la littérature, bien que reproduisant efficacement le comportement macroscopique à l'ambiante, s'avèrent très éloignés des réalités du matériau. Aucun lien n'a réellement été établi entre les méso-constituants, les phénomènes aux interfaces et le comportement macroscopique. Il n'y a alors pas de possibilité d'anticiper une évolution des propriétés effectives lors d'un changement de méso-constituant. Également, l'effet de la température n'y est pas considéré. Les diverses caractérisations thermomécaniques ont mis en avant un grand nombre de mécanismes. Il y a un besoin prononcé de caractériser les interfaces pour comprendre leur rôle dans l'absorption de l'expansion thermique des constituants, pour quantifier leur résistance et pour modéliser les phénomènes de glissement observés lors des essais macroscopiques. Leur évolution avec la température est aussi une donnée à collecter. Ce sont principalement les méso-interfaces qu'il faut caractériser pour faire le lien avec le comportement macroscopique. Les micro-interfaces jouent un rôle seulement dans les phases finales de rupture des renforts. Néanmoins, au-delà de 2000°C, elles jouent probablement un rôle de premier rang dans le fluage des renforts. Il peut ainsi être intéressant de les caractériser.



# Chapitre 3

## Caractérisation du comportement des interfaces à haute température



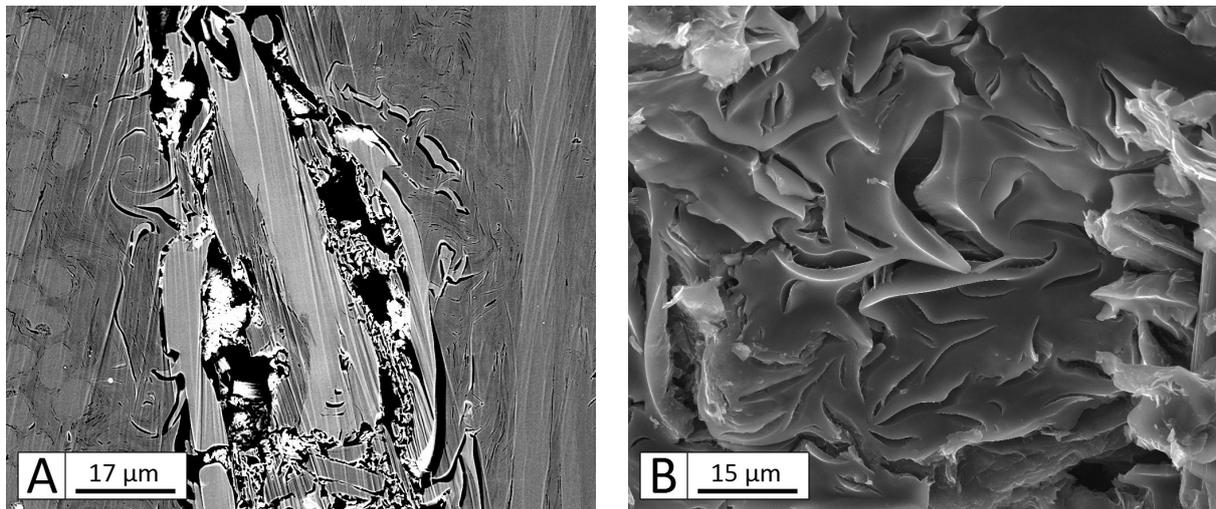


FIGURE 3.1 – Microscopies électroniques à balayage (MEB, annexe A) de l'interface mésoscopique. A : Coupe transverse (électrons rétrodiffusés). B : Vue de face (électrons secondaires).

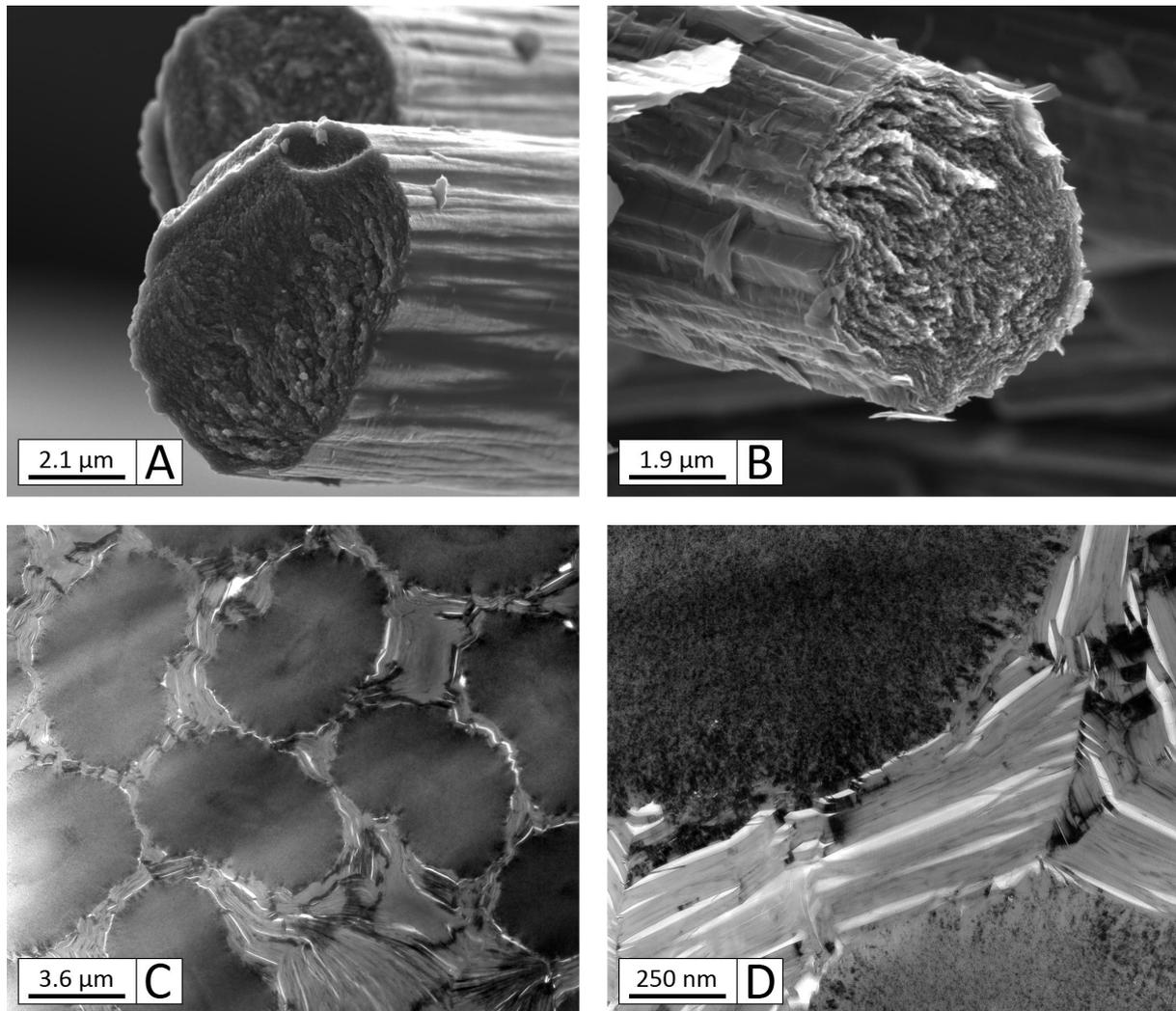


FIGURE 3.2 – A,B : micrographies MEB de fibres M40, respectivement brutes et extraites d'une baguette. C,D : images MET fond clair d'une tranche de baguette [Lachaud, 2006].

## 3.1 Introduction

### 3.1.1 Les interfaces dans le 3D C/C

**Contexte** Avec une grande hétérogénéité et la forte anisotropie locale des constituants, les composites C/C se voient traversés par de nombreuses fissurations et décohésions. Elles font suite à des ruptures dues aux contraintes thermiques résiduelles générées lors des phases de refroidissement pendant l'élaboration. Ce sont particulièrement les phases de graphitisation qui en sont responsables [Savage, 1993]-p285, [Fitzer and Manocha, 1999]-p187. Les décohésions peuvent jouer un rôle important dans le comportement mécanique, pouvant potentiellement glisser, absorber la dilatation thermique ou provoquer divers phénomènes non linéaires et non réversibles. De plus, il a été constaté (chapitre 2) qu'elles influencent de façon critique certaines propriétés à l'échelle macroscopique, comme le comportement mécanique hors-axe ou encore l'expansion thermique macroscopique. Au-delà de cette forte influence, il semble qu'elles évoluent significativement lors de changements des conditions environnementales (température, dégazage, etc.). Ceci a été observé lors d'essais de traction HT [CEA, 2004] ainsi que dans la littérature sur des C/C similaires [Hatta et al., 2005a, Aoki et al., 2007b]. Des essais de caractérisation des interfaces permettront ainsi de vérifier les hypothèses sur le rôle des interfaces lors des essais macroscopiques et de construire des lois de comportement ad-hoc pour la simulation. Ces caractérisations seront réalisées à haute température pour valider le renforcement du 3D C/C, comme décrit dans la littérature.

**Définition des interfaces** Le 3D C/C présente de nombreux constituants, et donc de nombreuses interfaces. Deux interfaces seront considérées dans cette étude, les interfaces mésoscopiques et les interfaces microscopiques. Les interfaces mésoscopiques, ou méso-interfaces, font référence au lien physique entre les méso-constituants (octets, baguettes). La figure 3.1 présente quelques micrographies. Les observations réalisées (chapitre 1) ont montré une forte décohésion (20 $\mu$ m en moyenne). Elles sont également remplies de débris, des blocs de carbone graphitique probablement détachés lors des dernières passes de densification du matériau. Malgré leur apparence, leur tenue est suffisante pour avoir un ensemble solide et non friable. La notion de micro-interfaces est plus abstraite à l'échelle microscopique par rapport aux méso-interfaces. Elle concerne le lien mécanique entre les fibres et la matrice. La figure 3.2 rassemble les observations réalisées lors de l'étude sur la morphologie du matériau (chapitre 1). Les images A et B sont des clichés MEB de fibres M40, montrant leur transformation en surface lors du processus d'élaboration du composite. L'aspect facetté de la surface de la fibre extraite montre une continuité entre la matrice et les fibres au sein des baguettes, la rupture de l'interface semble davantage se localiser au sein de la matrice. Ces observations vont dans le sens d'un fort lien mécanique entre les fibres et la matrice. Aussi, l'écorce des fibres paraissant fusionnée avec la matrice, il semble paradoxal de parler d'interface fibres/matrice. Les clichés C et D, issus de microscopie électronique en transmission, montrent de nombreuses jonctions ainsi que de fines décohésions autour des fibres. Le comportement de l'interface semble moins évident à cette échelle. De plus, la matrice est formée de domaines cohérents, appelés grains par analogie avec les métaux. Ces grains ont eux-mêmes une interface (ou joint de grain). En pratique, il apparaît alors difficile de discriminer une rupture fibres/matrice d'une rupture matrice/matrice. Par simplification, les micro-interfaces englobent désormais la liaison fibres/matrice et matrice/matrice.

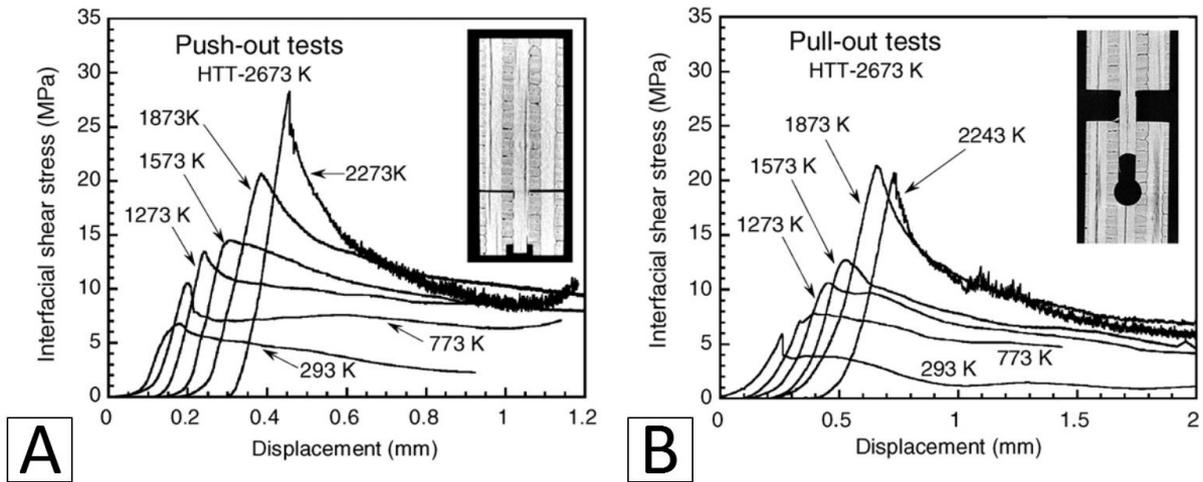


FIGURE 3.3 – Caractérisation des méso-interfaces dans un C/C d'architecture similaire au 3D C/C [Aoki et al., 2007b]. A : Essais de push-out. B : Essais de pull-out.

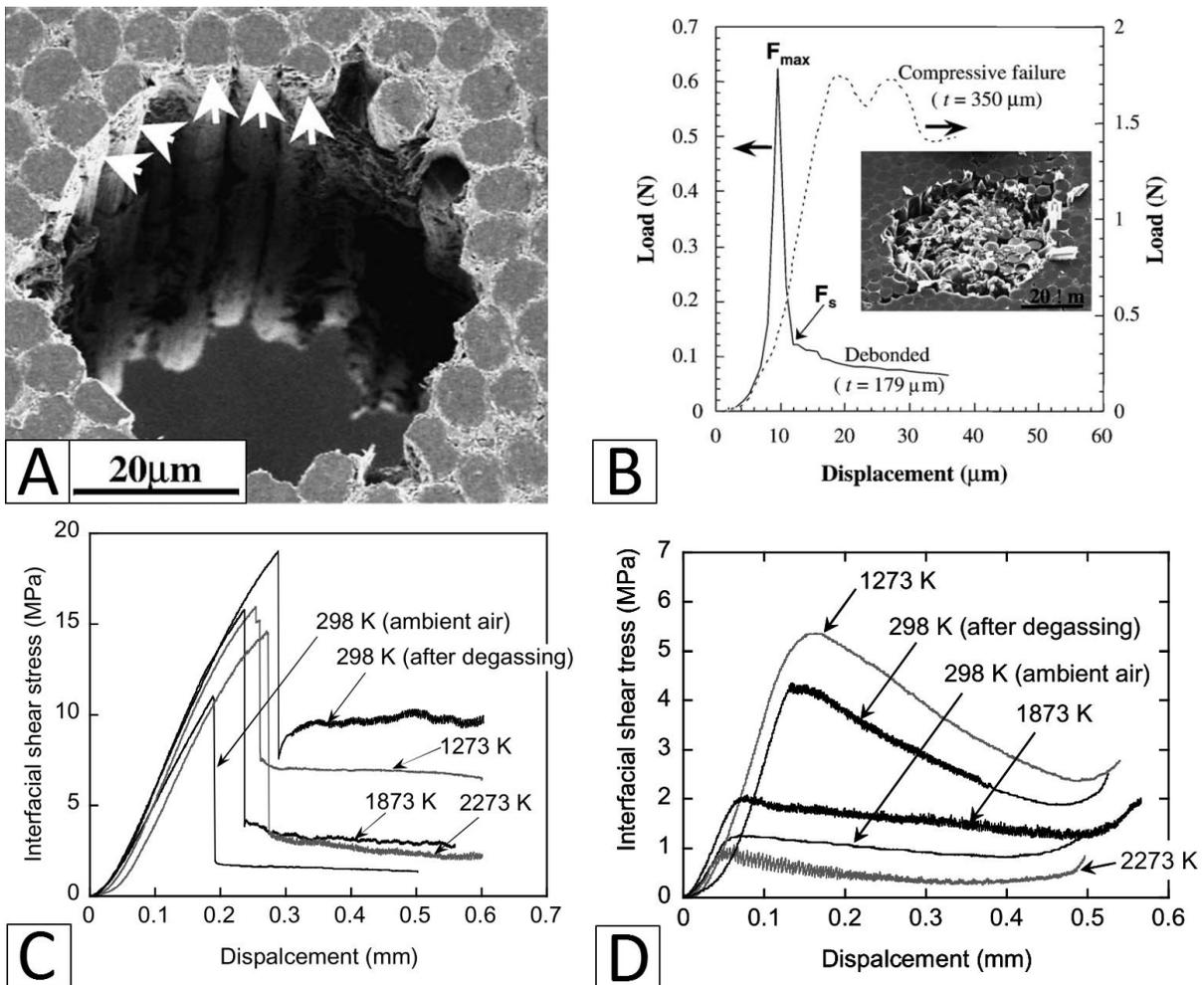


FIGURE 3.4 – Caractérisation des micro-interfaces par push-out/back sur bundles dans un UD-C/C. A : Échantillon post-mortem (push-out). B : Influence de l'épaisseur (push-out) [Hatta et al., 2005b]. C : Essais HT (push-out). D : Essais HT (push-back) [Aoki et al., 2007a].

### 3.1.2 Essai de push-out

**Définition** Il existe divers essais pour caractériser les interfaces. Les essais macroscopiques classiques (DCB, ENF, ECT, MMB, etc.) sont uniquement applicables à des structures stratifiées et peuvent difficilement être réalisés sur le 3D C/C. Un autre type d'essai pertinent est le push-out. Il consiste à pousser l'élément dont on veut caractériser l'interface en dehors d'un échantillon de matériau. Cet essai sollicite l'interface principalement en mode II/III (cisaillement et glissement), le mode I (ouverture/fermeture) étant plus complexe à caractériser. L'essai est en général réalisé sur une tranche d'échantillon, avec l'élément à pousser placé transversalement. En poussant cet élément, une décohésion s'initie en surface et se propage le long de son interface. Cette phase s'appelle le push-in. Lorsque la décohésion transverse l'épaisseur de l'échantillon et que l'élément glisse, le push-out est réussi. Il est possible à ce point de retourner l'échantillon pour remettre l'élément en place en poussant la partie extraite, il s'agit du push-back. En pratique, le push-in permet de déterminer l'effort maximum admissible par l'interface. Le push-out permet de quantifier l'énergie nécessaire pour propager la décohésion sur l'épaisseur considérée, et ainsi de caractériser l'énergie de cohésion de l'interface. La phase de glissement du push-out, comme celle du push-back, permet quant à elle de quantifier le frottement.

**Caractérisation des micro-interfaces** Les propriétés des interfaces fibres/matrice sont déterminées par diverses caractéristiques : l'effort à rupture et le coefficient de frottement de l'interface en elle-même, mais également les propriétés élastiques, les fractions volumiques ainsi que les contraintes résiduelles des matériaux de part et d'autre [Bechel and Sottos, 1998]. Dans le cas des C/C, ces interfaces sont particulières, avec des fibres très rigides, une matrice très fragile et une forte liaison mécanique. Dans son étude visant à comprendre les mécanismes de renforcement et d'endommagement des C/C 3D, Hatta a caractérisé les micro-interfaces au sein des composites unidirectionnels (UD-C/C) [Hatta et al., 2005b]. Des essais de push-out sur faisceaux de fibres (bundles) de 50 $\mu$ m de diamètre ont été réalisés (figure 3.4-A). Les essais présentent trois phases : (i) un chargement élastique marqué par une augmentation rapide de l'effort ; (ii) une rupture marquée par une chute brutale de l'effort ; (iii) un glissement avec frottement (figure 3.4-B). Hatta a montré l'importance de l'épaisseur des échantillons : les échantillons trop épais vont voir leurs bundles poussés rompre en compression. Des essais de push-out sur fibres unitaires ont également été réalisés. L'auteur souligne cependant la difficulté de cet essai avec un échantillon de très faible épaisseur et de fréquentes ruptures en compression. Dans le cadre de ses travaux visant à caractériser l'interface fibres/matrice au sein d'un autre UD-C/C, Aoki a conduit des essais de push-out et de push-back sur bundles de l'ambiante à 2273K (figures 3.4-C et 3.4-D, [Aoki et al., 2007b]). L'essai de push-out s'est avéré efficace pour la caractérisation des micro-interfaces, sollicitant principalement l'interface fibres/matrice en cisaillement (figure 3.5-C). Les faciès de rupture évoluent fortement avec la température au niveau des micro-interfaces (figure 3.5-D). Ceci se retrouve sur les courbes de push-out, avec une légère augmentation de l'effort maximum et une forte augmentation du frottement. Le dégazage de l'échantillon apparaît avoir une forte influence sur le comportement de l'interface, provoquant une augmentation significative de sa résistance, supérieure à celle observée en température. Les travaux de Sakai ont permis d'étudier les différents mécanismes d'endommagement d'un UD-C/C à l'aide d'essais de pull-out sur bundles [Sakai et al., 2000]. La variation de la section des bundles a mis en évidence la concurrence entre la résistance en compression des bundles et celle de l'interface autour. La résistance du bundle a été estimée à  $2.3 \pm 0.5$  GPa, pour un module élastique de  $188 \pm 20$  GPa. Pour les essais de pull-out sans rupture du bundle, des grandeurs ont pu être estimées : une énergie de cohésion de  $123 \mp 50$  J/m<sup>2</sup> et un frottement de  $3.5 \pm 1.5$  MPa.

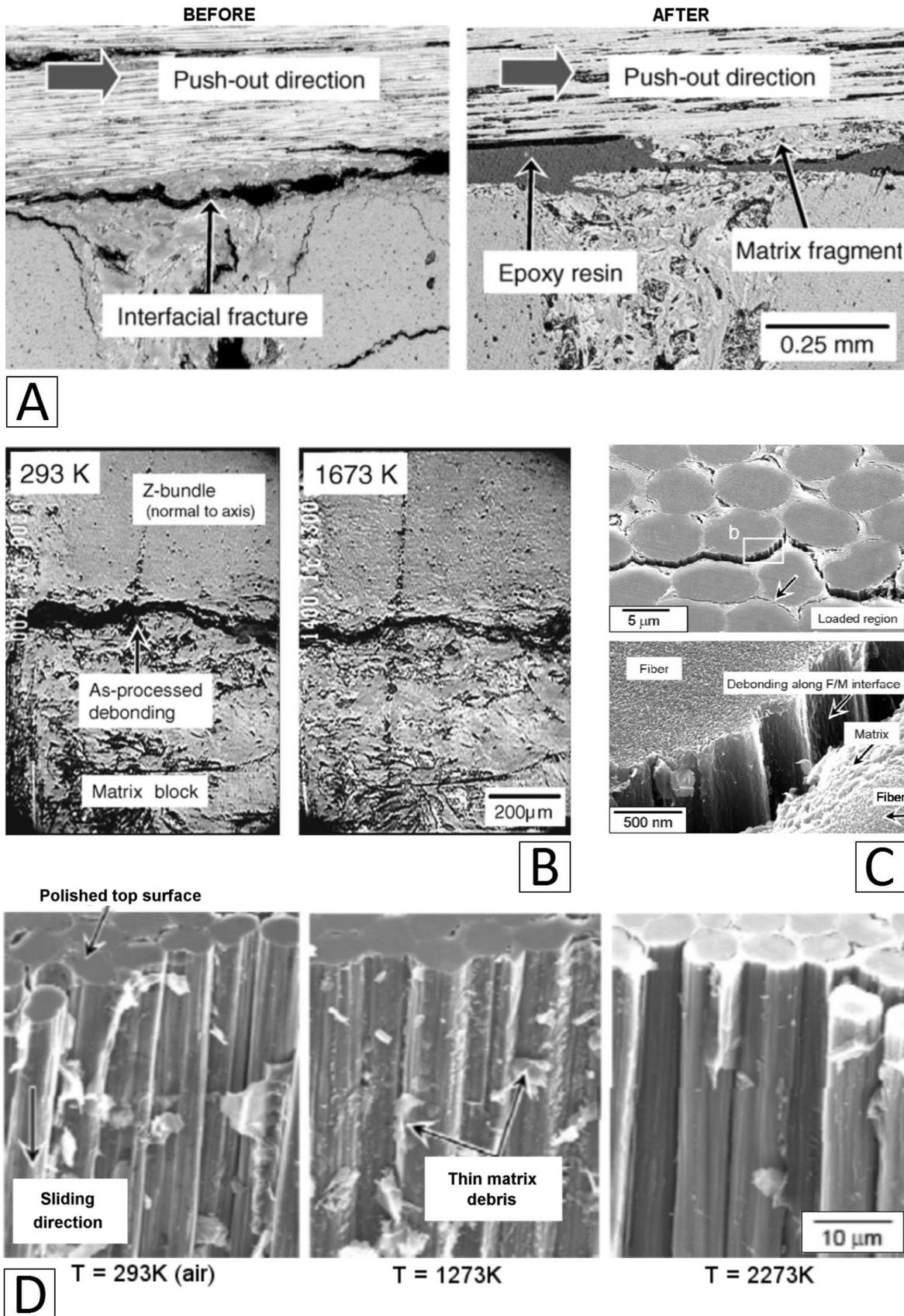


FIGURE 3.5 – Faciès de rupture après essais de push-out sur baguettes [Aoki et al., 2007b] et sur bundles [Aoki et al., 2007a]. A : Comparaison avant/après un push-out sur baguette. B : Refermeture des interfaces à haute température. C : Essais immédiatement arrêtés après la rupture initiale. D : Évolution des faciès avec la température.

**Caractérisation des méso-interfaces** Aoki a caractérisé les interfaces mésoscopiques d'un C/C très similaire au 3D C/C, au travers d'essais de push-out et de pull-out sur baguettes (figures 3.3-A et 3.3-B, [Aoki et al., 2007b]). La première constatation est le renforcement des méso-interfaces avec la température, obtenant une contrainte maximum de 5-7MPa à 293K, une contrainte de 12-14MPa à 1273K et une contrainte de 28-30MPa à 2273K. Les principaux phénomènes alors recensés par les auteurs sont la relaxe des contraintes thermiques résiduelles (figure 3.5-B) et une augmentation du frottement et de l'effet d'ancrage (figure 3.5-A). La résistance mesurée intègre toute la complexité de l'interface, de la grande faiblesse des zones fortement décohérées aux portions intactes probablement considérablement plus résistantes. Cependant, la résistance de l'interface se manifeste majoritairement par un simple frottement. Il est également affirmé que le traitement thermique a tendance à affaiblir les méso-interfaces. Les essais de push-out sur baguettes réalisés par Sharma ont également permis de caractériser le comportement des méso-interfaces [Sharma et al., 2012]. Un effet d'ancrage est également noté, avec un déverrouillage de l'interface provoquant une légère chute de l'effort et un glissement avec frottement. La contrainte maximale moyenne a été estimée à  $4.55 \pm 0.94$ MPa à l'ambiante.

### 3.1.3 Objectifs et démarche

**Objectifs** La finalité de l'étude est la compréhension et la reproduction du comportement thermomécanique dans des modèles de simulation. L'objectif des travaux regroupés dans ce chapitre est de recenser et quantifier les mécanismes de rupture des méso- et des micro-interfaces, soit à deux échelles distinctes. L'effet de la température devra également être étudié. Les essais doivent apporter suffisamment de données de caractérisation pour pouvoir développer un modèle fidèle aux réalités du matériau. Le comportement des interfaces sera étudié sur une plage de température comprise en 25°C et 1200°C. Ceci permet de s'affranchir des phénomènes complexes (fluage, etc.) présents au-delà de 2000°C. Sur cette plage de température, le comportement mécanique local du carbone graphitique reste inchangé. Il faut cependant noter que les géométries évoluent avec l'expansion thermique des constituants.

**Démarche** La technique retenue est l'essai de push-out. Les dispositifs utilisés devront permettre de réaliser cet essai à haute température et aux deux échelles considérées. Deux moyens de caractérisation ont ainsi été conçus. Le premier dispositif permet de réaliser les études préliminaires et des essais exploratoires à l'ambiante. Il est présenté en annexe B. Sa conception simple permet une étude poussée à 25°C sous air pour recenser les différents mécanismes aux différentes échelles. Le deuxième dispositif, dont la conception a pris une place importante dans les travaux de thèse, est plus complexe. Il permet de travailler à haute température et sous vide, toujours aux différentes échelles. Ce dispositif a pour but d'étudier l'effet de la température sur les mécanismes recensés à l'ambiante. La conception, les solutions techniques et les protocoles sont présentés dans l'annexe C. Un dernier dispositif est également utilisé : un nano-indenteur modifié permettant de caractériser les micro-interfaces. Ce dispositif présente néanmoins des limites au niveau des conditions d'essai (température, effort), fonctionnant hors cadre d'utilisation standard. Au niveau de la méthode de travail, les campagnes d'essai sont dans un premier temps réalisées aux deux échelles considérées mais à l'ambiante. Ceci permet de recenser les mécanismes de la rupture et d'étudier l'éventuelle influence des différents paramètres d'essai. Ensuite, les campagnes d'essai à haute température et sous vide permettent d'étudier l'évolution des différents mécanismes en changeant les conditions environnementales. Ces essais étant plus complexes à réaliser, les campagnes sont alors moins nombreuses. Les mécanismes observés permettent la description des scénarii de rupture et la quantification de la résistance des méso- et des micro-interfaces. Enfin, des données expérimentales sont systématiquement collectées, décrivant les principales tendances, pour la construction des modèles de simulation.

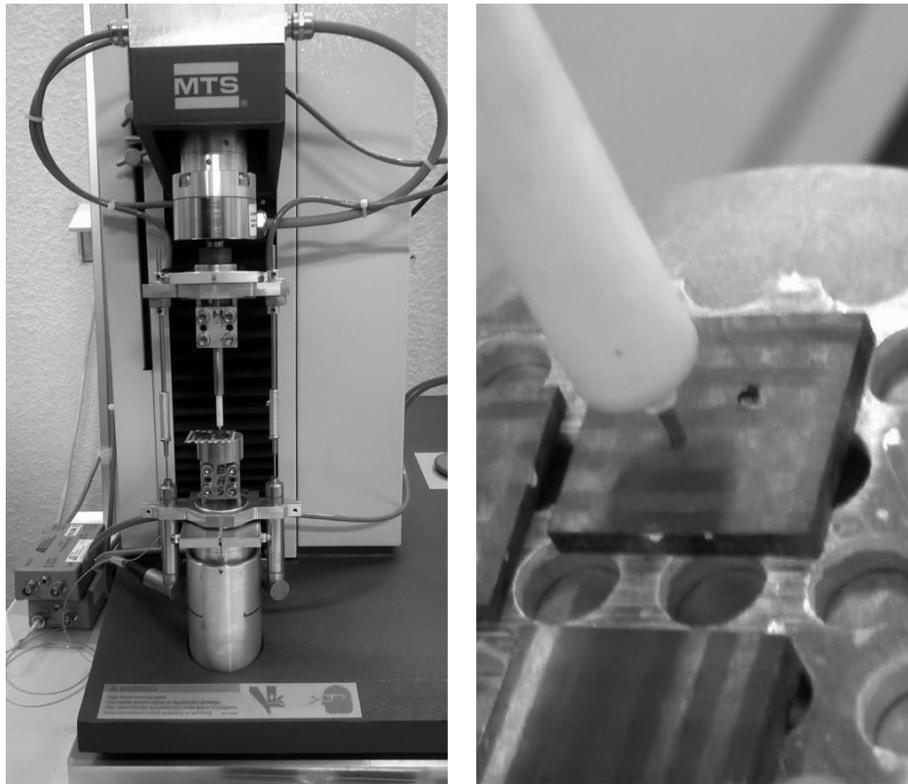


FIGURE 3.6 – Essais de push-out sur des baguettes Z. À gauche le dispositif utilisé : un assemblage d’une machine de traction MTS et une pointe. À droite un agrandissement sur la pointe en contact avec un échantillon lors d’un essai.

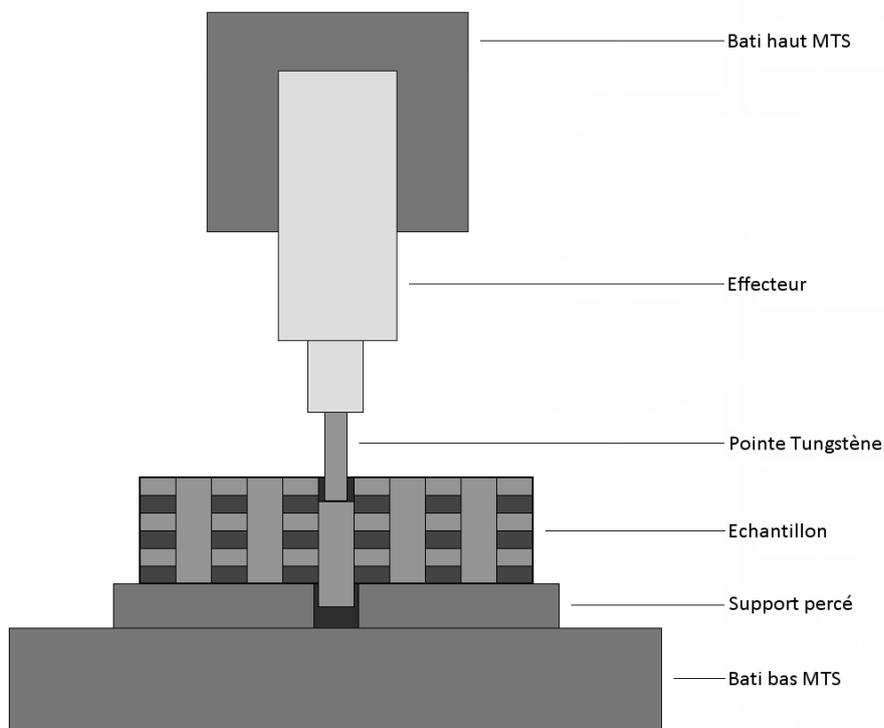


FIGURE 3.7 – Schéma du dispositif expérimental de push-out sur baguettes.

## 3.2 Caractérisation des méso-interfaces par push-out

### 3.2.1 Caractérisation à l'ambiante

**Dispositif expérimental** Un moyen de caractérisation a été mis en place afin de réaliser les essais de push-out sur les baguettes. La figure 3.6 présente le dispositif expérimental, avec un essai de push-out sur baguette Z en cours. La figure 3.7 schématise une vue en coupe du moyen d'essai avec les différents composants. Une machine de traction/compression de marque MTS a été adaptée pour effectuer les essais de push-out. La course de l'appareil est de quelques mm avec une précision au  $\mu\text{m}$ , pour une détection de l'effort jusqu'à 300N avec une mesure au centième près. Le mors supérieur permet la fixation par serrage d'une pointe de forme cylindrique. Le mors inférieur est équipé d'une plate-forme permettant d'y déposer un échantillon et son support, capable de supporter les efforts dus aux essais. L'essai de push-out requiert la conception d'un effecteur adapté (une pointe) permettant de pousser une baguette au travers d'un échantillon. Afin d'avoir des essais comparables entre les campagnes à l'ambiante et celles à haute température, les pointes utilisées sont conçues pour le cas le plus contraignant. Il s'agit d'un assemblage de tubes d'alumine, autour d'un fil rectiligne en tungstène de diamètre adapté. L'effort est transmis le long du fil rectiligne jusqu'à la surface de la baguette. L'assemblage collé de tubes de diamètres croissants permet d'éviter le flambement du cœur métallique. La colle utilisée est à base d'alumine. Ceci permet également de garantir un bon positionnement par centrage long. Ce choix de matériaux permet la réutilisation de cette pointe à haute température ( $1200^{\circ}\text{C}$ ). Les baguettes Z de section  $800\mu\text{m}\times 800\mu\text{m}$  sont poussées à l'aide d'un fil de tungstène de  $500\mu\text{m}$  de diamètre. Le push-out sur baguettes X/Y a été plus difficile à réaliser. Les baguettes Z ont une section carrée, ce qui permet une bonne répartition de la contrainte autour de l'appui de la pointe. Les baguettes X/Y sont deux fois plus longues que larges ( $800\mu\text{m}\times 400\mu\text{m}$ ), concentrant alors l'effort en leur centre. La pointe de  $500\mu\text{m}$  étant trop large, une pointe de  $200\mu\text{m}$  a été initialement utilisée. Ceci a eu pour effet de provoquer une rupture d'un bundle (fragment de baguette) à chaque essai, sans jamais rompre l'interface autour de la baguette X/Y. Une nouvelle pointe a donc été réalisée. Initialement de section circulaire de diamètre  $500\mu\text{m}$ , elle a été polie sur deux côtés opposés, laissant une section rectangulaire de côtés  $250\mu\text{m}\times 500\mu\text{m}$ . L'échantillon doit également avoir une forme adaptée. Il s'agit d'une fine tranche de matériau polie, découpée suivant les axes de tissage, avec les baguettes à pousser traversant l'épaisseur. L'ensemble est collé sur un support percé laissant un espace pour le dégagement des baguettes pendant les essais. Ici le diamètre des trous est de 3mm. Ce dispositif expérimental est plus largement détaillé en annexe B.

**Protocole expérimental** Le protocole expérimental est divisé en trois étapes : la préparation des échantillons, les essais et le traitement des données. Les échantillons sont extraits sous forme de fines tranches de spécimens massifs de 3D C/C. Les baguettes X/Y ou Z sont orientées suivant l'épaisseur de la tranche. Les échantillons couvrent des épaisseurs allant de quelques centaines de microns à plusieurs millimètres afin d'en étudier l'influence et de mettre en avant certains mécanismes. Un polissage mécanique est effectué en surface pour faire apparaître la structure de l'échantillon, ce qui permet d'améliorer la visée lors des essais. L'échantillon est ensuite collé sur son support et une baguette est centrée sous la pointe. Un trapèze de déplacement est appliqué, avec mesure de l'effort au niveau de la pointe. Les essais sont réalisés à la vitesse de  $50\mu\text{m}/\text{min}$  et les mesures sont effectuées toutes les secondes. L'amplitude du déplacement peut aller jusqu'à plusieurs millimètres, permettant de pousser les baguettes sur des longueurs non négligeables par rapport à l'épaisseur de l'échantillon. Il a été observé qu'en rapportant le déplacement à l'épaisseur et les efforts à la surface frottante initiale des baguettes, il est possible de normaliser les résultats vis-à-vis de l'épaisseur des échantillons.

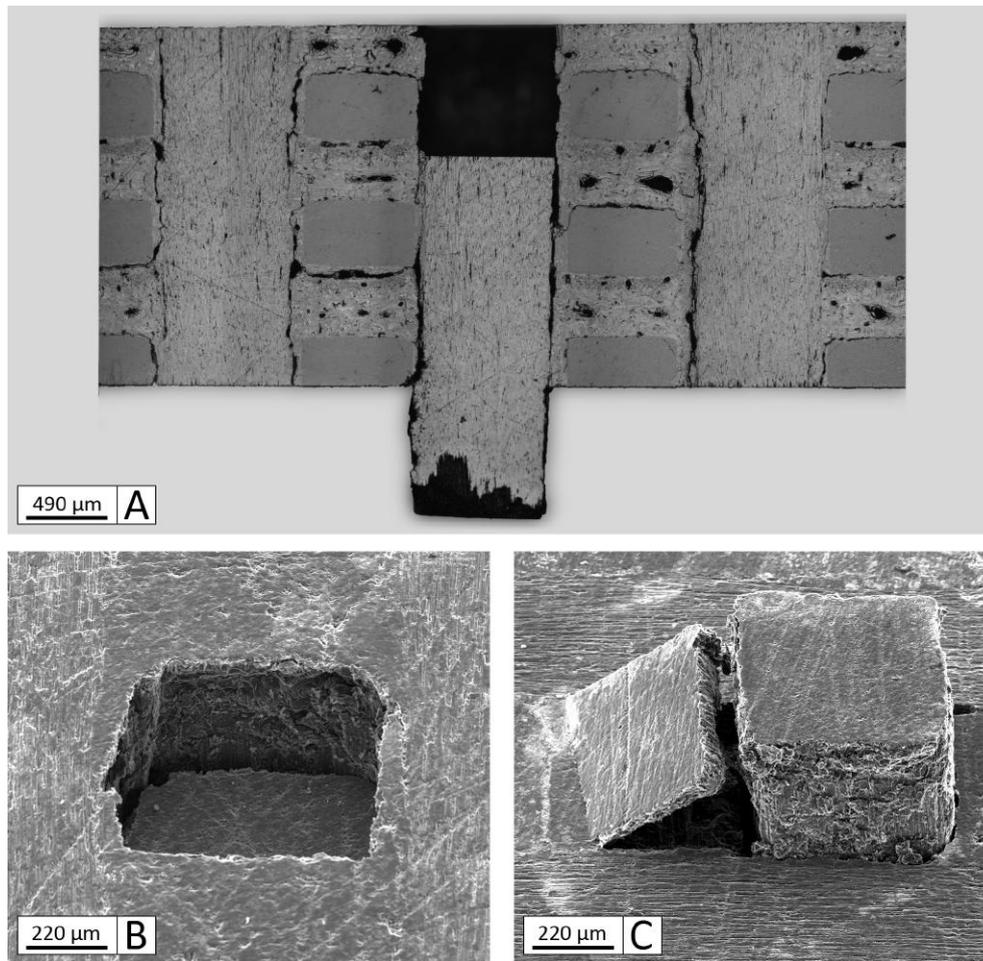


FIGURE 3.8 – Vues d'un échantillon de push-out sur baguette Z post-essai. A : Micrographie d'une coupe transverse de la baguette poussée. B : Cliché MEB du dessus de l'échantillon. C : Cliché MEB du dessous de l'échantillon.

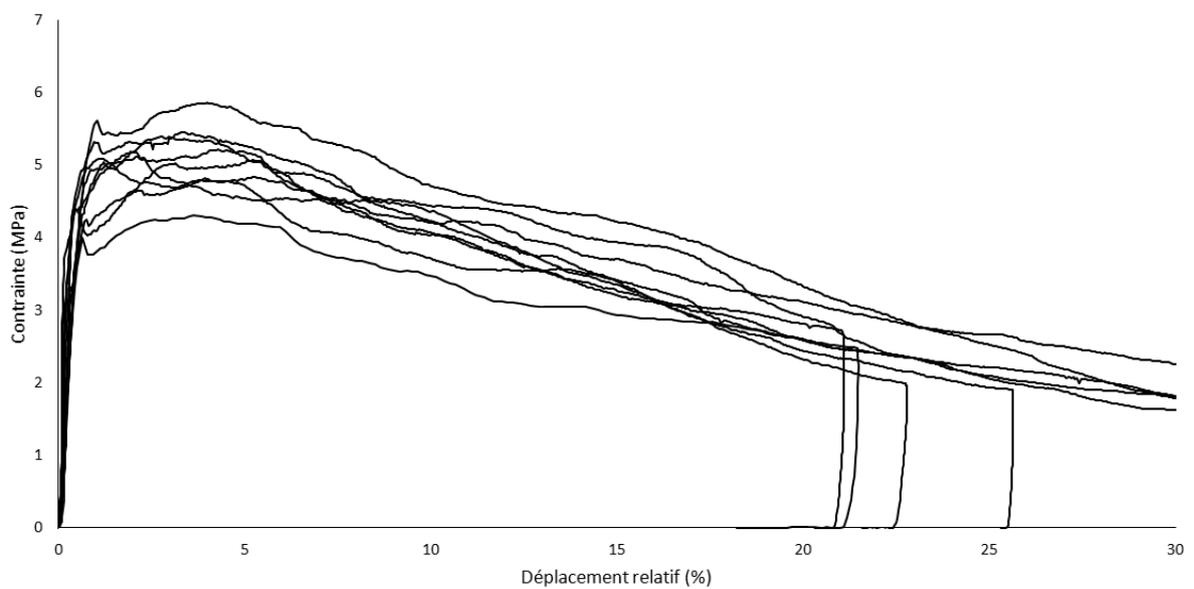


FIGURE 3.9 – Quelques courbes issues d'essais représentatifs de push-out sur baguettes Z.

Les données présentées sont ainsi exprimées en contrainte de cisaillement en fonction du déplacement relatif. Les données sont lissées pour filtrer le bruit du capteur. Ce lissage est fait avec une approximation polynomiale locale sur fenêtre glissante afin d'éviter toute distorsion du signal. Enfin, l'accommodation du matériau au début du contact avec la pointe est supprimée afin de pouvoir correctement superposer les pentes initiales des courbes. Le protocole expérimental est davantage détaillé en annexe B.

**Essais sur baguettes Z à 25°C** Une trentaine d'essais de push-out ont été réalisés sur les baguettes Z, pour des épaisseurs d'échantillons entre 200 $\mu$ m et 5mm. L'épaisseur des échantillons apparaît jouer un rôle clé dans la réussite des essais. Une épaisseur idéale a été déterminée empiriquement, cette étude est discutée plus loin. La figure 3.8 synthétise les observations faites sur des échantillons après des essais de push-out. L'image A est une micrographie d'une coupe transverse polie passant par le centre de la baguette Z poussée. Les images B et C sont des micrographies prises sous un MEB, avec respectivement une vue de dessus et de dessous. Les micrographies montrent des baguettes Z très peu endommagées après les essais. Les éléments avoisinants (baguettes, octets) ne sont également peu, voire pas endommagés. Ceci valide le bon déroulement des essais. La vue en coupe révèle relativement peu de débris emportés par la baguette lors de son glissement, signe d'une interface peu résistante au cisaillement. Les micrographies MEB montrent que la baguette est extraite proprement, sauf peut-être sur l'extrémité inférieure où les octets de matrice affinés par le polissage sont arrachés. Ce phénomène est fréquent mais négligeable sur la réponse des essais. La figure 3.9 présente quelques courbes de push-out représentatives, montrant une grande répétabilité des essais. Trois phases se succèdent : un chargement élastique, un déblocage de l'interface et un glissement. Le chargement élastique est dû à la flexion locale de l'échantillon, à la compression de la pointe et l'accommodation en surface de l'échantillon. Cette phase amorce peu d'endommagement au sein des baguettes, même si dans certains cas ces dernières restent légèrement marquées en surface, du fait des bords saillants de la pointe. La deuxième phase est la rupture et le début du glissement. Les observations sur la morphologie du composite ont montré de fortes décohésions entre les baguettes et le composite. Certains blocs ou liaisons résiduelles peuvent entraver le libre glissement de la baguette, il s'agit alors du déverrouillage de l'interface. Ce phénomène est très peu marqué dans ce cas, l'interface autour des baguettes Z présente finalement peu de liaison. L'absence de chute brutale de l'effort de cisaillement après la rupture montre que c'est le frottement qui maintient l'interface. Ainsi, le déplacement ne commence que lorsque l'effort atteint la valeur seuil de 5MPa. La dernière phase est le glissement de la baguette le long de son interface. Il s'agit tout simplement d'un glissement avec frottement. Il faut cependant noter l'usure de l'interface tout au long de l'essai : le frottement diminue plus rapidement que la surface en contact avec le composite. Par exemple, pour un déplacement de 10% de l'épaisseur de l'échantillon, la contrainte a diminué de 20%. Cette usure est probablement due au lissage de l'interface après le passage de la baguette.

**Essais sur baguettes X/Y à 25°C** Une quinzaine d'essais de push-out ont été réalisés sur les baguettes X/Y, pour des épaisseurs autour de 2mm. Cette épaisseur, jugée idéale, est justifiée plus loin. La figure 3.10 regroupe les observations faites sur les échantillons après les essais de push-out. L'image A est une micrographie d'une coupe transverse polie passant par le centre de la baguette X/Y poussée. Les images B et C sont des micrographies, avec respectivement une vue de dessus et de dessous. Comme observé lors des essais sur baguettes Z, les micrographies montrent que les baguettes sont très peu endommagées en surface après les essais, et qu'elles sont extraites proprement. Encore une fois, ceci démontre que les essais sollicitent majoritairement les méso-interfaces. La vue en coupe présente quelques débris emportés par la baguette lors de son glissement, et met en avant la forme ondulée des baguettes X/Y.

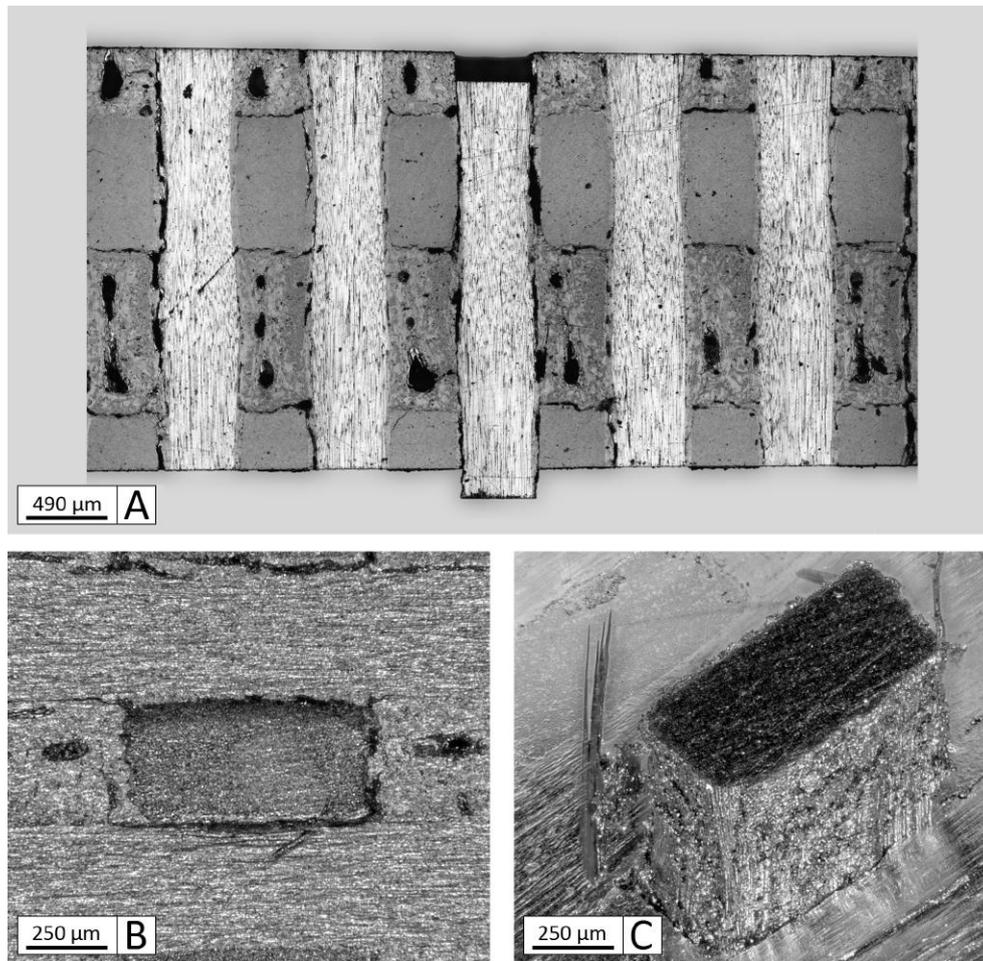


FIGURE 3.10 – Vues d'un échantillon de push-out sur baguette X/Y post-essai. A : Micrographie d'une coupe transverse de la baguette poussée. B : Cliché MEB du dessus de l'échantillon. C : Cliché MEB du dessous de l'échantillon.

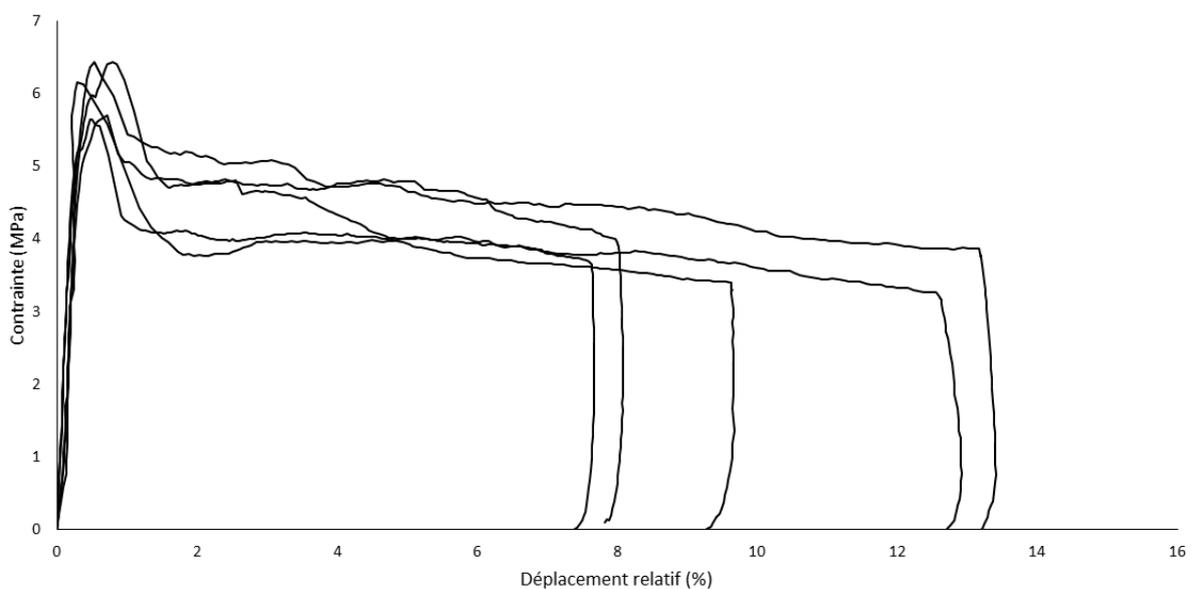


FIGURE 3.11 – Quelques courbes issues d'essais représentatifs de push-out sur baguettes X/Y.

L'étude de la morphologie du composite avait déjà mis en avant la forme particulière des baguettes X/Y, écrasées au niveau du pincement avec les autres baguettes, et élargies au niveau des octets de matrice (chapitre 1). Cette forme est d'autant plus visible ici à cause des espaces créés lors du glissement. La figure 3.11 présente quelques courbes représentatives. Trois phases se dessinent : un chargement élastique, la rupture et enfin le glissement avec frottement. Le chargement correspond à la partie linéaire initiale (0-1% de déplacement relatif), l'effort est appliqué et la baguette reste fixe par rapport au composite. Cette phase réversible correspond à la flexion locale de l'échantillon. Ensuite, pour une contrainte de 5MPa à 7MPa la courbe se gauchit, signe d'un début d'endommagement. Puis l'effort diminue brutalement (1-2% de déplacement relatif), différence significative par rapport aux baguettes Z : l'interface autour des baguettes X/Y présente initialement une certaine résistance. Ceci peut être dû à la forme ondulée des baguettes X/Y qui provoque un blocage mécanique, avec un ancrage dans les octets de matrice. Cependant, une fois la baguette débloquée, l'effort atteint un palier de frottement très similaire à celui des baguettes Z, autour de 5MPa. L'interface semble aussi s'user tout au long de l'essai, le frottement diminuant plus rapidement que la surface en contact avec le composite.

**Influence de l'épaisseur de l'échantillon** L'épaisseur des échantillons permet de mettre en avant certains mécanismes en concurrence lors des essais de push-out sur baguettes. Une campagne d'essai sur baguettes Z avec différentes épaisseurs a été menée en ce sens. Tout d'abord, les échantillons très fins (épaisseur  $< 0.5\text{mm}$ ) apparaissent s'endommager très rapidement, soit aux interfaces, soit au niveau des méso-constituants voisins. Ces essais sont caractérisés par une flexion importante, provoquant des ruptures autour de la zone ciblée. Le polissage mécanique peut aussi apporter une dégradation non négligeable pour des échantillons de cette épaisseur. Entre 0.5mm et 1.7mm, les baguettes sont correctement poussées mais la flexion est toujours importante ( $e=1.32\text{mm}$  et  $e=1.63\text{mm}$ ). Cette flexion est visible avec la différence de pente avant la rupture de l'interface, par rapport aux essais à épaisseur plus importante. Elle peut entraîner des phénomènes parasites qu'il est souhaitable d'éliminer. Autour de 2.2mm, les essais sont parfaitement réussis. La flexion est négligeable et la baguette est correctement poussée. Ce cas concerne tous les essais présentés précédemment. Entre 2.5mm et 4.0mm, il est toujours possible de pousser une baguette, malgré une légère fissuration en surface (l'empreinte de la pointe reste visible,  $e=2.70\text{mm}$  et  $e=3.84\text{mm}$ ). L'interface fibre-matrice au sein des baguettes ne semble plus pouvoir transmettre les efforts. Il y a ici concurrence entre les interfaces mésoscopiques et les interfaces microscopiques. Sur les courbes, ceci est représenté par un décrochage, avec une variation brutale de la force. Au-delà de ces épaisseurs, les interfaces fibres/matrice sont fortement sollicitées par rapport aux méso-interfaces ( $e=4.87\text{mm}$ ). Des décrochements brutaux sont visibles sur les courbes. Les baguettes ne glissent plus, un bundle (fragment de baguette) de la forme de la pointe est détaché et poussé au sein de ces dernières. Des observations ont montré que le bundle s'endommage en compression par flambement des fibres. L'essai de push-out sur baguette devient ainsi un essai de push-in sur un bundle de  $500\mu\text{m}$ , qui finit par rompre en compression.

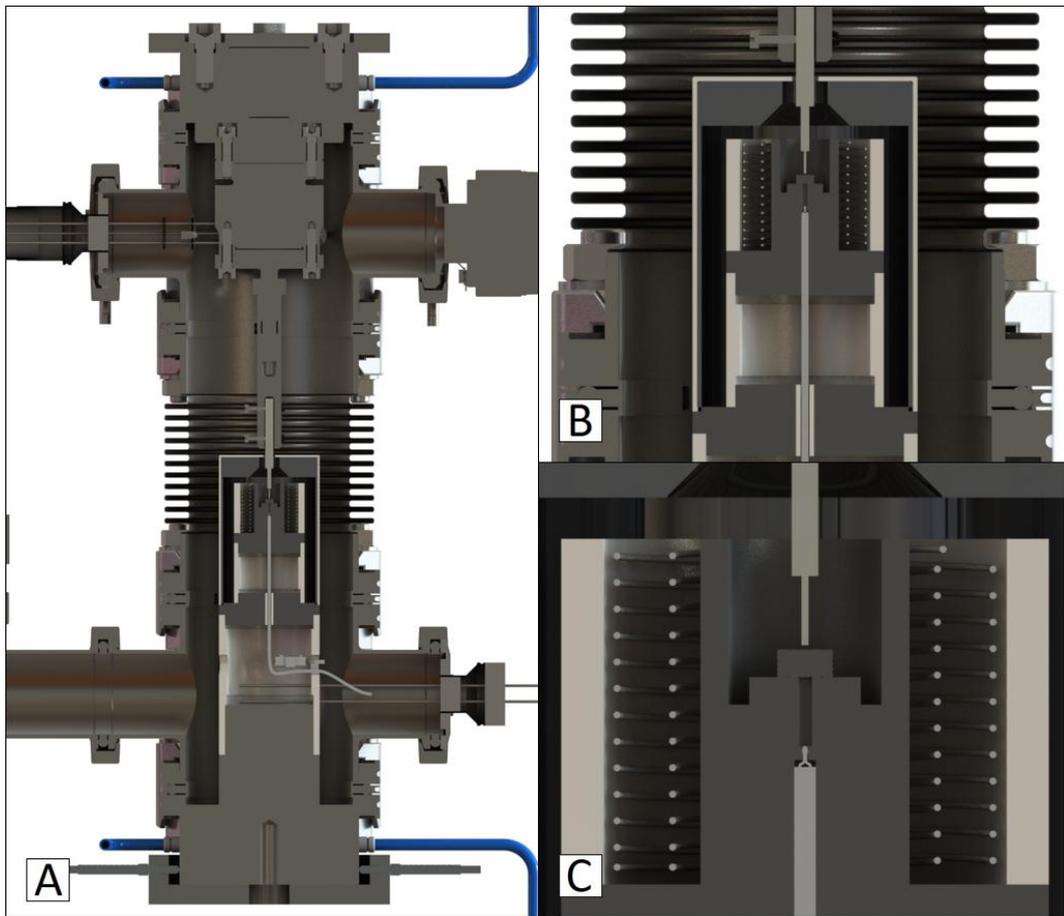


FIGURE 3.12 – Dispositif de push-out HT. A : Le système complet composé de l'effecteur, du système de chauffe et de l'enceinte à vide. B : Un agrandissement sur le four. C : Un agrandissement sur la zone d'essai.

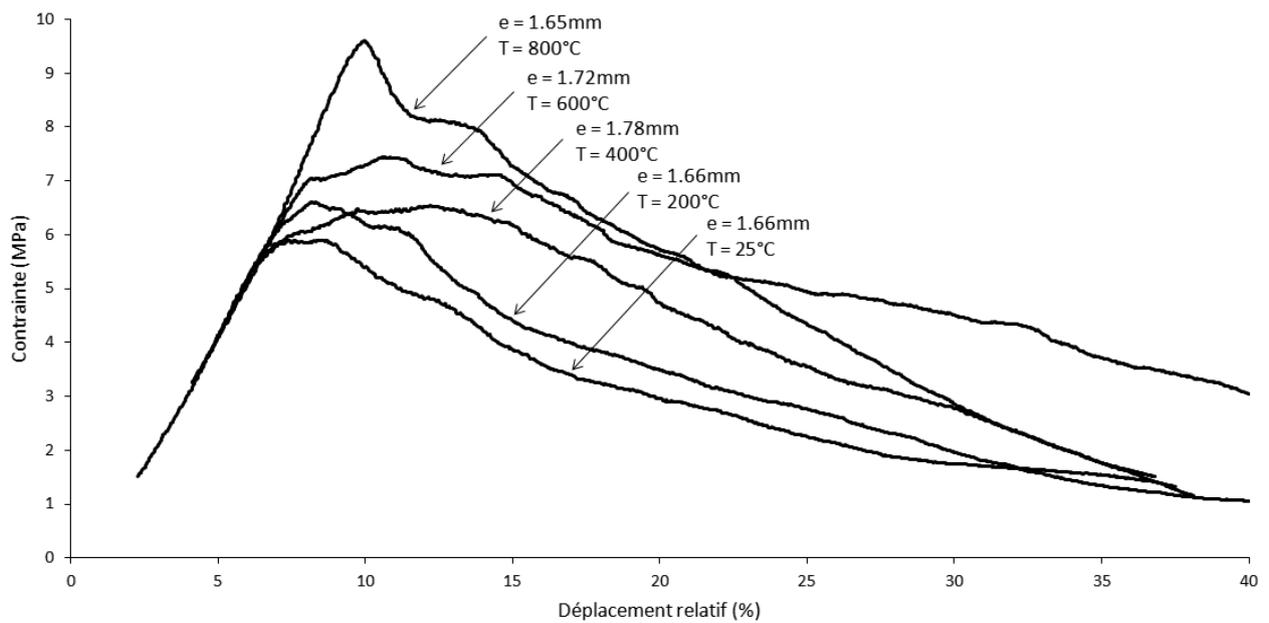


FIGURE 3.13 – Influence de la température sur les essais de push-out sur baguettes Z.

### 3.2.2 Effet de la température

**Dispositif expérimental HT** Le dispositif expérimental développé possède une architecture similaire au dispositif à l'ambiante mais opère à haute température et atmosphère contrôlée (figure 3.12). La conception, les solutions techniques retenues, le protocole et diverses informations sur le dispositif expérimental sont regroupées en annexe C. L'enceinte est composée de deux parties rigides reliées par un soufflet (ou flexible). L'échantillon est placé au cœur du système de chauffe sur la partie inférieure et l'effecteur sur la partie supérieure. La souplesse du soufflet permet de rapprocher les deux extrémités du dispositif afin que la pointe entre en contact avec l'échantillon pour réaliser l'essai. Le système de chauffe est un assemblage de pièces de graphite et d'alumine, permettant par effet Joule de porter l'échantillon jusqu'à une température maximale de 1473K. L'effecteur, composé d'un fil de tungstène de 500 $\mu$ m de diamètre (pour la rigidité) et d'alumine (pour l'isolation thermique), traverse la chambre de confinement jusqu'à la baguette à pousser à la surface de l'échantillon. Une cellule de force est placée directement au-dessus de l'effecteur dans l'enceinte. Afin d'éviter l'oxydation du carbone à haute température et éventuellement pour dégazer le matériau, un groupe de pompage y est connecté afin d'établir un vide secondaire ( $10^{-4}$  à  $10^{-6}$ mbar). Les échantillons sont similaires à ceux utilisés pour le dispositif à l'ambiante. Ils sont extraits du matériau sous forme de fines tranches avec les baguettes à pousser placées verticalement. Le support est percé pour permettre le dégagement des baguettes, le diamètre du perçage du support est de 2mm. Le dispositif complet est fixé entre les mors d'une machine de traction/compression Instron 4505. Le déplacement est mesuré à l'aide d'un extensomètre placé à l'extérieur de l'enceinte. Du fait de la mesure indirecte, une mesure de la complaisance est réalisée avant les campagnes d'essais.

**Protocole expérimental** La préparation des échantillons est similaire à celle utilisée pour les essais à l'ambiante. L'épaisseur des échantillons est autour de 2mm, épaisseur idéale comme montré précédemment. Cette épaisseur permet de solliciter proprement l'interface mésoscopique en évitant des phénomènes parasites. L'essai se déroule en aveugle, à l'intérieur de l'enceinte du dispositif. La réussite des essais ne peut être constatée qu'après refroidissement, remise à l'air, ouverture de l'enceinte et extraction de l'échantillon en dehors du four. Le protocole doit donc garantir une visée correcte, un chauffage homogène et un bon déroulement des essais. Le protocole comporte plusieurs phases : la mise en place et l'alignement de l'échantillon, la mise sous vide et le chauffage, l'essai de push-out, le retour aux conditions standards, l'extraction de l'échantillon et enfin les observations. Les paramètres d'essai, en dehors de l'épaisseur des échantillons, sont la température et la pression. Les essais sont pilotés en déplacement. Un essai préalable, réalisé sur un support d'échantillon non percé permet de corriger la complaisance du système. L'annexe C rassemble davantage d'informations sur le protocole expérimental.

**Influence de la température** Les mécanismes de rupture des méso-interfaces à l'ambiante ont été observés et recensés à l'aide d'essais sur baguettes X/Y et Z. Le nouveau dispositif de caractérisation permet d'étudier l'influence de la température sur ces mécanismes. Des essais de push-out ont ainsi été conduits à haute température sur les baguettes Z (figure 3.13). Comme attendu, un renforcement de l'interface est observé avec la température. Le chauffage provoque une expansion radiale des baguettes (l'expansion axiale est négligeable devant l'expansion radiale), réduisant la décohésion aux interfaces et augmentant ainsi le frottement par rapport aux caractérisations à l'ambiante. La décohésion moyenne étant de 20 $\mu$ m, et compte tenu des coefficients de dilatation thermique des baguettes, on peut estimer que les méso-interfaces sont complètement refermées autour de 2000°C.

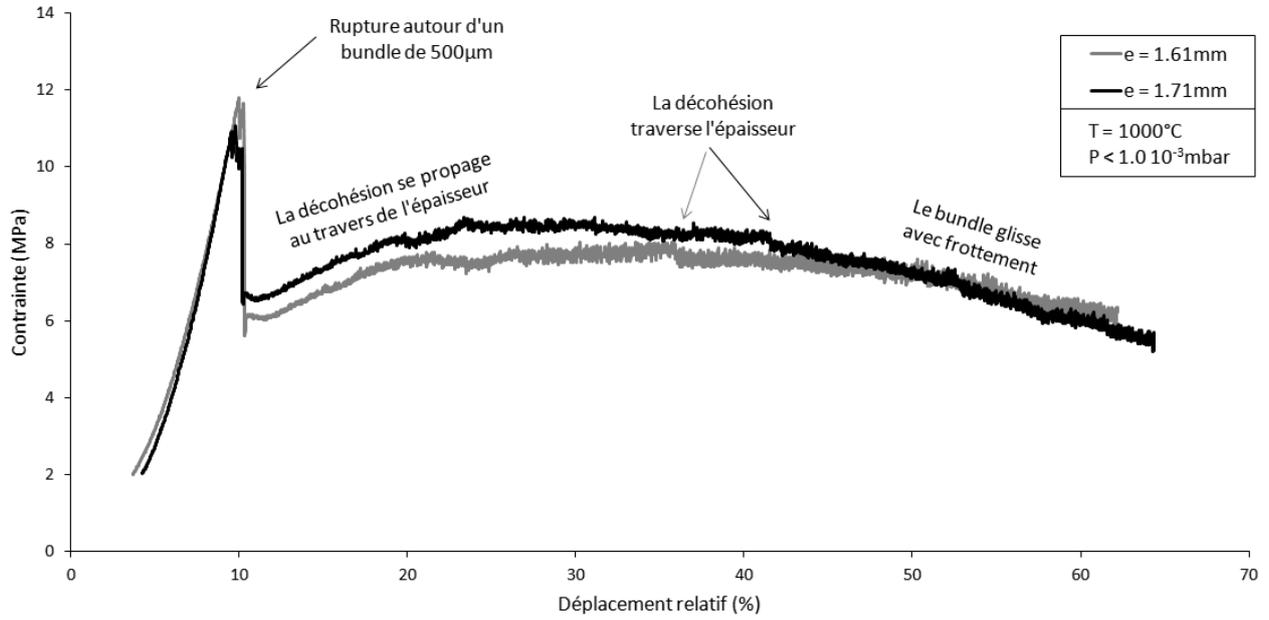


FIGURE 3.14 – Essais de push-out sur baguette Z à 1000°C. Ces essais n'ont pas permis de dégager une baguette Z mais un bundle de 500µm.

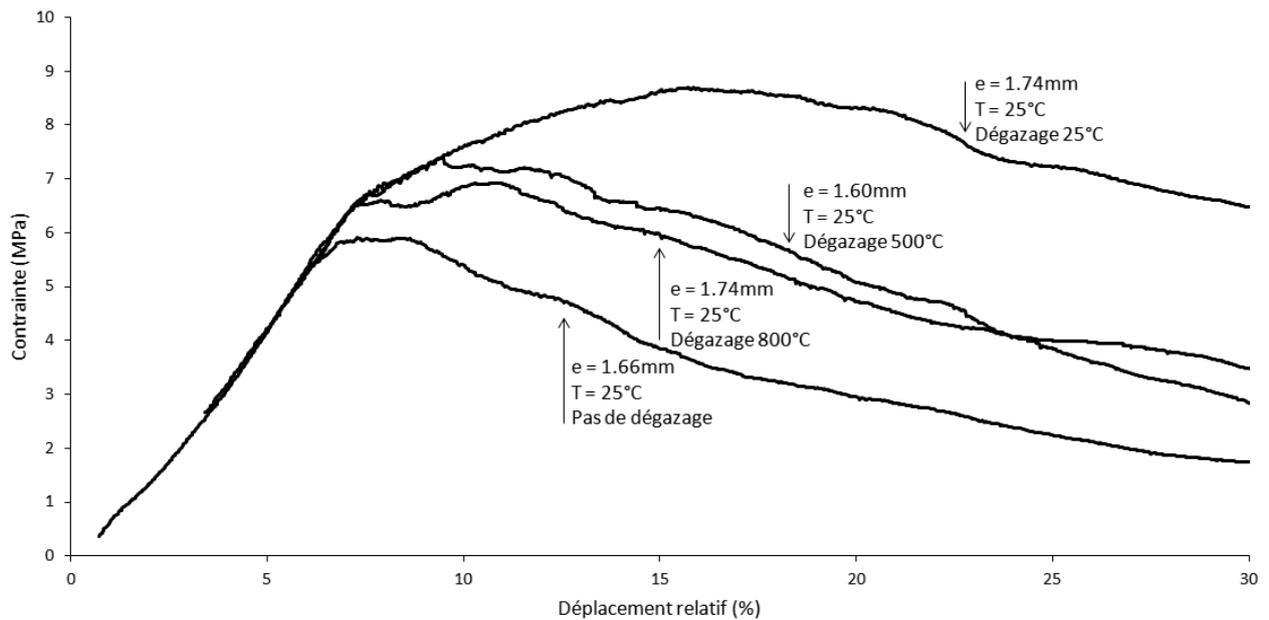


FIGURE 3.15 – Influence du dégazage sur les essais de push-out sur baguettes Z.

Il est envisageable de considérer un renforcement régulièrement croissant jusqu'à cette température. Sur la plage de température intermédiaire, ce sont des contacts partiels dus à la rugosité de l'interface qui provoquent le frottement. Plus la température augmente, plus l'interface se referme et plus ce frottement est marqué. Également, la nature de l'interface semble changer avec la température. Plus la température est élevée, plus le glissement est précédé d'un déverrouillage prononcé et brutal. Ceci peut s'expliquer par un contact de plus en plus fort au niveau de la rugosité de l'interface, provoquant des arrachements de plus en plus marqués. Ce déverrouillage peut être caractérisé par une énergie de cohésion. Tout ceci correspond aux observations réalisées par Aoki [Aoki et al., 2007b]. De plus, au-delà de 800°C, les méso-interfaces deviennent relativement plus fortes que les micro-interfaces, et ce sont ces dernières qui rompent en premier. Ainsi à 1000°C, l'essai de push-out sur baguette se transforme en essai de push-out sur bundle de 500µm, c'est-à-dire la taille de la pointe utilisée. Ce phénomène est illustré en figure 3.14. Cette concurrence entre les méso-interfaces et les micro-interfaces est un phénomène limitant, une solution consiste à diminuer la tenue mécanique des méso-interfaces en réduisant l'épaisseur de l'échantillon (et donc leur surface).

**Influence du dégazage** Lors des essais, l'influence du dégazage sur le frottement à l'interface a également été mise en évidence. Ce phénomène, lié à la présence d'espèces gazeuses adsorbés sur les bords libres à l'interface, est illustré sur la figure 3.15. Différents dégazages ont été réalisés : (a) à température ambiante, (b) pendant un cycle atteignant 500°C, (c) pendant un cycle atteignant 800°C, (d) sans dégazage. Après un retour à température ambiante, des essais de push-out ont été réalisés à l'ambiante et sous vide pour ne pas altérer le dégazage. En comparant l'essai standard (d) avec les autres essais dégazés (a, b et c), le dégazage apparaît renforcer significativement l'interface. L'effet du dégazage sur le renforcement a déjà été observé par Aoki [Aoki et al., 2007b]. Ce renforcement peut être expliqué par la raréfaction des gaz à l'interface. Ces éléments semblent favoriser le glissement en lubrifiant cette dernière, et leur absence augmente fortement le frottement. De plus, le phénomène d'usure de l'interface semble moins prononcé, et la forme de la courbe de push-out est très différente avec un déblocage plus difficile. En considérant les échantillons dégazés à haute température (b et c), le renforcement semble plus limité. Le dégazage est activé thermiquement, son efficacité augmente fortement avec la température. Les échantillons dégazés à 500°C et 800°C sont donc théoriquement mieux nettoyés des espèces gazeuses par rapport à l'échantillon dégazé à l'ambiante. Cependant, les courbes des essais dégazés à chaud suivent celle de l'essai dégazé à l'ambiante mais montrent une tenue de l'interface réduite. Paradoxalement, plus la température du dégazage est élevée, plus le comportement se rapproche de celui d'un échantillon non dégazé. Les mesures de la dilatation thermique suivant Z ayant montré un comportement endommageable, une première hypothèse irait dans le sens d'un endommagement des échantillons lors de leur chauffe pendant le dégazage. Une seconde hypothèse serait un changement de la nature de l'interface pendant le chauffage. Une analyse tribo-chimique de l'influence du dégazage, bien qu'intéressante, sort du périmètre d'étude de ce travail et ne sera pas discutée ici.

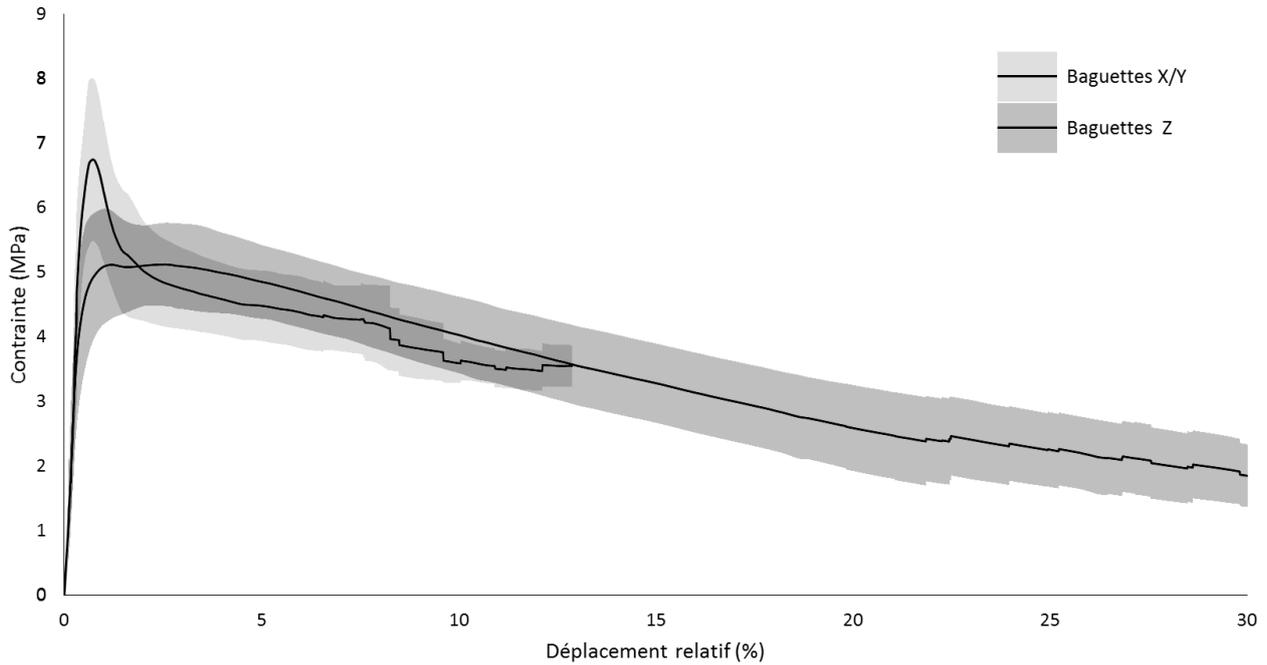


FIGURE 3.16 – Comparatif des essais de push-out sur baguettes X/Y et Z.

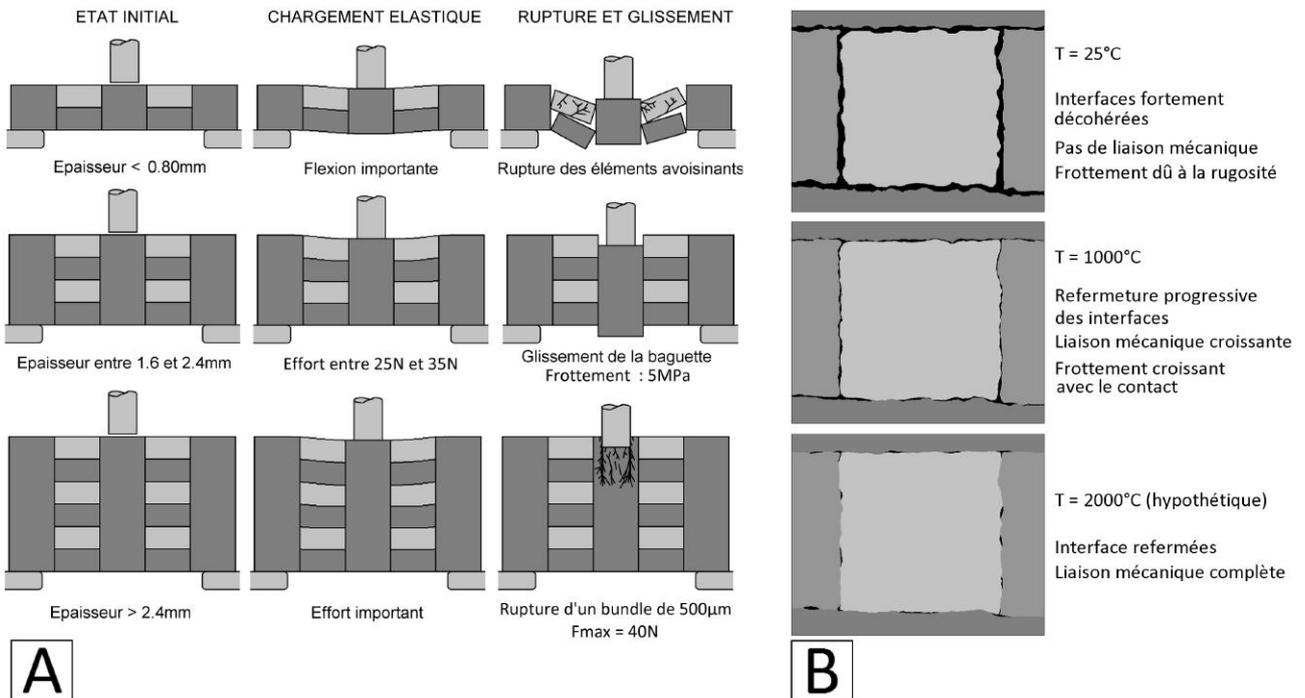


FIGURE 3.17 – Bilan des essais de push-out sur baguettes Z. A : Mécanismes à l'ambiante. B : Influence de la température.

### 3.2.3 Bilan de la caractérisation des méso-interfaces

**Mécanismes à l'ambiante** Tout d'abord, les essais de push-out se sont avérés un moyen efficace pour caractériser les méso-interfaces. Ils révèlent une absence de réelle liaison physique entre les méso-constituants. Ceci concorde avec les observations réalisées dans le chapitre 1 sur la morphologie du 3D C/C. La forte décohésion initiale, de plusieurs dizaines de microns, explique la faiblesse apparente de ces interfaces. Ainsi, leur résistance ne semble tenir qu'à quelques phénomènes de blocage et à un frottement conséquent. Ceci s'explique la présence de débris dans l'interface et par une forte rugosité. Si la décohésion était bien moindre avec davantage de contact, le composite serait sûrement bien plus résistant, particulièrement en dehors des axes de tissage. Les essais de push-out ont également mis en avant un blocage/déverrouillage accru de 40% au niveau des baguettes X/Y. La figure 3.16 illustre ce phénomène. Il peut être relié à la forme ondulée des baguettes X/Y, provoquant un effet d'ancrage dans les octets de matrice. Cela constitue un premier rôle non négligeable pour ce constituant considéré comme négligeable jusque-là. Ce phénomène d'ancrage a également été observé lors d'essais de pull-out sur C/C ([Valette et al., 2002], figure 3.18). Le pincement des torons par des fils d'aiguilletage provoque un pic d'effort lors des essais, phénomène de blocage comparable à celui observé avec les baguettes X/Y. Cette résistance accrue dans la direction X/Y est à rapprocher des essais de dilatométrie sur des échantillons de tailles réduites. Ces échantillons présentent un comportement plus endommageable suivant Z. L'explication semble provenir de cette anisotropie aux interfaces ; des simulations pourraient permettre de valider cette hypothèse. Enfin, les essais de push-out à l'ambiante ont permis de retracer les mécanismes de rupture (par déverrouillage) et de glissement aux méso-interfaces (figure 3.17-A).

**Évolution avec la température** Les essais de push-out en température montrent un fort renforcement des méso-interfaces. Ce phénomène est probablement à relier à la forte expansion radiale des baguettes, provoquant une refermeture des interfaces (figure 3.17-B). Encore une fois, des simulations pourraient valider cette hypothèse. Les essais ont également mis en avant un considérable renforcement du frottement avec le dégazage. La volatilisation des espèces adsorbées aux interfaces favoriserait des contacts liants entre les bords graphitiques libres. Ce phénomène varie fortement avec la température et le temps de dégazage considérés. Ce mécanisme mérite d'être davantage étudié, il pose la question de la différence entre le comportement du 3D C/C décrit ici et celui dans ses conditions d'utilisation réelles.

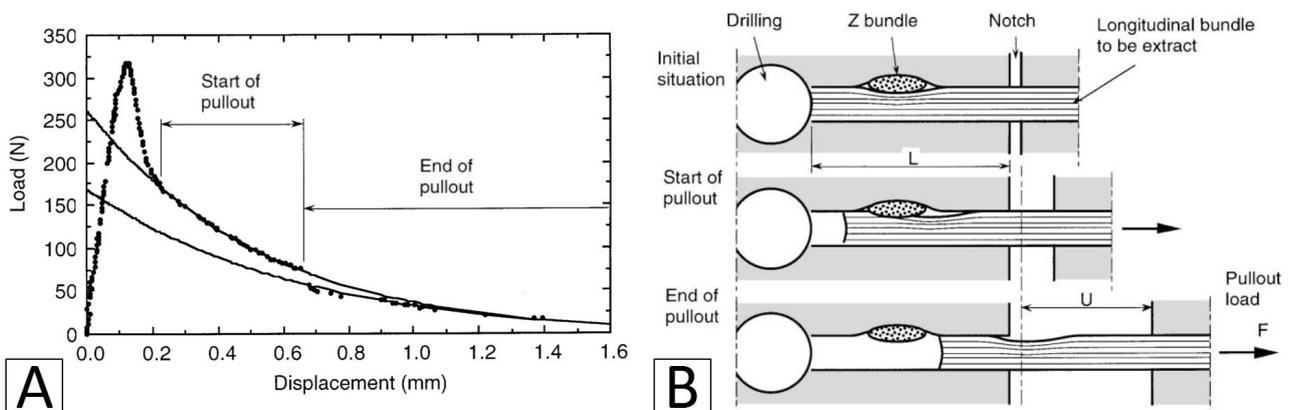


FIGURE 3.18 – Essais de pull-out à l'ambiante sur des renforts d'un 2.5D C/C [Valette et al., 2002]. A : Courbe effort-déplacement. B : Mécanismes de déverrouillage.

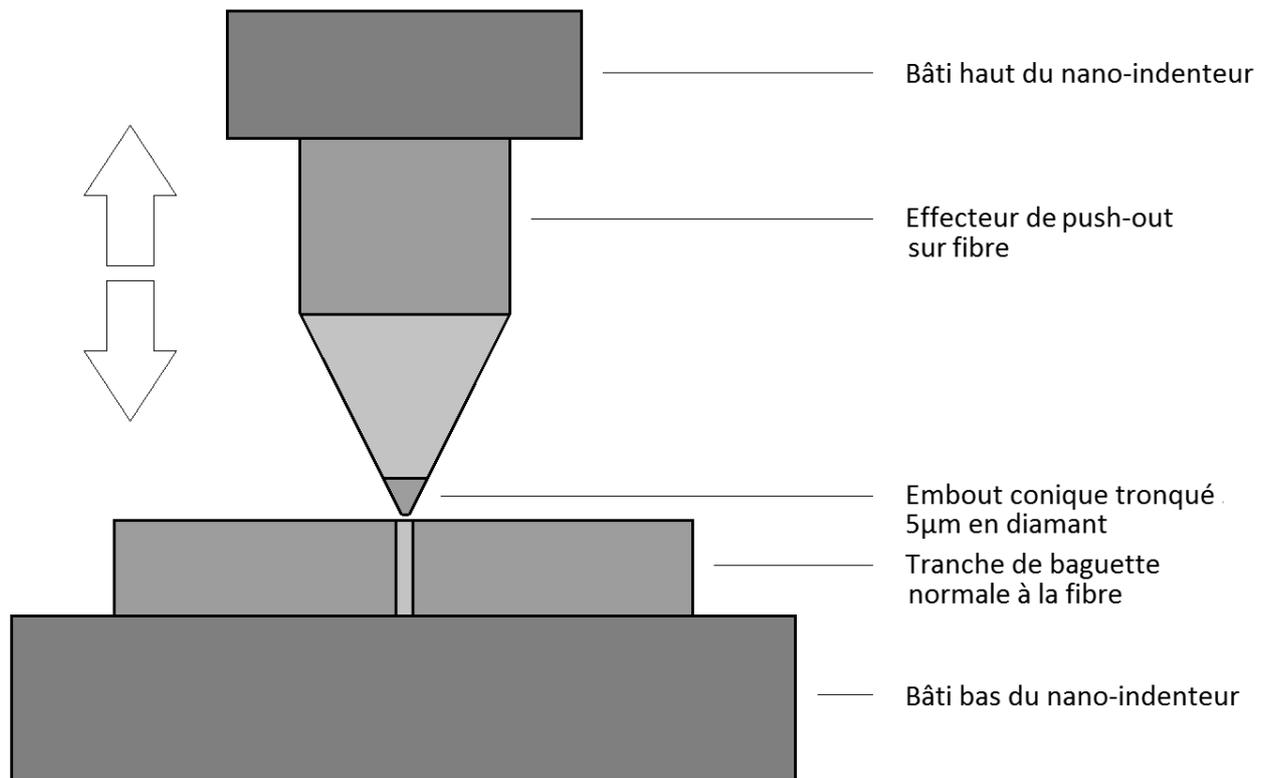


FIGURE 3.19 – Schéma du dispositif de nano-indentation servant au push-out sur fibres.

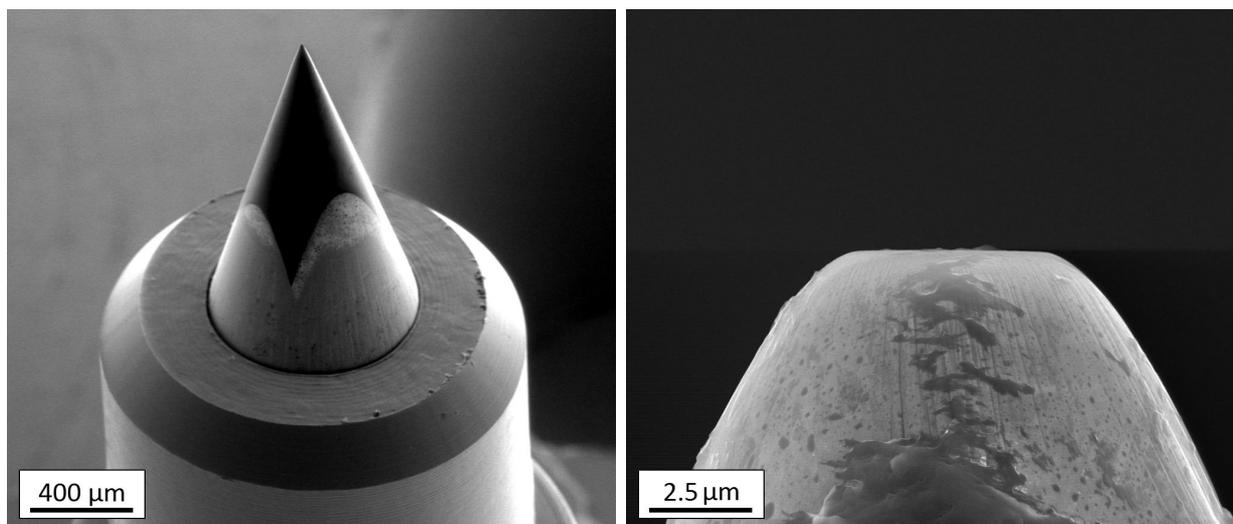


FIGURE 3.20 – Pointe servant à pousser les fibres pour caractériser l'interface fibres/matrice. À gauche, vue globale de l'indenteur. À droite, zoom sur la pointe de l'indenteur.

### 3.3 Caractérisation des micro-interfaces

À l'instar de la caractérisation des méso-interfaces, il est possible de caractériser les micro-interfaces (liaison fibres/matrice). Différents essais (push-out sur fibres unitaires et sur faisceaux de fibres) ont été réalisés et divers moyens expérimentaux ont été mis à contribution. L'effet de la température est également étudié.

#### 3.3.1 Caractérisation à l'ambiante

##### Push-in/push-out sur fibres à 25°C

**Objectifs** Un des essais standards permettant de caractériser les micro-interfaces est l'essai de push-in/push-out. Ici, une fibre est poussée au travers d'une fine tranche de baguette Z. Les baguettes Z ont été préférées aux baguettes X/Y car leur section est plus régulière, favorisant la rectitude des fibres en leur sein. Cette section présente le dispositif expérimental et le protocole de mesure. Ensuite les résultats sont analysés et discutés.

**Dispositif expérimental** Une machine de nano-indentation a été modifiée afin de réaliser les essais de push-out sur fibres. La figure 3.19 présente un schéma du dispositif expérimental. Les pointes en diamant ont été remplacées par un effecteur conique avec un embout en diamant. La figure 3.20 présente l'effecteur et son embout en diamant. La surface en contact est l'extrémité tronquée du cône, soit un disque de diamètre de  $5\mu\text{m}$ . Les fibres à pousser ont un diamètre moyen de  $7\mu\text{m}$ , rendant les essais assez délicats à réaliser. Également, la forme conique assure une grande rigidité mais vient rapidement accoster le voisinage, limitant ainsi fortement la course des essais. L'échantillon est collé sur un support plein, les défauts de surface et de collage laissent cependant un espace suffisant pour le dégagement de la fibre. L'échantillon est une tranche de baguette Z polie. Les fibres sont orientées dans la direction normale à la tranche. L'épaisseur de la tranche est variable, avec un côté fin et un côté épais. Plusieurs essais sont possibles par échantillon, permettant de tester diverses épaisseurs. Pour l'acquisition, le système initial du nano-indentateur a été conservé : l'effort maximum est de 20N et la course est de quelques microns. L'appareil suit une consigne de force en trapèze avec un palier de maintien. Un pilotage de ce type, implique que la mesure ne sera efficace que jusqu'à la rupture de l'interface. En effet, tant que la fibre glisse, l'effort est maintenu et les paliers de frottement ne peuvent donc pas être observés. Ceci constitue une limite intrinsèque au moyen d'essai.

**Essais et observations** La figure 3.21 présente des observations faites au MEB après des essais de push-out. L'image de gauche met en avant le phénomène d'accostage dû à la forme de la pointe. L'essai n'est pas retenu, il est trop complexe pour être exploité car la fissuration s'est propagée bien au-delà de l'interface autour de la fibre poussée. La figure de droite montre un essai avec peu d'endommagement sur le voisinage, qualifié de réussi. Les essais ont été interrompus avant d'atteindre la course du dispositif afin d'éviter que la pointe n'accoste le voisinage. Dans ce cas, la fibre semble revenir à sa position initiale après l'essai lors du retrait de la pointe. Les observations sur le côté opposé des échantillons ne montrent pas de fibre ressortie. Les essais réalisés sont en réalité du push-in, la décohésion n'ayant pas traversé totalement l'épaisseur de l'échantillon. La transition push-in vers push-out s'obtient en diminuant l'épaisseur de l'échantillon. Cependant, des épaisseurs plus fines ont provoqué des ruptures par flexion, signe d'interfaces fortes. Ainsi, les limites du dispositif et la grande résistance des interfaces ne permettent pas de réaliser des essais satisfaisants de push-out, mais seulement des essais de push-in sur fibres.

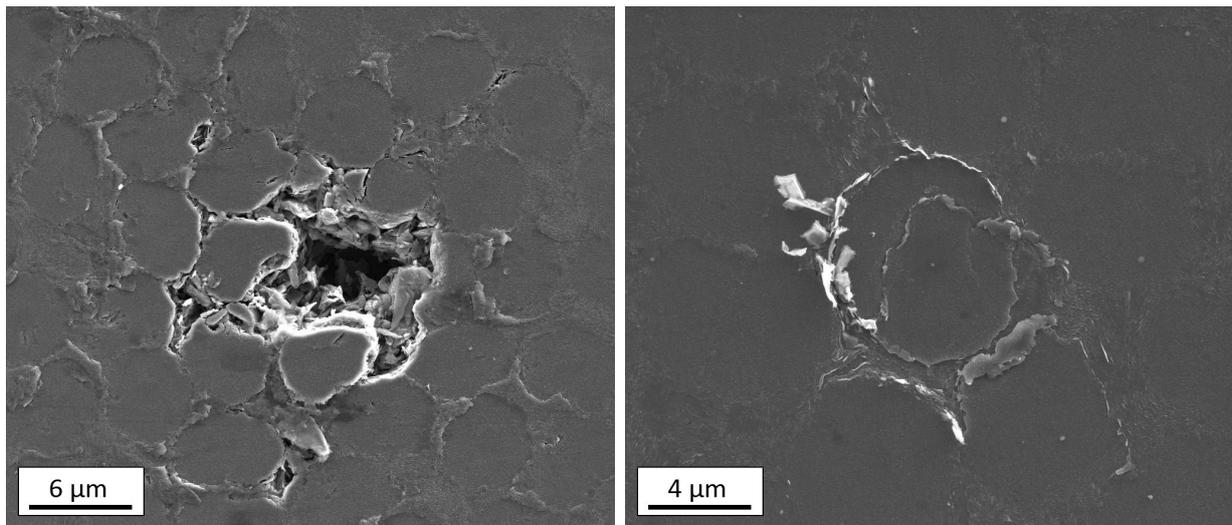


FIGURE 3.21 – Observations MEB en surface après des essais de push-in sur un échantillon de 0.090mm. À gauche, un essai avec l'effet de l'accostage de la pointe sur le voisinage. À droite, un essai réussi laissant un endommagement relativement réduit.

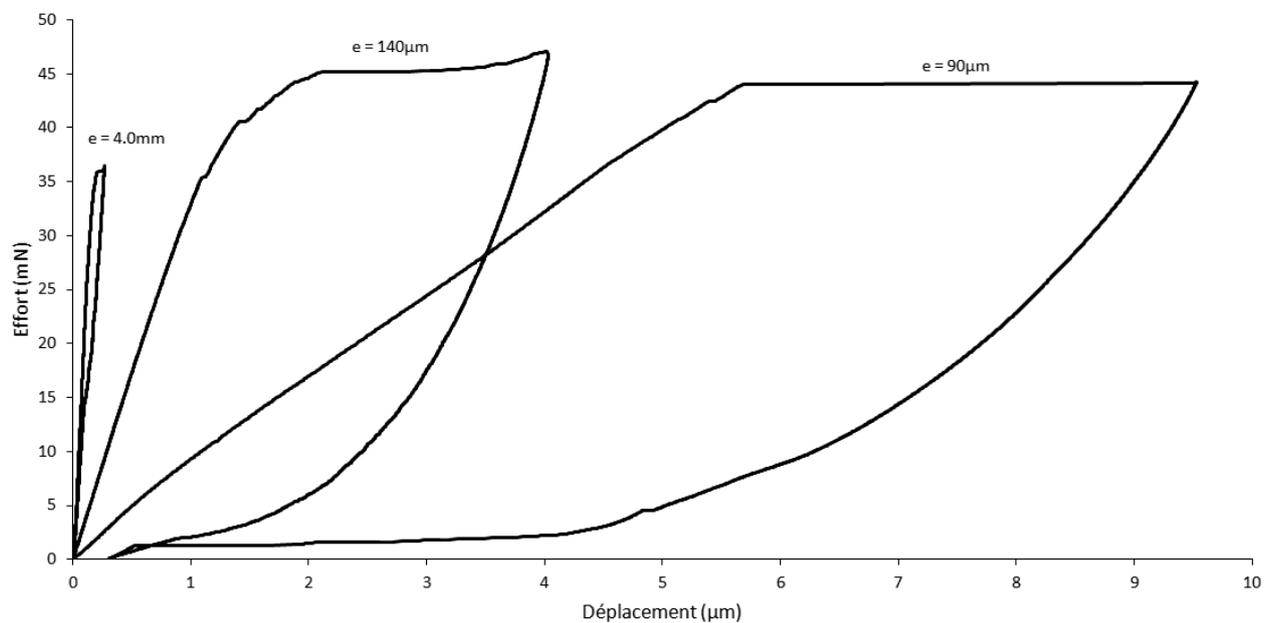


FIGURE 3.22 – Essais de push-in sur des échantillons d'épaisseurs de 0.090mm, 0.140mm et 4.0mm.

**Exploitation des essais de push-in** La figure 3.22 présente 3 courbes représentatives des essais de push-in pour des épaisseurs de 90 $\mu\text{m}$ , 0.14mm et 4.0mm. Des essais à différentes épaisseurs permettent de mettre en avant les mécanismes de rupture de l'interface. Différentes phases se dessinent. Une première phase est marquée par une réponse élastique, probablement due à la flexion. La pente de l'essai sur l'échantillon de 4.0mm est très élevée par rapport aux essais à 90 $\mu\text{m}$  et 0.14mm, la complaisance de la machine peut donc être négligée dans les analyses. La flexion est croissante avec la finesse de l'échantillon. Une seconde phase est l'initiation et la propagation de la décohésion le long de la fibre. L'initiation est visible dès le premier décrochement après la partie élastique, à 32mN pour l'épaisseur de 4.0mm, 35mN pour 0.14mm et 43mN pour 90 $\mu\text{m}$ , visiblement croissante avec la finesse de l'échantillon. Ce phénomène est probablement une conséquence de la flexion, provoquant une compression en surface et venant renforcer l'interface. La propagation de la décohésion, normalement marquée par une chute de l'effort, est ici masquée par le pilotage en force. La propagation de la décohésion n'est donc que très partiellement visible sur les courbes. De plus, la pointe vient rapidement accoster le voisinage, empêchant la décohésion de traverser complètement l'échantillon et masquant la dernière phase, le glissement avec frottement. L'accostage est visible sur la courbe de l'essai avec l'échantillon de 0.14mm, avec la reprise d'effort avant le retrait de la pointe.

**Bilan des essais** Les essais vont dans le sens d'une interface fibres/matrice forte comme pressenti lors de l'étude de la morphologie du 3D C/C (chapitre 1). Limité par les capacités du dispositif de push-out sur fibre, aucun essai n'a réussi à pousser avec succès une fibre au travers de l'épaisseur d'une tranche de baguette Z. Il est cependant possible d'estimer quelques caractéristiques de l'interface : une certaine valeur d'effort doit être atteinte pour initier la décohésion autour de la fibre. Rapporté au périmètre moyen, le critère de propagation est de 1.46N/mm. Dans le cas des échantillons fins, avec une sollicitation en compression-cisaillement causée par la flexion locale, cette valeur atteint 1.96N/mm. Il est difficile d'établir un lien entre ce critère et l'épaisseur du fait de la méconnaissance de la contrainte normale à l'interface. Il est également possible d'obtenir un ordre de grandeur de l'énergie de cohésion à l'interface. L'aire sous les courbes permet de minorer l'énergie nécessaire pour dégager une fibre à 152J/m<sup>2</sup>. N'ayant pas de coupe permettant d'estimer la profondeur de parcours de la décohésion, il est possible que l'énergie soit bien plus élevée. Il est également envisageable qu'une rupture par flambement de la fibre réduise davantage cette estimation. Le coefficient de frottement n'a pu être estimé, la phase de glissement n'ayant jamais été atteinte. Le fort rechargement sur le voisinage semble indiquer une interface fibres/matrice forte. Cependant, le dispositif utilisé montre rapidement ses limites pour la caractérisation des micro-interfaces. Même si certaines valeurs ont pu être extraites des résultats et certains mécanismes recensés, les données restent insuffisantes. L'énergie mesurée est approximative et le frottement n'a pu être observé. Une solution peut être un changement d'échelle, en poussant des faisceaux de fibres (bundles) au lieu de fibres seules. Cette alternative augmente la rigidité de l'élément poussé par rapport à la résistance globale de l'interface, changeant la prépondérance des mécanismes de rupture.

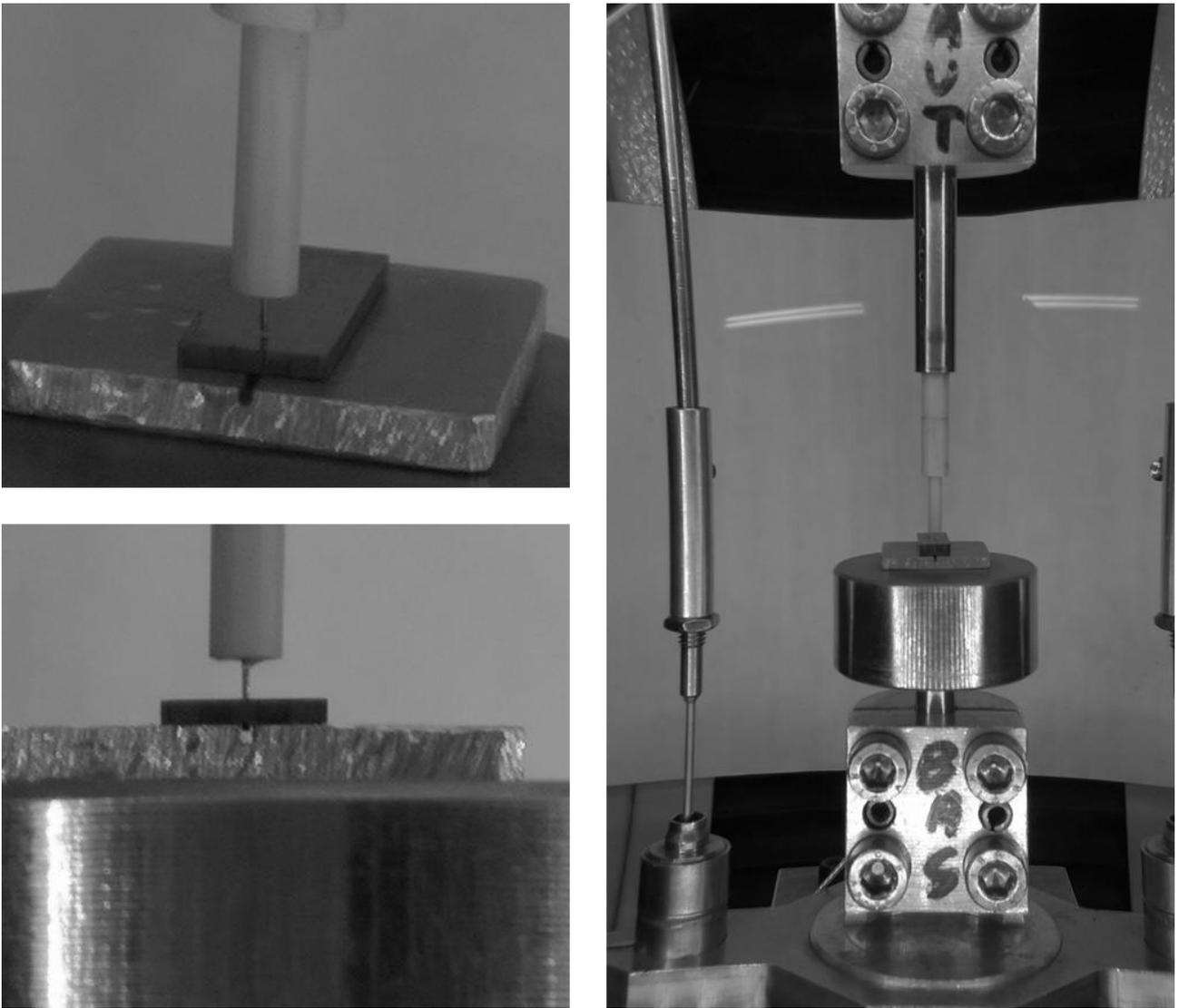


FIGURE 3.23 – Dispositif permettant la réalisation d'essais de push-out sur bundles.



FIGURE 3.24 – Effecteur utilisé lors d'essais de push-out afin de pousser des bundles de 200µm.

### Push-out sur bundles à 25°C

**Contexte et objectifs** Les essais de push-out sur fibres individuelles ont mis en avant une interface fibres/matrice apparemment forte. Ces essais ont été limités par une faible course et un pilotage en force. Cependant, les caractérisations n'ont pas permis de réaliser un essai complet de push-out et d'isoler tous les mécanismes et aucune mesure précise caractérisant cette interface n'a pu être établie. Passer des fibres aux bundles (faisceaux de fibres au sein d'une baguette) permet un saut d'échelle limitant l'effet de l'endommagement du voisinage par rapport aux mécanismes intéressants. En pratique, pousser des bundles permet aussi d'utiliser des outils de caractérisation plus facile d'utilisation, et de s'affranchir du pilotage en force d'un indenteur classique. Encore une fois, les baguettes Z ont été privilégiées pour les essais. Elles sont plus larges et de section plus régulière, limitant les effets de bord et la torsion interne des fibres.

**Dispositif expérimental** Le dispositif d'essai est similaire à celui de caractérisation des méso-interfaces à l'ambiante. Il est adapté sur une machine de traction/compression de marque MTS (figure 3.23). L'appareil est piloté en déplacement, avec lecture directe de l'effort au-dessus de l'effecteur. La course est de quelques mm avec une précision au  $\mu\text{m}$ , pour une détection de l'effort jusqu'à 300N avec une mesure au centième. Le mors supérieur permet la fixation par serrage d'une pointe de forme cylindrique (figure 3.24). La pointe utilisée pour pousser les bundles est un assemblage de tubes d'alumine, autour d'un fil rectiligne en tungstène de  $200\mu\text{m}$  de diamètre. L'effort est transmis le long du fil rectiligne jusqu'à la surface d'une baguette Z ( $800\mu\text{m}\times 800\mu\text{m}$ ) afin de décrocher un bundle de la forme de la pointe. L'assemblage de tubes de diamètres croissants collés autour permet d'éviter le flambement du cœur métallique. Ceci permet également de garantir un bon positionnement par centrage long. Le mors inférieur est équipé d'une plate-forme permettant de déposer un échantillon et son support, capable de supporter les efforts dus aux essais. Le support est une plaque en aluminium dans laquelle a été usinée une encoche de  $300\mu\text{m}$  de large pour  $500\mu\text{m}$  de profondeur. L'échantillon est préparé de sorte à avoir plusieurs baguettes Z dans le sens de l'épaisseur afin d'effectuer une série d'essais. La longueur de l'encoche permet d'aligner et de coller plusieurs baguettes Z afin de multiplier les essais. La largeur laisse une marge de centrage suffisante pour la localisation des baguettes et la visée des essais. La profondeur laisse ressortir les bundles sur une course de plusieurs centaines de microns, suffisante pour observer les différents mécanismes.

**Protocole expérimental** Les échantillons sont extraits sous forme de fines tranches. Les baguettes Z sont orientées suivant l'épaisseur de la tranche. Les échantillons couvrent des épaisseurs allant de quelques centaines de microns à plusieurs millimètres, ceci permet d'évaluer la dépendance des mécanismes envers ce paramètre d'essai. Un polissage mécanique est réalisé en surface pour faire apparaître la structure de l'échantillon permettant d'améliorer la visée lors des essais. Lors des essais, un trapèze de déplacement est appliqué en consigne avec une mesure de l'effort au-dessus de la pointe. Les essais sont réalisés à la vitesse de  $50\mu\text{m}/\text{min}$  et les mesures sont effectuées toutes les secondes. L'amplitude du déplacement peut aller jusqu'à plusieurs centaines de microns. Lors d'un essai cyclé, les trapèzes de déplacements sont croissants. Les micrographies (optiques ou électroniques) des échantillons, dessus et dessous, ainsi qu'avant et après les essais aident à retracer le déroulement des essais. Également, des vues en coupe réalisées post-mortem passant par le centre du bundle décroché permettent de comprendre les mécanismes au sein du matériau. Enfin, les mesures sont traitées numériquement. Les courbes sont lissées pour retirer le bruit du capteur, à l'aide d'une approximation polynomiale locale sur fenêtre glissante évitant toute distorsion du signal. Le dispositif et le protocole expérimental sont davantage détaillés en annexe B.

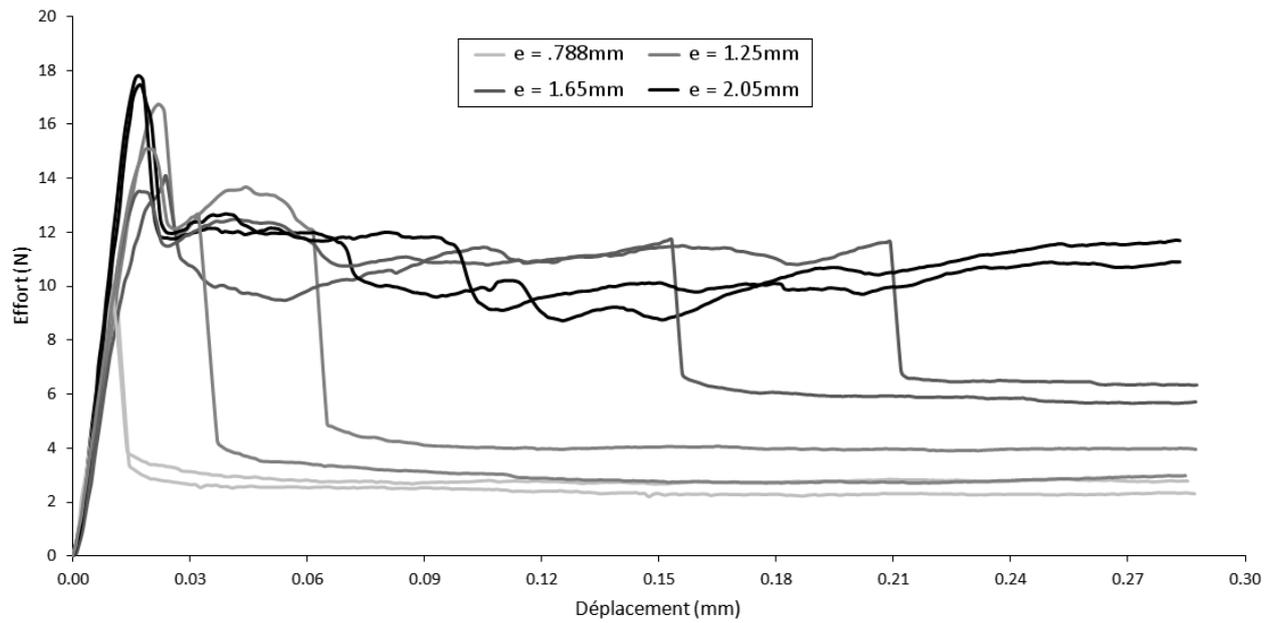


FIGURE 3.25 – Courbes effort-déplacement issues d'essais de push-out sur bundles de 200µm à différentes épaisseurs.

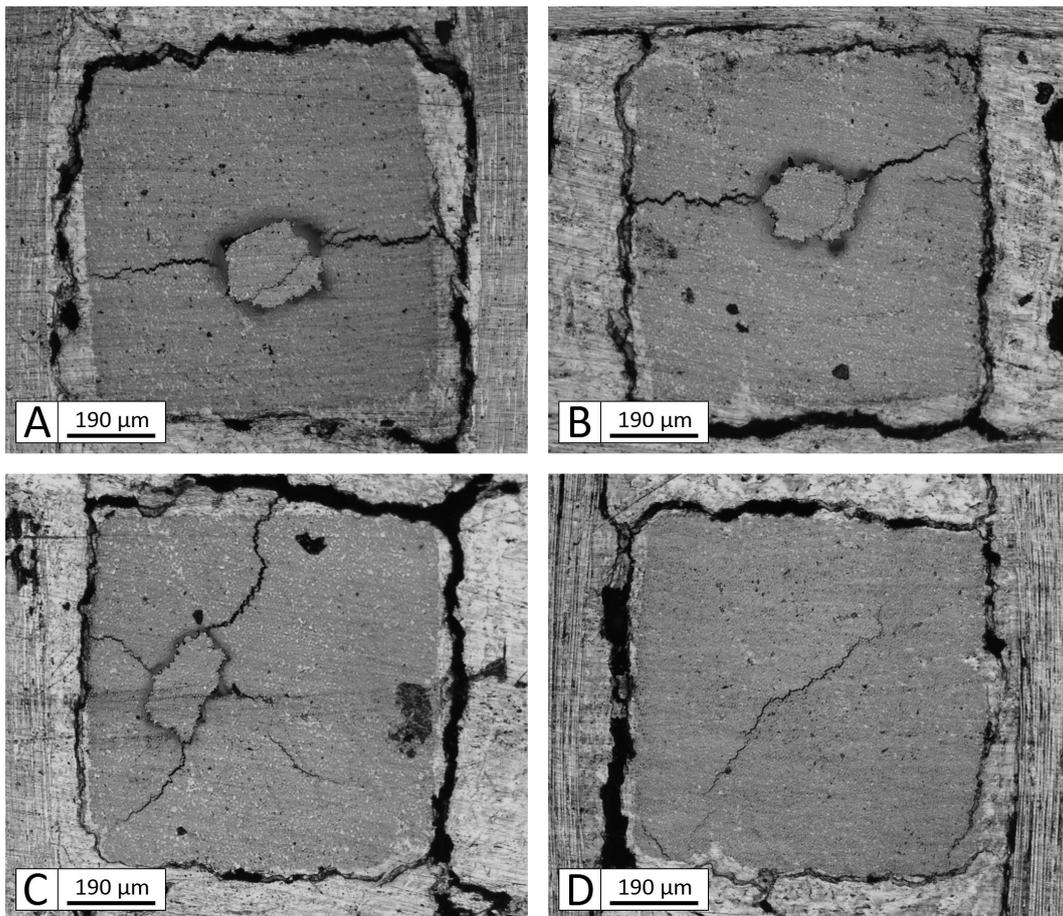


FIGURE 3.26 – Faces inférieures des échantillons après essais de push-out sur bundles de 200µm à différentes épaisseurs. A : e=0.788mm, B : e=1.25mm, C : e=1.65mm et D : e=2.05mm.

**Essais monotones** Les figures 3.25 et 3.26 présentent respectivement des observations de surface et des courbes effort-déplacement représentatives d'essais de push-out sur bundles de 200 $\mu$ m de diamètre à différentes épaisseurs. Tout d'abord, les échantillons fins (0.788mm) présentent une faible résistance, avec une rupture rapide à des efforts relativement faibles ( $F < 10$ N). Un pic d'effort est observé, correspondant à la rupture complète du bundle, suivi d'un palier de glissement avec frottement. Du côté où l'effort est appliqué, la forme du bundle correspond à celle de la pointe et une fissuration transverse est observée en surface. De l'autre côté de l'échantillon, la section du bundle détaché est proche de celle de la pointe et les fissures transverses sont retrouvées. Les fissures semblent traverser l'épaisseur de l'échantillon. Ces fissures n'apparaissent pas au début des essais mais plutôt dans les phases avancées. Les échantillons plus épais (1.25mm et 1.65mm) présentent une étape intermédiaire entre le pic d'effort et le palier de frottement : un palier d'effort autour de 12N avec des ressauts. La longueur de ce palier est une fonction croissante avec l'épaisseur. L'effort maximal semble converger vers 17-18N. Le palier de frottement augmente proportionnellement avec l'épaisseur. Avec une épaisseur de 1.65mm, la forme du bundle de l'autre côté de l'échantillon est assez différente de celles observées à des épaisseurs inférieures. Également, la baguette est moins fissurée que lors des essais avec une épaisseur de 0.788mm. Enfin, pour un échantillon épais (ici 2.05mm) il n'y a pas de palier de frottement et le bundle ne ressort pas de l'autre côté. Les observations sur la face supérieure de l'échantillon mettent en avant beaucoup de fissuration transverse au niveau de la baguette et le bundle poussé est également très endommagé.

**Coupes transverses** La figure 3.27 présente des coupes transverses réalisées post-mortem pour différentes épaisseurs. Tout d'abord, les bundles extraits des échantillons fins ( $< 1.5$ mm) ont une section régulière et proche de celle de la pointe. Autour de 1.5mm d'épaisseur, les essais permettent encore de dégager des bundles, mais avec une section inférieure différente. Ceci est probablement dû à la torsion des fibres à l'intérieur des baguettes. Au-delà de cette épaisseur, les bundles présentent des ruptures en compression à l'intérieur de l'échantillon. La fissuration transverse des baguettes est particulièrement marquée pour les épaisseurs inférieures à 1mm. Ceci est probablement une conséquence d'une forte flexion locale et d'une propagation brutale. L'influence de l'épaisseur met en avant les différents mécanismes de rupture en concurrence lors des essais : la rupture en flexion de l'échantillon, la rupture de l'interface (critique ou avec propagation stable) et la rupture en compression du bundle. L'effet Poisson ne semble pas intervenir dans les mécanismes, compte tenu de la grande rigidité des fibres. La rupture en compression des bundles est probablement causée par des micro-flambements locaux.

**Scenarii de rupture** Les essais présentent en général 4 phases : une phase chargement, une phase d'amorçage, une phase de propagation et une phase de glissement (figure 3.28). Le chargement est la partie linéaire initiale. Cette réponse élastique correspond à la flexion locale de la baguette. Lorsque l'effort atteint entre 15 et 17N, la décohésion s'amorce avec une chute brute jusqu'à environ 12N. La décohésion autour du bundle est initiée et commence à se propager. Ces valeurs sont plus faibles pour des échantillons fins ( $< 1$ mm). La forte chute de l'effort est le résultat de la propagation de la décohésion de long de l'interface. La longueur de décohésion initiale semble être une fonction de la complaisance machine et des propriétés matériaux. Des essais interrompus ont permis d'estimer cette longueur, elle est de l'ordre de la période de tissage du matériau, soit 1mm. Pour les échantillons suffisamment épais, il s'en suit une phase de propagation stable de la décohésion. La partie décohérée du bundle glisse par compression, avec une augmentation de l'effort probablement due au frottement. Elle est marquée par des sauts et des rechargements. Enfin lorsque la décohésion s'est propagée à travers l'épaisseur de l'échantillon, un palier de glissement avec frottement est observé. En rapportant l'effort à la surface du bundle, une contrainte de frottement de 5-7MPa est obtenue.

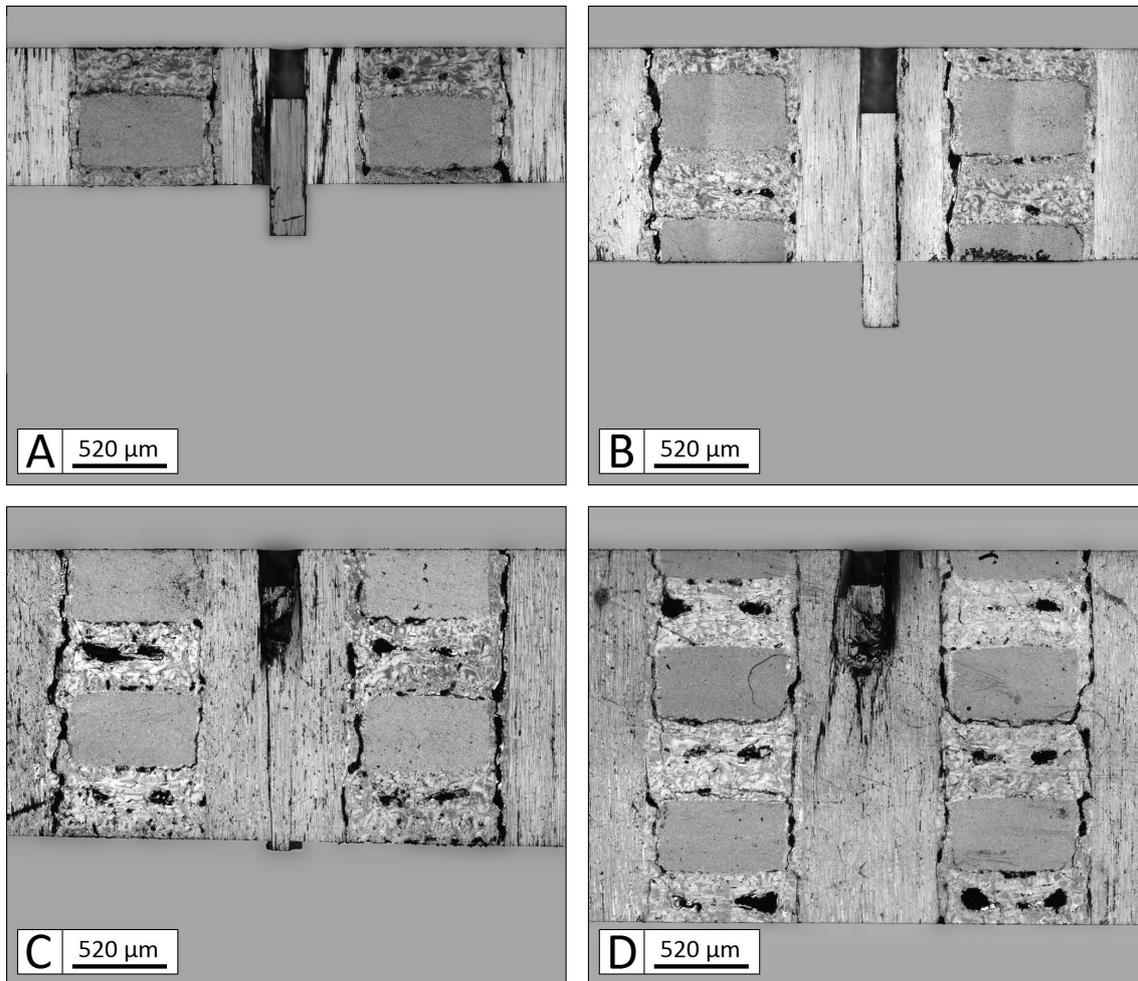


FIGURE 3.27 – Coupes transverses des échantillons après essais de push-out sur bundles de 200µm à différentes épaisseurs. A :  $e=0.788\text{mm}$ , B :  $e=1.17\text{mm}$ , C :  $e=1.65\text{mm}$  et D :  $e=2.08\text{mm}$ .

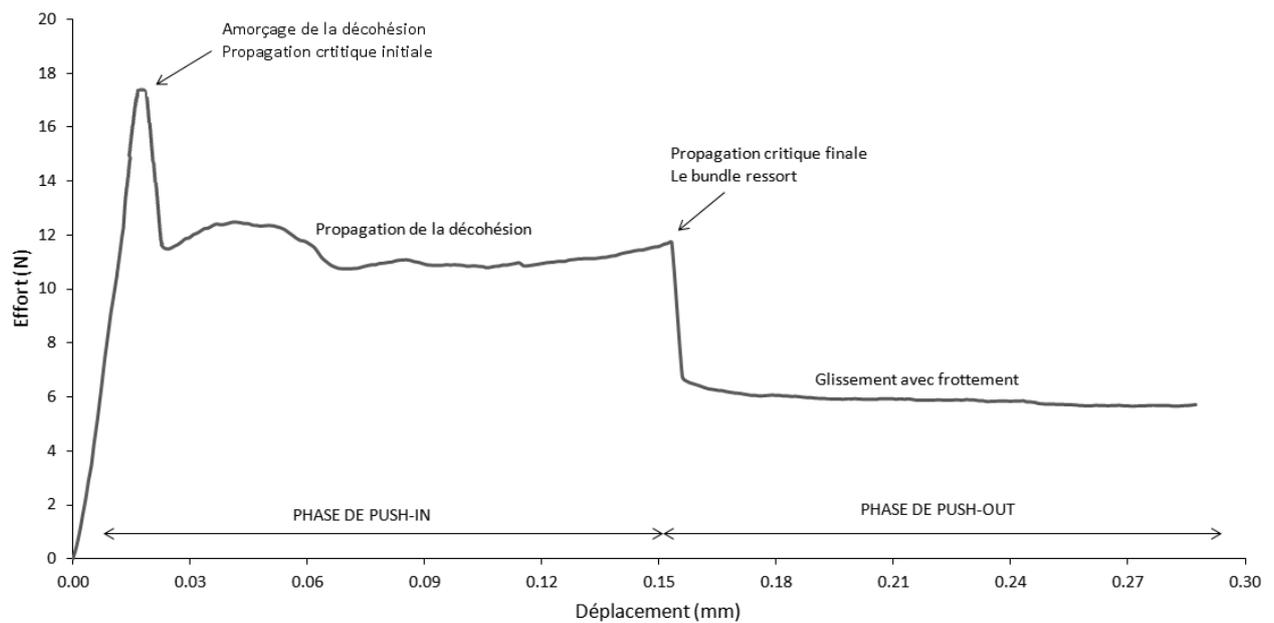


FIGURE 3.28 – Push-out sur bundles de 200µm avec un échantillon de 1.7mm d'épaisseur.

Les paliers de frottement observés sont constants, malgré le fait que la surface du bundle en contact avec l'échantillon diminue : les bundles ont une section proche de celle de la pointe et il est probable que la pointe remplace progressivement le bundle et frotte à son tour au sein de la baguette.

**Essais cyclés** Les figures 3.29, 3.30, 3.31 et 3.32 présentent des essais cyclés sur des échantillons de 0.788mm, 1.25mm, 1.65mm et 2.05mm d'épaisseurs respectives. Ces essais cyclés à différentes épaisseurs permettent de vérifier les mécanismes pendant les phases de propagation et de glissement par l'analyse des boucles de charge/décharge. Tout d'abord, la figure 3.29 (épaisseur de 0.788mm) montre des cycles très fermés, signe d'un simple glissement avec frottement du bundle. Le premier cycle est très légèrement ouvert, probablement une réponse élastique en compression du bundle sur sa partie encore en contact avec l'échantillon. La finesse de l'échantillon provoque clairement une rupture immédiate de l'interface. La figure 3.30 (épaisseur de 1.25mm) ne présente que peu de différence avec la précédente. L'épaisseur est suffisante pour limiter les effets de la flexion mais ne permet pas d'observer la phase de propagation de la décohésion. Cependant, le premier cycle sur la partie élastique confirme sa quasi-réversibilité. Sur la figure 3.31, l'épaisseur est suffisante (1.65mm) pour faire apparaître une phase de propagation de la décohésion. Les cycles de la phase de propagation, marquée par le plateau à 12N, sont très ouverts. Ceci met en évidence la déformation du bundle en compression, avec un fort frottement autour de ce dernier. Après la propagation complète de la décohésion, les cycles redeviennent fermés, montrant un glissement similaire à ceux des épaisseurs inférieures. Enfin, la figure 3.32 présente un essai sur un échantillon épais (2.05mm) où le bundle est venu rompre en compression. La phase de rupture est probablement marquée par les larges boucles avec des formes très particulières. Ces essais cyclés permettent, avec les vues en coupe, d'identifier les différentes phases de la rupture des micro-interfaces lors d'essais de push-out sur bundles.

**Quantification des mécanismes** Au total, 6 campagnes de push-out ont été réalisées, chacune comportant 5 échantillons d'épaisseurs distinctes, et chaque échantillon permettant une dizaine d'essais environ. La grande quantité de données obtenue met en avant la forte dépendance des mécanismes de rupture envers l'épaisseur considérée. Différents scénarii de rupture de l'interface ont ainsi été établis. Quelques propriétés ont été estimées, comme l'effort de propagation à 12N, soit 19N/mm rapporté au périmètre des bundles. Également, la contrainte de frottement lors des phases de glissements a été estimée à 6.8MPa. L'énergie totale dissipée lors de l'essai peut également être caractérisée. Un modèle phénoménologique fonction de l'épaisseur des échantillons a permis d'estimer cette propriété. Le modèle et ses paramètres sont présentés en figure 3.33. Il identifie des points caractéristiques des essais (effort, déplacement) qui sont systématiquement collectés. Leurs évolutions respectives sont modélisées (figures 3.35 et 3.36) et permettent d'estimer les variations d'énergie totale. La figure 3.34 présente l'énergie totale, rapportée à la surface du bundle, en fonction de l'épaisseur. Elle semble converger autour de 2700J/m<sup>2</sup> au-delà de 1.6mm, soit deux périodes de tissage (suivant Z). La limite à rupture en compression du bundle de 200µm, non intégrée dans ce modèle, intervient à partir de 2.0mm. Une deuxième transition est mise en avant, autour de 0.8mm, soit une période de tissage. Il s'agit de l'apparition d'un palier de propagation, en plus des phases de propagation critique. Au-delà de cette épaisseur, la rigidité semble limiter la flexion de l'échantillon et fait converger les caractéristiques de l'interface. La flexion semble avoir un effet très important sur le comportement de l'interface. Elle peut provoquer un état local de compression à l'interface, renforçant alors sa tenue mécanique au cisaillement. Ainsi, le push-out sur bundles a permis de caractériser le comportement des micro-interfaces en cisaillement à l'ambiante. L'étude peut être poursuivie en température.

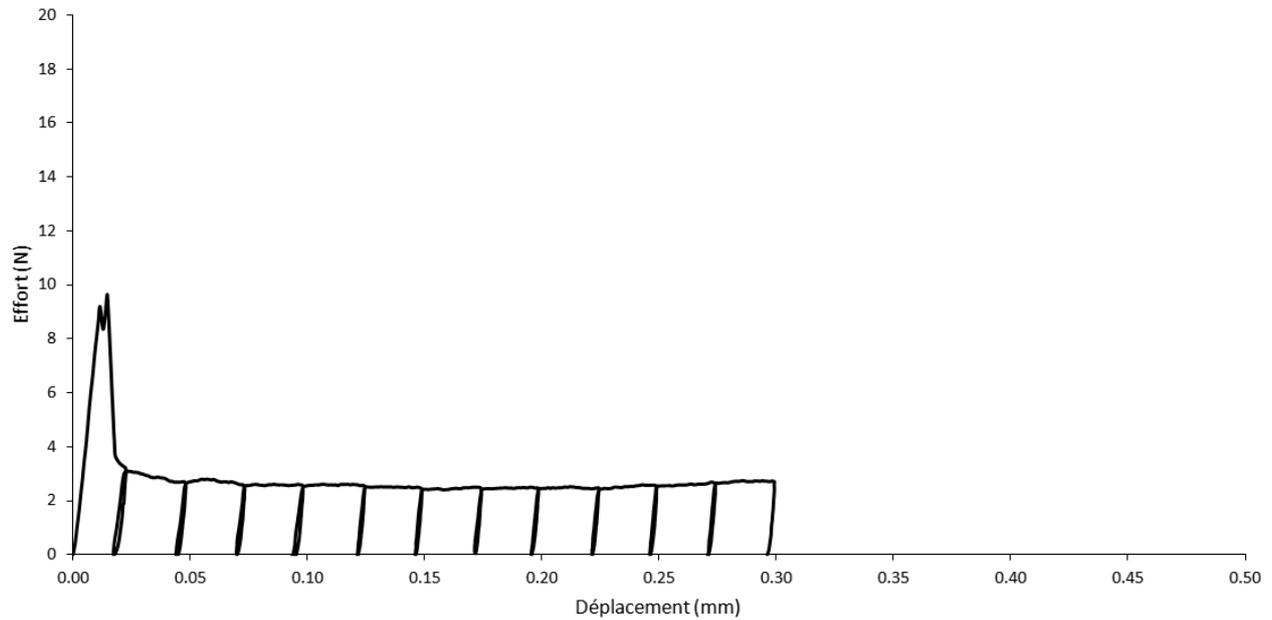


FIGURE 3.29 – Courbe contrainte-déplacement issue d'un essai cyclé de push-out sur bundle  $200\mu\text{m}$  avec un échantillon de  $0.79\text{mm}$ .

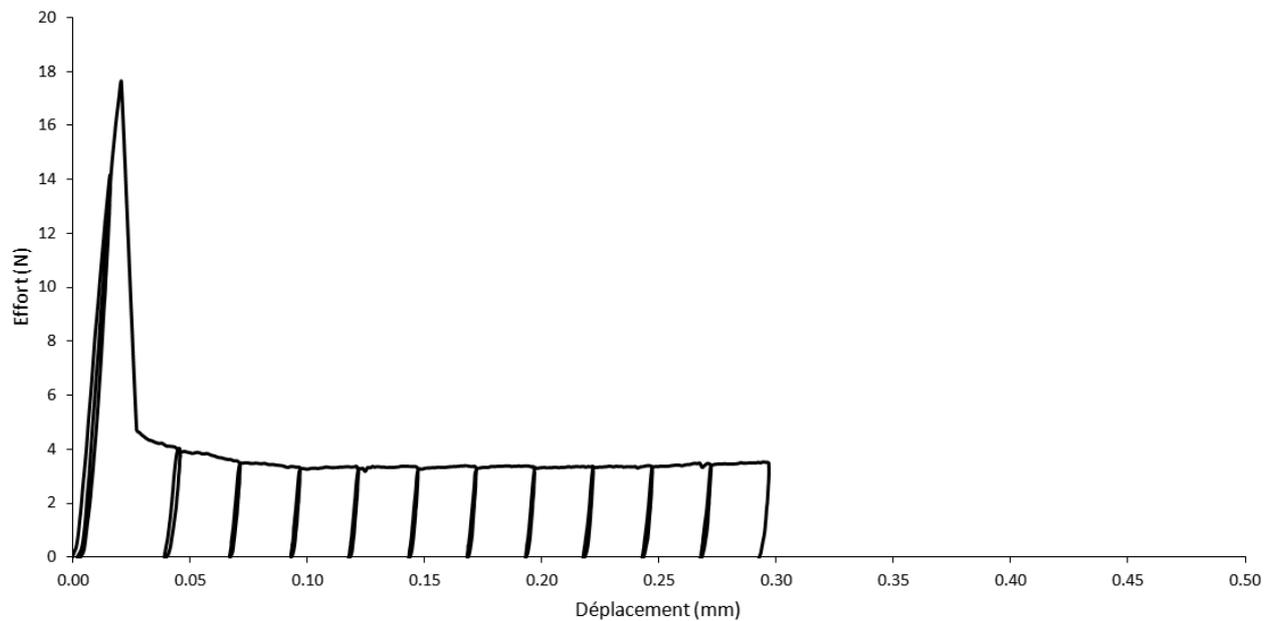


FIGURE 3.30 – Courbe contrainte-déplacement issue d'un essai cyclé de push-out sur bundle  $200\mu\text{m}$  avec un échantillon de  $1.3\text{mm}$ .

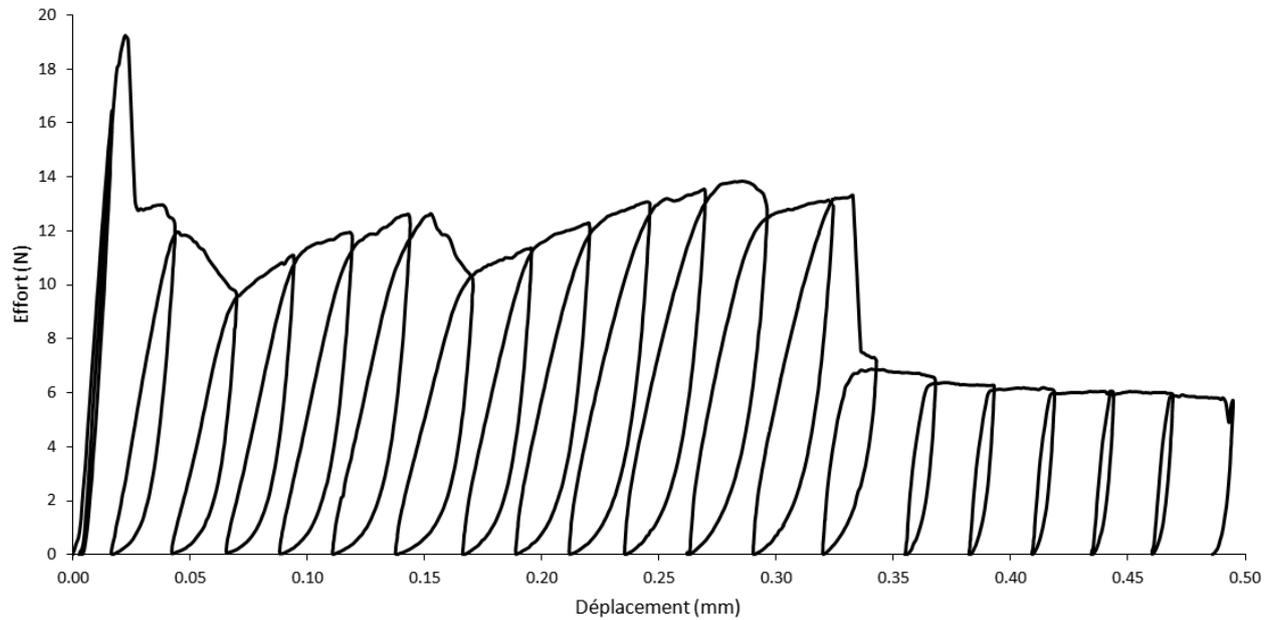


FIGURE 3.31 – Courbe contrainte-déplacement issue d'un essai cyclé de push-out sur bundle 200 $\mu$ m avec un échantillon de 1.7mm.

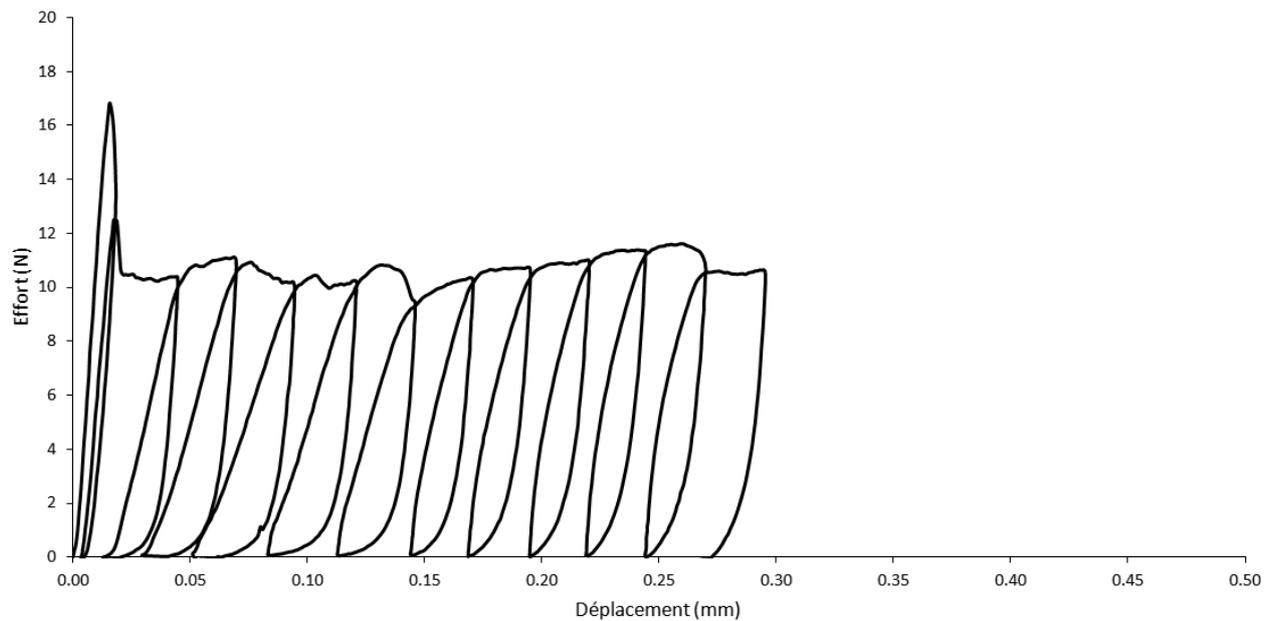


FIGURE 3.32 – Courbe contrainte-déplacement issue d'un essai cyclé de push-out sur bundle 200 $\mu$ m avec un échantillon de 2.1mm.

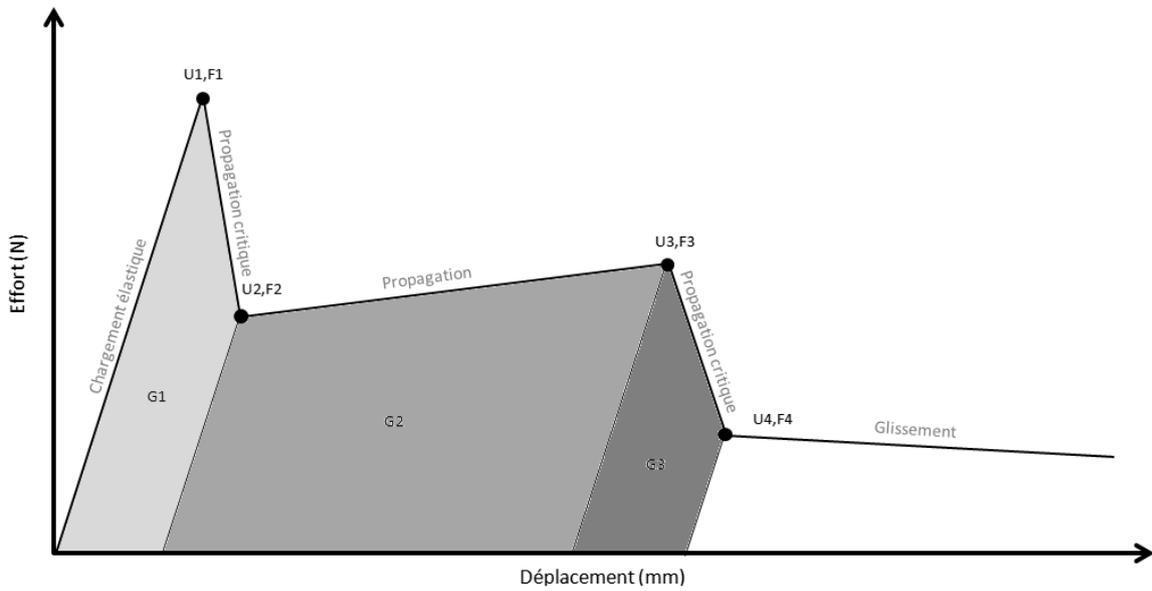


FIGURE 3.33 – Présentation du modèle phénoménologique et de ses différents paramètres.

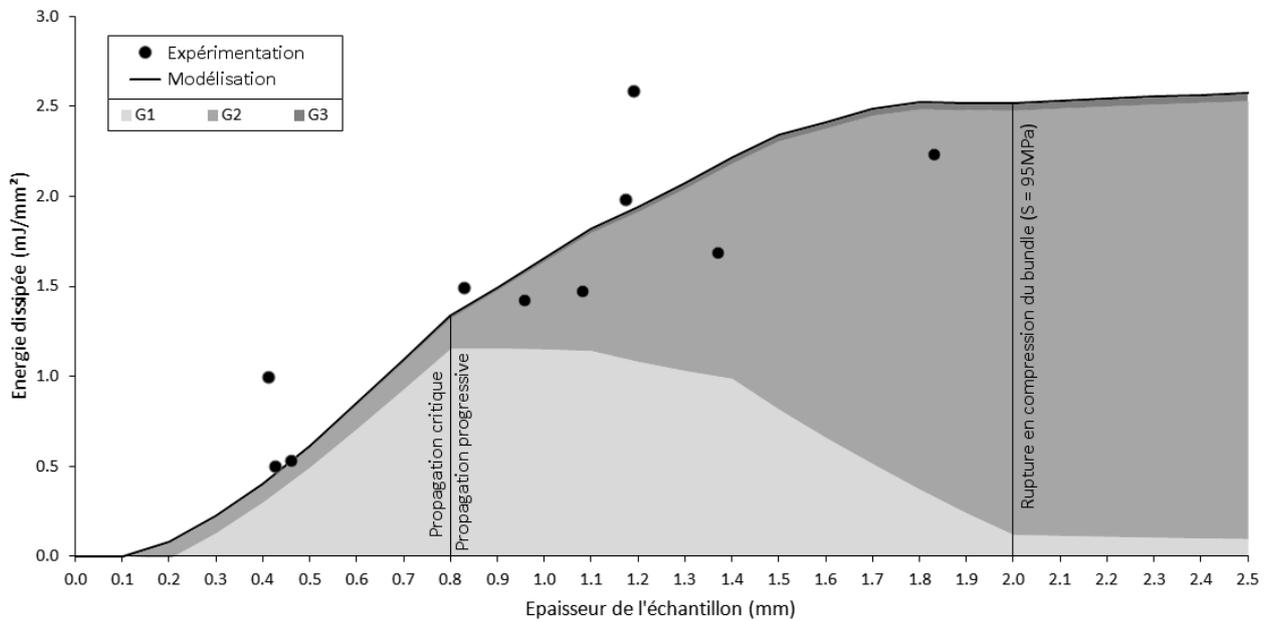


FIGURE 3.34 – Calcul de l'énergie dissipée totale d'après le modèle et confrontation aux valeurs expérimentales.

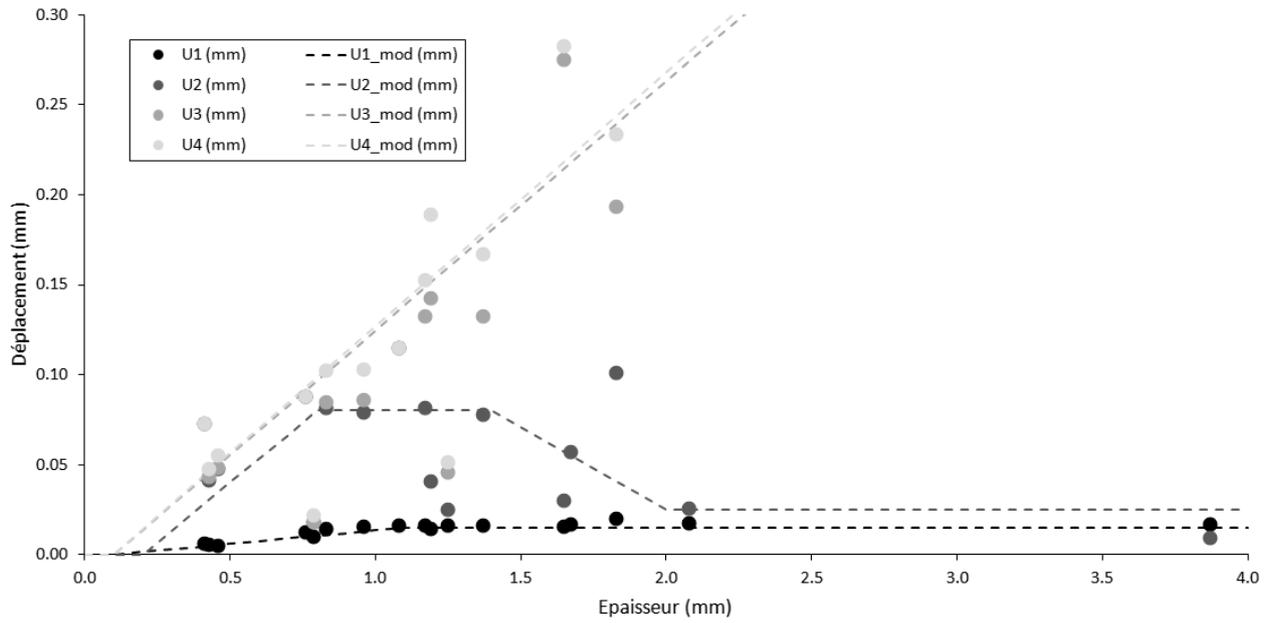


FIGURE 3.35 – Identification des paramètres de déplacement du modèle.

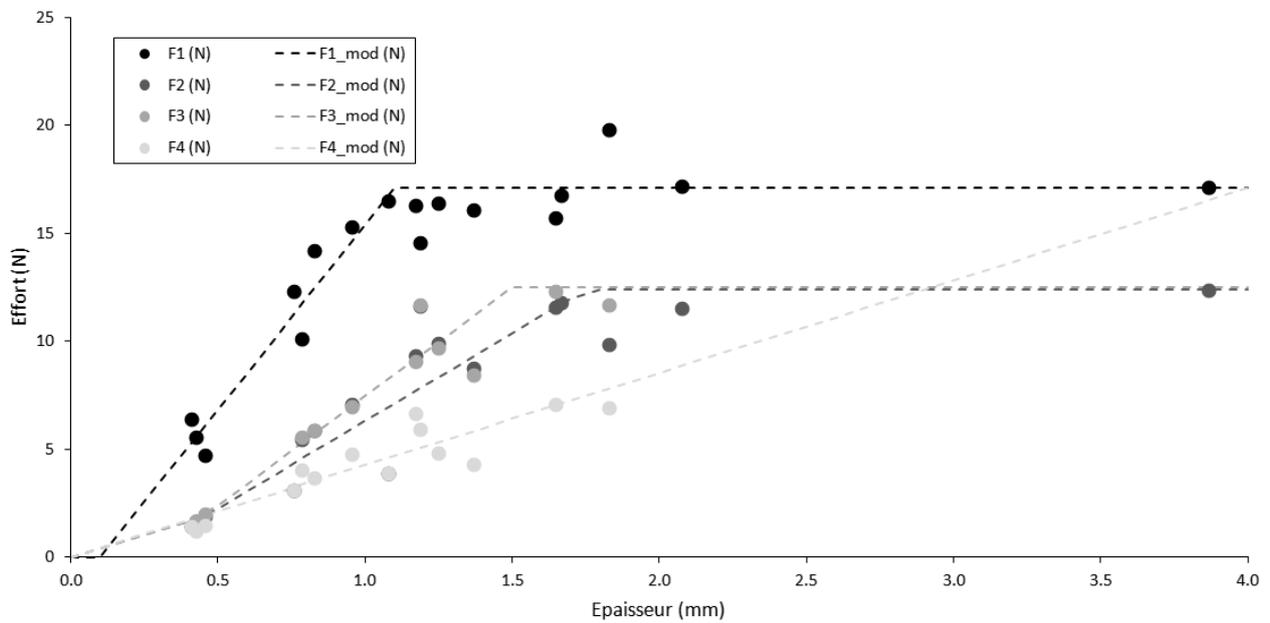


FIGURE 3.36 – Identification des paramètres d'effort du modèle.

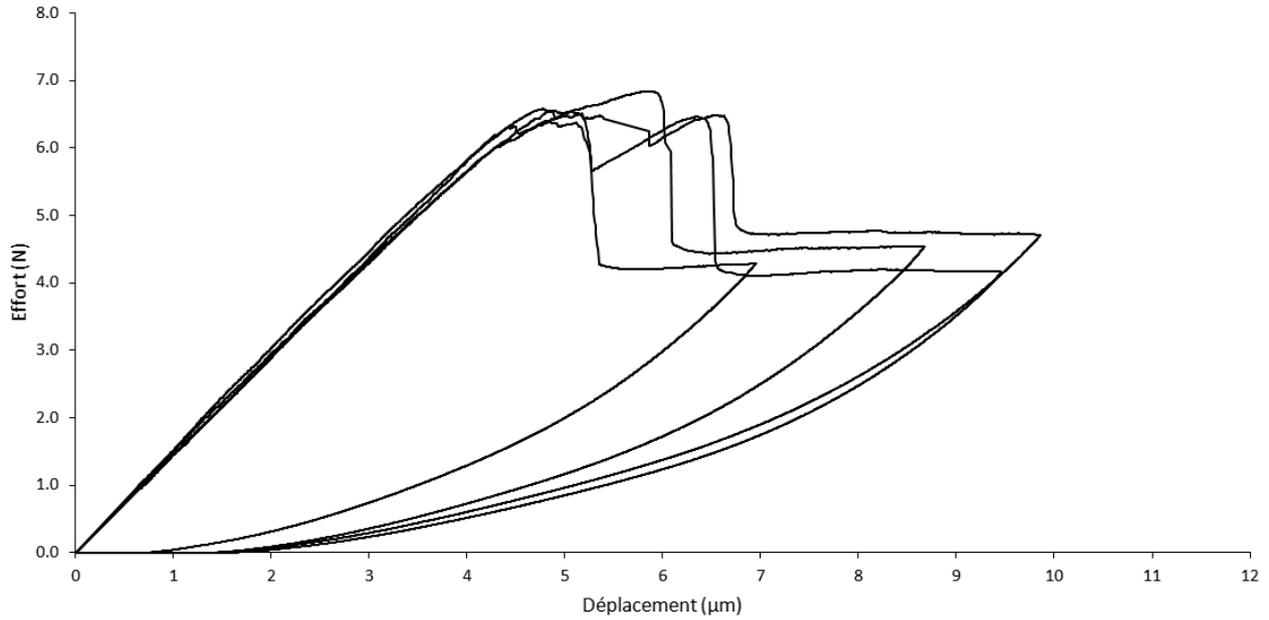


FIGURE 3.37 – Courbe contrainte-déplacement issue d'essais de push-out sur bundles de  $100\mu\text{m}$  de  $25^\circ\text{C}$  sur un échantillon épais de  $712\mu\text{m}$ .

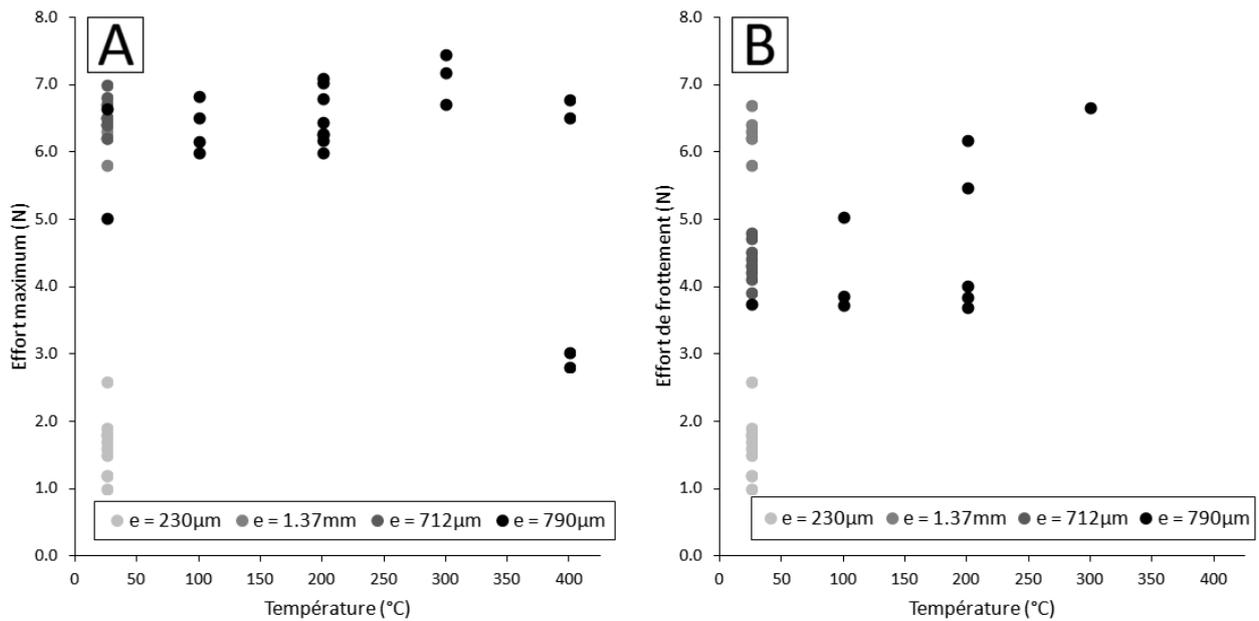


FIGURE 3.38 – Essais de push-out sur bundles de  $100\mu\text{m}$  de l'ambiante à  $400^\circ\text{C}$ . Effort maximum (A) et effort de frottement (B) en fonction de la température.

### 3.3.2 Influence de la température

#### Push-out sur bundles 400°C (nano-indenteur modifié)

**Dispositif et protocole expérimental** Le dispositif de nano-indentation, modifié jusque-là pour effectuer du push-out sur fibres, a été adapté pour pousser des bundles de 100µm de diamètre. Une pointe similaire, conique tronquée, avec un embout en diamant a été utilisée. Le dispositif souffre donc des limites observées lors du push-out sur fibres, la forme de la pointe vient rapidement accoster le voisinage du bundle. La course des essais est donc réduite à quelques microns. Par contre, le fonctionnement du système a été modifié afin de passer d'un pilotage en force à un pilotage en déplacement. Également, un système de chauffage est utilisé pour porter l'échantillon jusqu'à 400°C, sous air. Le protocole est similaire à celui du push-out sur bundles à l'ambiante. Une fine tranche de matériau est découpée et polie mécaniquement. Les baguettes Z, plus larges que les baguettes X/Y ont été choisies comme candidates au push-out. Elles sont donc placées suivant l'épaisseur de l'échantillon. Ce dernier est collé sur un support plan. Il n'y a pas d'encoche permettant le dégagement des bundles, l'épaisseur de collage est suffisante compte tenu de la course du dispositif. L'échantillon est ensuite porté à la température désirée et l'essai est réalisé.

**Essais à l'ambiante** La figure 3.37 présente des essais représentatifs de push-out à l'ambiante sur un échantillon de 712µm. Plusieurs phases sont visibles sur les courbes. Tout d'abord, le chargement élastique réversible jusqu'à 4-5µm est dû à la complaisance machine et à la réponse en flexion/compression de l'échantillon. Ensuite, un léger plateau de longueur variable (environ 2µm) est observé vers 6-7N. L'effort maximum rapporté au périmètre est quant à lui de 20-22N/mm. L'énergie nécessaire à rompre l'interface rapportée à la surface est de 54J/m<sup>2</sup>. Enfin, la propagation complète de la décohésion est marquée par une chute brutale de l'effort suivi d'un plateau avec un effort quasi-constant. Ce plateau permet d'estimer le frottement à 20MPa. En comparaison avec les essais sur bundles effectués à l'aide d'une pointe en tungstène de 200µm, seul le pic initial d'effort semble manquer. Il a été observé que certaines caractéristiques du dispositif expérimental peuvent influencer les essais. Plus la complaisance machine est grande, plus une quantité importante d'énergie sera fournie lors des phases de propagation critique. Aussi, plus le trou sous l'échantillon est petit, moins il y a de flexion et moins le pic initial est élevé. La machine de nano-indentation possède une complaisance très faible et l'échantillon est collé sur un support sans encoche, limitant au maximum la flexion. Au niveau des grandeurs quantitatives, il existe également des différences. Le frottement est trois fois plus important que pour les bundles de 200µm. L'énergie de propagation est nettement plus faible de plusieurs ordres de grandeur. Ces différences doivent pouvoir s'expliquer par la différence entre les moyens d'essai, des effets d'échelle liés à la taille du bundle ou encore la grande finesse des échantillons. Néanmoins, le critère de propagation de la décohésion est très proche.

**Effet de la température** La figure 3.38 synthétise les campagnes d'essais menées à l'ambiante comme en température (sous air). Deux valeurs ont été systématiquement relevées : le maximum d'effort correspondant au plateau de propagation et l'effort du palier de frottement. Malheureusement, la dispersion des essais est du même ordre de grandeur que les variations avec la température. Aussi, aucune tendance n'a pu être établie avec certitude. Quelques informations utiles sont cependant à extraire. Le critère d'amorçage, proportionnel à l'effort maximum varie peu avec la température (jusqu'à 400°C), mais aussi avec l'épaisseur. Seul l'échantillon le plus fin (230µm) voit cette valeur chuter, probablement à cause d'une trop grande flexion. Autre observation, le frottement présente une grande disparité. Aucune relation claire entre l'épaisseur et l'effort, ou encore la température et l'effort, ne semble transparaître à cette échelle. Une solution serait de s'intéresser à des bundles plus larges et à des températures plus élevées.

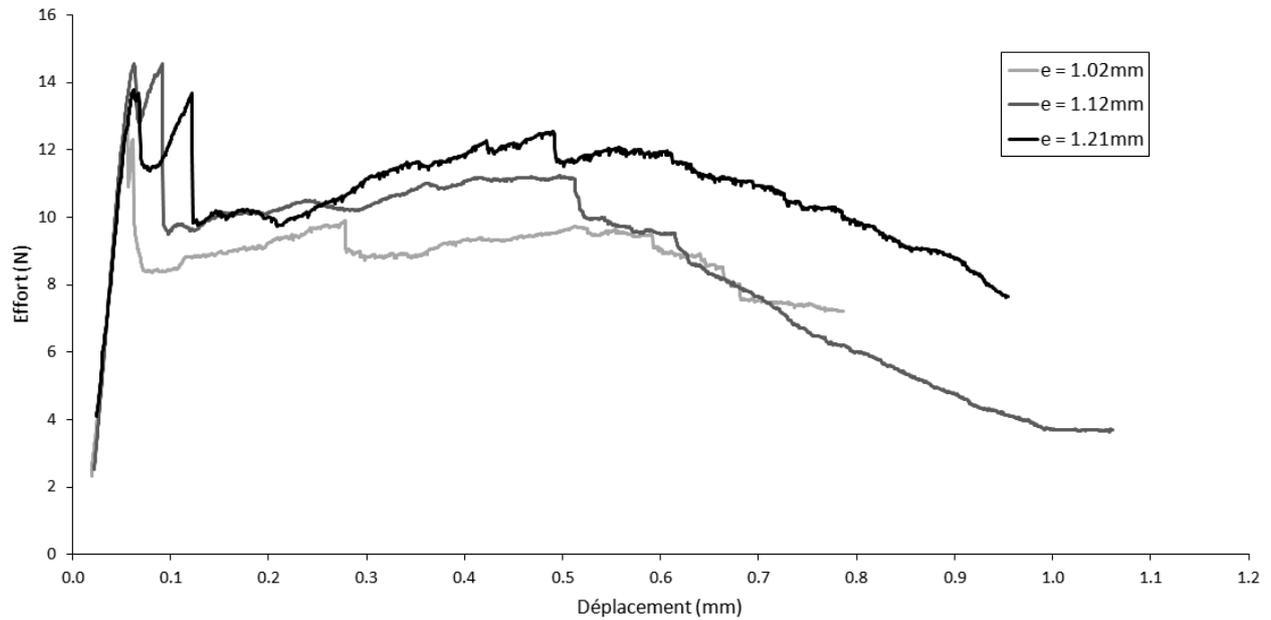


FIGURE 3.39 – Influence du dégazage sur des essais de push-out sur bundles à 25°C avec des échantillons de différentes épaisseurs.

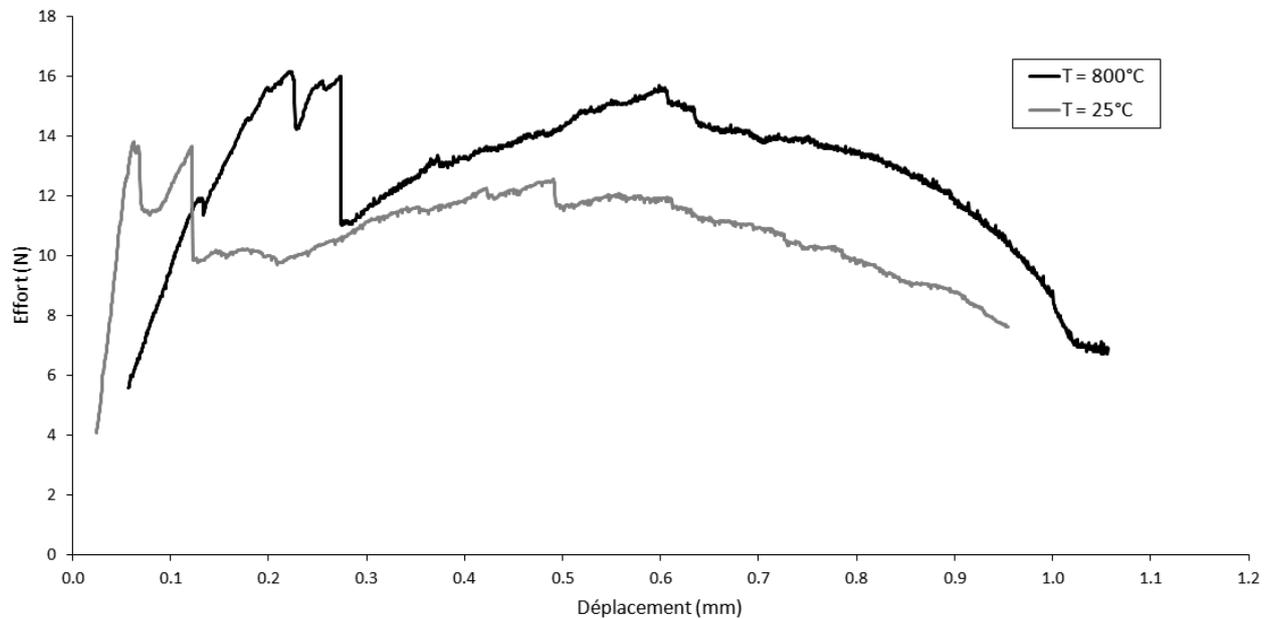


FIGURE 3.40 – Essais de push-out sur bundles sous vide à l'ambiante et à haute température sur des échantillons de 1.2mm.

### Push-out sur bundles HT

**Dispositif et protocole expérimental** Le dispositif expérimental est le même que celui utilisé pour le push-out sur baguettes HT (figure 3.12). Il permet de porter un échantillon jusqu'à 1200°C sous un vide secondaire ( $<10^{-4}$ mbar). Une pointe en tungstène, similaire à celle des essais à l'ambiante, vient pousser un bundle de 200µm au centre d'une baguette Z. L'annexe C rassemble davantage d'informations sur le dispositif expérimental. Les échantillons sont des fines tranches de composite polies mécaniquement. Les essais de push-out sont réalisés sur des baguettes Z, plus larges que les baguettes X/Y. Ces dernières sont donc orientées dans le sens de l'épaisseur des tranches. Il a été montré que les mécanismes en jeu sont fonction de l'épaisseur, plusieurs épaisseurs seront donc considérées. Le protocole est similaire à celui utilisé pour les baguettes. Les échantillons sont placés individuellement dans le four et centrés. La pointe est ensuite alignée. Les protections thermiques sont ajoutées et l'enceinte est fermée. Le vide est réalisé via un groupe de pompage. Une fois un vide secondaire atteint, le four résistif est porté à haute température à l'aide d'une alimentation reliée à un thermocouple type K au centre du four. Ensuite les essais sont réalisés ; ils peuvent être monotones comme cyclés. Les échantillons ne sont récupérés pour observation (microscopie) qu'après refroidissement et remise à l'air.

**Influence du dégazage** À l'instar des essais sur baguettes, le dégazage influence fortement le comportement lors des essais. La figure 3.39 présente des essais à différentes épaisseurs, à 25°C et sur échantillon dégazés. Les différentes phases y sont retrouvées : le chargement élastique, une rupture brutale, une phase de propagation et une phase de glissement. La rupture présente ici 2 pics, probablement causés par la rupture du bundle en surface puis par la fissuration transverse de la baguette. Le plateau de propagation est légèrement plus bas en effort par rapport aux essais réalisés sous air. Ces différences peuvent s'expliquer par une pointe de conception différente et une complaisance machine également différente. La propagation de la décohérence est marquée par une augmentation de l'effort, probablement due à l'accroissement de la surface décohérée et frottante du bundle. La rupture finale et le début du glissement du bundle sont visibles avec le net décrochement suivi d'une réduction progressive de l'effort. Ce dernier est alors dû au frottement du bundle au sein de la baguette. La valeur du frottement apparaît multipliée par 3 par rapport à des essais sous air. L'effet lubrifiant des molécules adsorbées à l'interface dans des conditions standard semble encore une fois disparaître. Comme observé lors des essais sur baguettes Z, leur absence renforce alors considérablement le frottement au sein de l'interface microscopique.

**Influence de la température** La figure 3.40 présente des essais de push-out sur bundles réalisés à différentes températures sur des échantillons de même épaisseur (1.2mm). Ces essais ont été réalisés sur des échantillons dégazés, faute de pouvoir faire autrement. Tout d'abord, la différence de pente sur la partie élastique peut s'expliquer par l'effet de la température sur le dispositif. En première observation, le pic d'effort initial est passé de 14N à 16N. L'expansion thermique transverse des constituants peut augmenter cette compression et renforcer davantage l'interface. La contrainte transverse augmentant, le frottement est également plus important. Ceci s'observe sur le palier de propagation et sur le palier de frottement. Une usure plus importante est néanmoins observée lors du glissement. Enfin, le critère de propagation de la décohérence à 12N, visible au tout début du palier de propagation, ne semble pas affecté. Ainsi, la température semble augmenter l'état de contrainte transverse dans les baguettes avec l'expansion thermique des micro-constituants. Par conséquent, ceci augmente le pic initial et le frottement, renforçant alors l'interface, mais sans modifier les mécanismes observés à température ambiante.

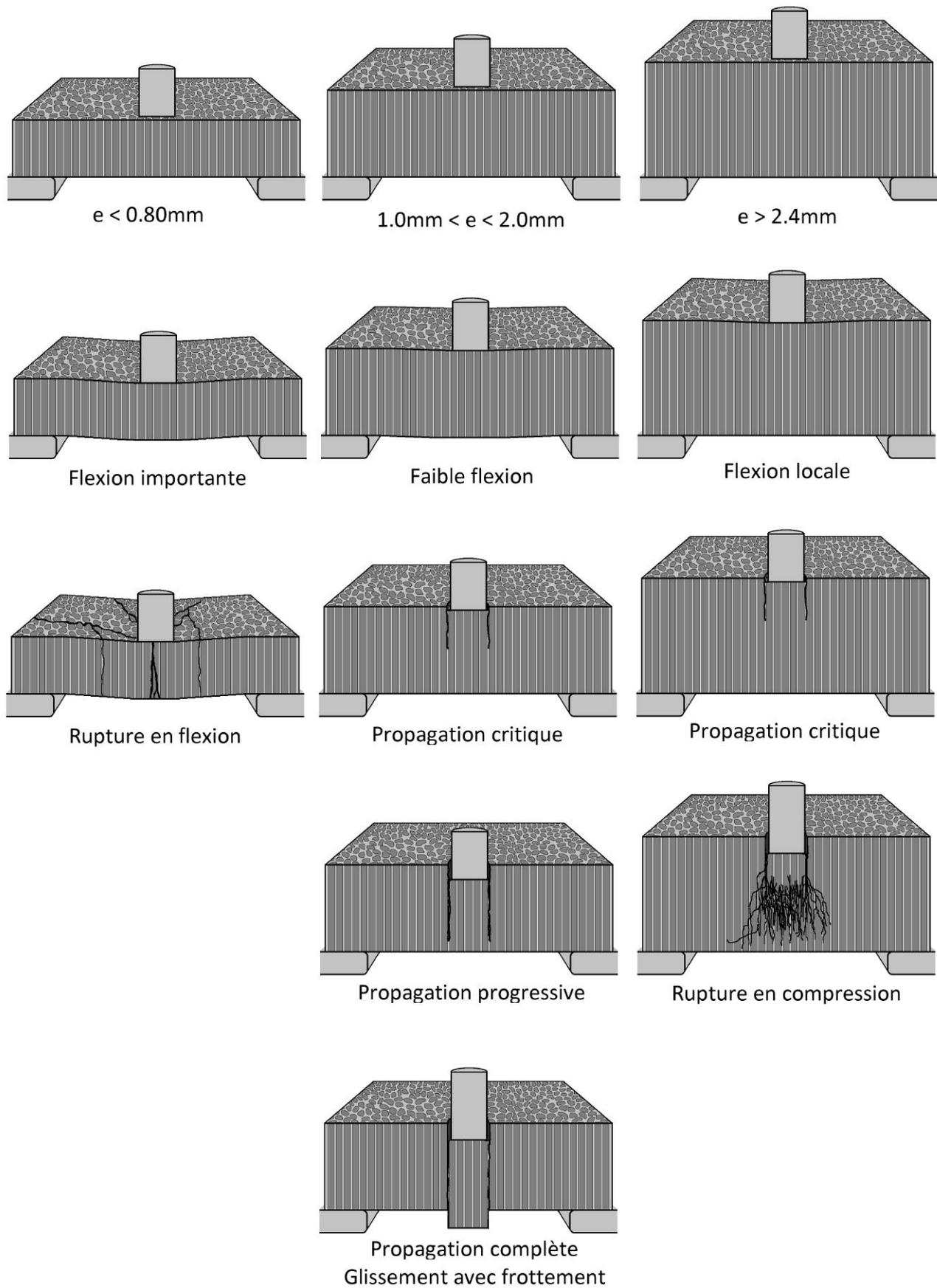


FIGURE 3.41 – Bilan des mécanismes recensés lors d'essais de push-out sur bundles à l'ambiante.

### 3.3.3 Bilan de la caractérisation des micro-interfaces

**Comportement à température ambiante** Des essais de push-out sur bundles ont permis de caractériser les mécanismes d'endommagement des micro-interfaces. Tout d'abord, les essais à l'ambiante ont mis en avant une interface forte. Le critère en force, ou l'effort à fournir en fonction du périmètre du bundle à pousser pour initier une fissuration, est de 19N/mm. L'énergie totale dissipée, fonction de l'épaisseur de l'échantillon, de l'énergie de cohésion et des dissipations par friction, est de 2700J/m<sup>2</sup>. C'est une valeur assez élevée, dont le lien avec l'énergie de cohésion est complexe. À titre de comparaison, Sakai a trouvé une énergie de cohésion de 123±50J/m<sup>2</sup> pour son composite [Sakai et al., 2000]. Cette forte cohésion est en accord avec les observations réalisées dans le chapitre 1, avec une continuité entre les fibres et la matrice ex-brai. Les mécanismes de la rupture sont maintenant recensés et les scénarii sont connus (figure 3.41). L'épaisseur joue un rôle considérable dans ces essais. En effet, elle met en concurrence la rupture en compression du bundle, à cause de micro-flambements, et la rupture des micro-interfaces.

**Effet de la température et du dégazage** L'influence de la température n'a pu être observée sans considérer celle du dégazage, qui change fortement le comportement des micro-interfaces. Par analogie avec la caractérisation des méso-interfaces, le dégazage influe fortement sur les glissements avec une augmentation considérable du frottement apparent. Par contre, il semble cohérent de considérer que les propriétés mécaniques, les critères en force et l'énergie de cohésion, ne varient pas avec le dégazage. Pour rappel, l'énergie de cohésion est à différencier de l'énergie totale, qui elle intègre les phénomènes dissipatifs liés au frottement. Sous ces hypothèses, le dégazage change le rapport entre l'énergie de cohésion et le frottement par rapport aux essais réalisés sous air et à température ambiante. Ceci apporte donc un gain de résistance à l'interface si on considère l'énergie totale à apporter pour détacher un bundle. Néanmoins, l'augmentation du frottement semble également mener à une usure bien plus importante, marquée par une diminution plus rapide de l'effort pendant le glissement. L'effet du chauffage vient s'ajouter à celui de dégazage. En isolant les mécanismes, il en ressort une augmentation de l'effort maximum et du frottement. La forte expansion transverse des baguettes contraint les méso-interfaces en compression. Ceci renforce le matériau, rendant les bundles plus difficiles à détacher et à faire glisser. Il est également probable que le critère en force et l'énergie de cohésion ne varient pas sur cette plage de température. En effet, ces valeurs dépendent des propriétés du carbone graphitique, dont les propriétés ne se dégradent qu'au-delà de 2000°C.

**Données expérimentales** Les données issues des essais sont regroupées dans le tableau 3.1. Des tendances ont été rajoutées entre parenthèses, extrapolées avec la compréhension des mécanismes.

| Température (K) | Énergie de cohésion (J/m <sup>2</sup> ) | Critère force (N/mm) | Frottement sous air (MPa) | Frottement sous vide (MPa) |
|-----------------|---|----------------------|---------------------------|----------------------------|
| 298             | 2700                                    | 19                   | 6.8                       | 14.6                       |
| 1073            | 2700                                    | 19                   | (>6.8)                    | 19.9                       |
| 1273            | (2700)                                  | (19)                 | (>6.8)                    | (>19.9)                    |
| 2273            | (<2700)                                 | (<19)                | -                         | -                          |

TABLE 3.1 – Propriétés des micro-interfaces et évolution avec la température.

## 3.4 Bilan de la caractérisation des interfaces

### Mécanismes à l'échelle mésoscopique

Lors des refroidissements après les cycles de densification, la contraction des constituants semble avoir joué un rôle majeur. La forte expansion thermique radiale des baguettes fissure les interfaces, formant la décohésion aux méso-interfaces. Les ouvertures des méso-interfaces constatées à l'ambiante correspondent à l'expansion thermique des baguettes vers 2000°C. L'expansion thermique axiale des baguettes, négligeable jusqu'à 1000°C mais plus importante au-delà, contraint le composite en compression le long de ses renforts. Le frottement aux interfaces à l'ambiante a été estimé autour de 5MPa. Ce frottement et la contrainte thermique résiduelle expliquent alors la tenue du matériau malgré les décohésions prononcées.

Lors d'une chauffe, l'expansion thermique des baguettes referme les interfaces. Au niveau du comportement macroscopique, l'expansion transverse des baguettes est entièrement absorbée, le composite est uniquement piloté par leur expansion axiale. Les essais de push-out ont montré un frottement accru avec la température avec un effet d'ancrage de plus en plus marqué. La continuité du matériau est rétablie aux méso-interfaces, transformant une interface peu résistante mais frottante en une interface forte avec une cohésion croissante.

Connaissant les mécanismes, il est possible de réaliser des calculs de propriétés effectives en supposant des interfaces parfaites (infiniment rigides) ou très faibles. Pour des interfaces parfaites, il faut tenir compte des rigidités et des taux volumiques. En pondérant l'expansion thermique des constituants avec le produit des rigidités et des taux volumiques respectifs, la dilatation effective est estimée à 0.095%. Pour des interfaces infiniment faibles, les rigidités n'interviennent plus. En pondérant les expansions thermiques des constituants avec les taux volumiques respectifs, l'expansion thermique est de 0.68%. L'expansion thermique du composite dans la direction Z à 1200°C évolue de 0.24% pour un échantillon de 6mm à 0.10% pour un échantillon de 16mm. Celle dans la direction X/Y, elle reste de l'ordre de 0.10%. Ce calcul met en valeur les glissements aux interfaces pour les échantillons de 6mm dans la direction Z, se rapprochant du cas avec interfaces faibles. Il montre aussi que l'ancrage des baguettes X/Y dans les octets de matrice permet contenir efficacement les contraintes thermiques suivant cette direction (modèle avec interfaces fortes). Les échantillons de 16mm, tout comme ceux de 6mm dans la direction X/Y, ne sont pas sujets à de tels glissements, ils correspondent au modèle avec interfaces fortes. Ainsi, il existe une taille en dessous de laquelle les blocages et le frottement ne semblent pas pouvoir contenir les contraintes thermiques.

### Mécanismes à l'échelle microscopique

L'échelle microscopique est plus complexe et les propriétés thermomécaniques des constituants sont généralement méconnues. Les diverses caractérisations n'ont apporté que des tendances et des ordres de grandeur. L'étude de la morphologie (chapitre 1) a montré des fibres fortement liées, avec une continuité entre les fibres et la matrice ex-brai, probablement formée pendant la densification du matériau.

L'étude de l'expansion thermique (chapitre 2) a montré que la dilatation transverse des fibres est supérieure à celle des baguettes. Ceci a permis de formuler une hypothèse sur l'aspect lamellaire de la matrice, qui absorbe cette dilatation. Le fait que la relaxation de la contrainte thermique se produise dans la matrice, pour former les lamelles, et non à l'interface semble appuyer l'idée d'une interface fibres/matrice forte.

Les essais de push-out sur bundles ont fourni de précieuses données sur la rupture en cisaillement des micro-interfaces. Ils ont validé la forte résistance des interfaces et ont permis de décrire précisément les mécanismes d'endommagement. L'influence de l'épaisseur des échantillons a permis de mettre en concurrence la limite à rupture en compression et la résistance des interfaces. D'autres phénomènes ont été mis en lumière comme le renforcement avec la température ou encore avec le dégazage. Ces renforcements semblent être causés par une augmentation du frottement sur les régions décohérées. Le dégazage semble changer la nature de l'interface, mais ce phénomène reste encore largement incompris. La température augmente probablement la contrainte normale, plaçant l'interface en compression, et ainsi augmentant mécaniquement le frottement.

### Bilan et perspectives

Les essais de push-out sont un moyen de caractérisation efficace des interfaces à l'ambiante comme à haute température. De nombreuses valeurs ont été relevées aux deux échelles considérées et peuvent être utilisées pour la modélisation. Il reste cependant des zones d'ombres non couvertes par les essais. Certains aspects expérimentaux mériteraient de poursuivre les campagnes afin de mieux décrire certains mécanismes. Par exemple, l'influence du diamètre de la pointe ou encore la complaisance machine lors des essais sur bundles doivent être étudiées plus amplement. Le pic d'effort et la propagation critique initiale sont probablement liés à un état de compression local aux interfaces, provoqué par la flexion de l'échantillon. Il serait intéressant d'approfondir ce phénomène. Également, la volatilisation des espèces aux interfaces lors du dégazage provoque un effet de renforcement considérable. Sans chercher à modéliser ce phénomène à l'échelle atomique, il serait intéressant de creuser l'étude dans cette direction. En effet, les conditions d'utilisation du 3D C/C pourraient l'amener à se trouver dans un tel état.

Les essais de push-out ont mis en évidence la concurrence entre la rupture en compression du bundle, par micro-flambements, et la rupture de l'interface en cisaillement. Il est envisageable de changer de méthode de test, en considérant du pull-out par exemple. Cette méthode est utilisée dans la littérature par Aoki [Aoki et al., 2007a], Hatta [Hatta et al., 2005b] et Sakai [Sakai et al., 2000]. Dans ce cas, c'est la rupture en traction, plus élevée que celle en compression, qui est en concurrence. En repoussant cette limite, de plus grandes épaisseurs peuvent être considérées, et un nouvel éclairage est apporté sur la rupture des interfaces.

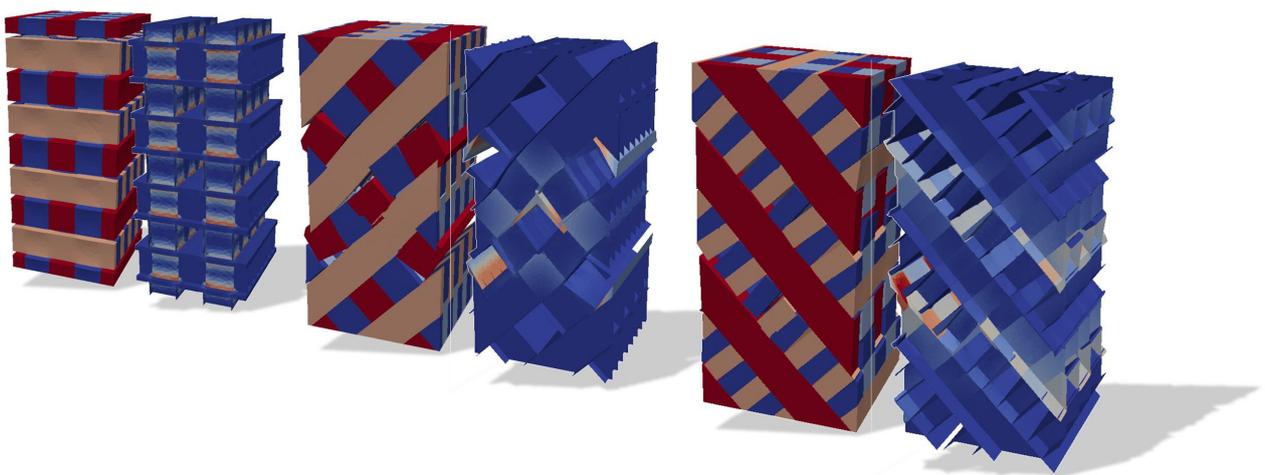
De nombreux mécanismes ont été recensés à l'échelle mésoscopique, expliquant en grande partie les phénomènes observés à l'échelle macroscopique. La phase suivante consiste à modéliser ces mécanismes et à simuler les essais de caractérisation afin de valider leur bonne compréhension. Diverses hypothèses sont également à vérifier, comme les glissements aux interfaces lors de la chauffe de petits échantillons, le lien entre l'expansion thermique des méso-constituants et le renforcement des méso-interfaces, etc. Ce travail fait l'objet du chapitre suivant.

Il serait également intéressant de construire une modélisation à l'échelle microscopique. Avec un maillage contenant tous les éléments pertinents (fibres, grains de matrice, interfaces fibres/matrice et matrice/matrice) et des lois de comportement adaptées, il serait possible de simuler les essais réalisés. Quelques pistes allant dans ce sens sont présentées en annexe G.



# Chapitre 4

## Modélisation et simulation des mécanismes à l'échelle macroscopique



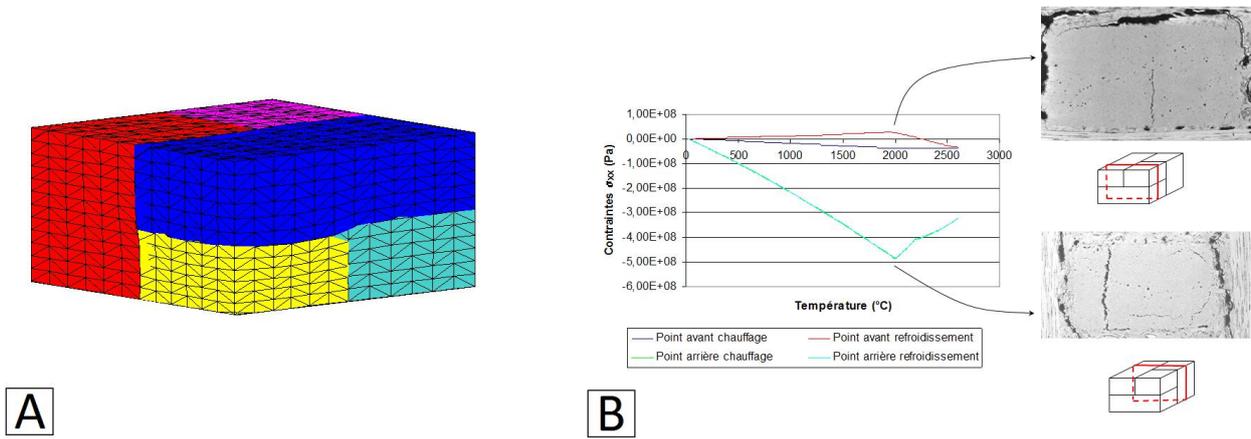


FIGURE 4.1 – A : Modélisation par EF d'un maillage élémentaire du 3D C/C avec interfaces. B : Simulation thermomécanique avec identification des mécanismes. [Didiot et al., 2004]

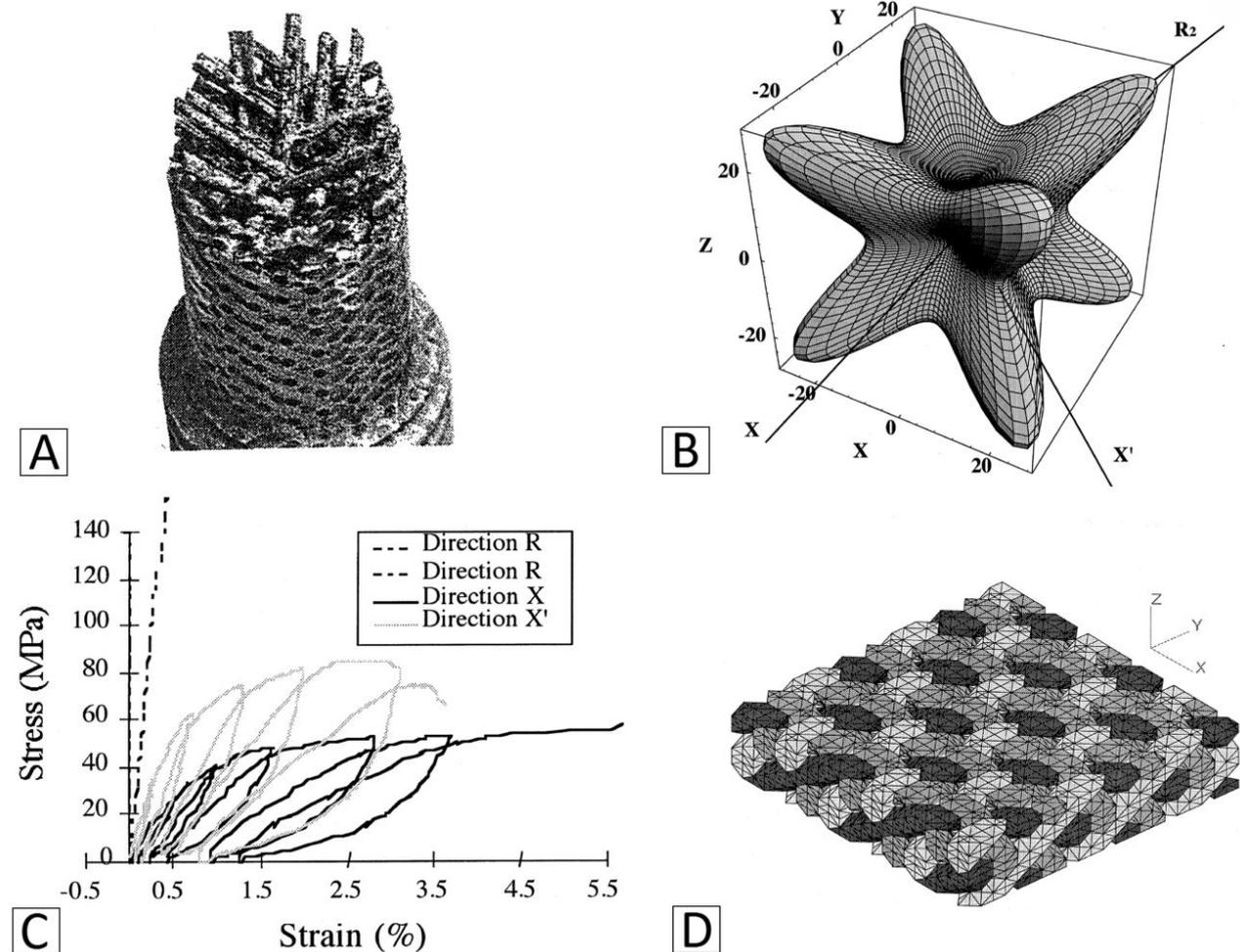


FIGURE 4.2 – Modélisation mésoscopique Sepcarb 4D proposée par Ladevèze. A : Faciès de rupture d'une éprouvette de traction. B : Prédiction théorique du module élastique suivant l'orientation. C : Mesures lors d'essais de traction cyclés. D : Le maillage du modèle mésoscopique. [Ladevèze et al., 2000]

## 4.1 Introduction

### 4.1.1 Travaux antérieurs et littérature

**Rémond1982 et Poss1984** Des lois de comportement macroscopiques et mésoscopiques ont été adaptées au 3D C/C dans les travaux de Poss [Poss, 1982] et Rémond [Rémond, 1984]. Il s'agit de lois d'endommagement basées sur des essais de traction/compression multidirectionnels sur le composite et sur ses constituants. Ces modèles phénoménologiques reproduisent fidèlement le comportement du matériau mais souffrent d'une certaine distance avec la méso-structure et les mécanismes réellement en jeu. La modélisation des échelles inférieures permettrait de répondre à bien des interrogations, notamment sur l'endommagement.

**Didiot2004** En 2004, le stage de B. Didiot [Didiot et al., 2004] au CEA a permis de modéliser le comportement thermomécanique du composite 3D C/C à l'échelle mésoscopique. La figure 4.1 regroupe quelques éléments de ce travail. Le modèle éléments finis (EF) proposé est construit autour de la maille élémentaire périodique du composite, soit un bloc de 0.8mmx0.8mmx1.6mm (figure 4.1-A). Le maillage est composé d'éléments tétraédriques. Les méso-constituants y sont représentés, avec une baguette X, une baguette Y, une baguette Z et deux octets de matrice. Un effort a été fait pour représenter la forme de la macroporosité au sein des octets de matrice. Le modèle permet de simuler la dilatation thermique, le comportement mécanique et thermique, avec des propriétés variables avec la température. Les simulations ont été réalisées avec des conditions aux limites périodiques. Pour combler les manques de données, les propriétés d'un graphite dense commercial (POCO) ont été appliquées aux directions transverses des torons et aux octets de matrice. Des modèles élastiques orthotropes ont été utilisés pour les différents constituants. Des éléments d'interface ont été placés entre les méso-constituants. Ces interfaces influencent les propriétés mécaniques comme les propriétés thermiques. Des éléments cohésifs intégrés au code de calcul ont été utilisés. Ils gèrent l'ouverture et la fermeture en mode I, et le glissement avec frottement en mode II. Un cycle de chauffage/refroidissement est simulé pour reproduire un cycle de densification du composite. Les simulations ont été répétées avec et sans interfaces, et avec et sans octets, pour en étudier l'influence. En première observation, l'ondulation des baguettes X/Y est retrouvée lors de leur dilatation respective. Une partie peut se dilater librement vers l'octet de matrice limitrophe, tandis que l'autre se retrouve pincée entre les baguettes voisines. D'autres phénomènes ont été mis en lumière au travers de l'évolution des champs de contrainte. Ils expliquent en partie les fissures initialement présentes dans les méso-constituants et les larges décohésions aux interfaces, dues aux contraintes thermiques résiduelles (figure 4.1-B). Les propriétés effectives ont également été retrouvées par simulation. En bilan, l'importance des interfaces dans le comportement mécanique est soulignée, provoquant l'anisotropie de la maille. Les perspectives proposées vont dans le sens de l'approfondissement des modèles et de l'utilisation d'un plus grand volume de matériau.

**Ladeveze2000** Dans le cadre de travaux au LMT Ladevèze *et al.* ont proposé une modélisation d'endommagement et des phénomènes mécaniques inélastiques [Ladevèze et al., 2000]. Le matériau modélisé est un composite C/C, dénommé Sepcarb 4D<sup>®</sup>, produit par SEP (Société Européenne de Propulsion), avec 4 directions de renfort fibreux (figure 4.2-A et figure 4.2-B). Ce matériau est utilisé en aérospatiale pour les cols de tuyères du fait de son excellente tenue à haute température et de sa grande résistance à l'ablation. Les enjeux dans ce type de matériaux sont la modélisation du comportement aux interfaces et la compréhension des mécanismes d'endommagement. En effet, le comportement mécanique lors des essais de caractérisation (figure 4.2-C) s'avère dépendant de la géométrie des éprouvettes, particulièrement de la distance avec la surface extérieure.

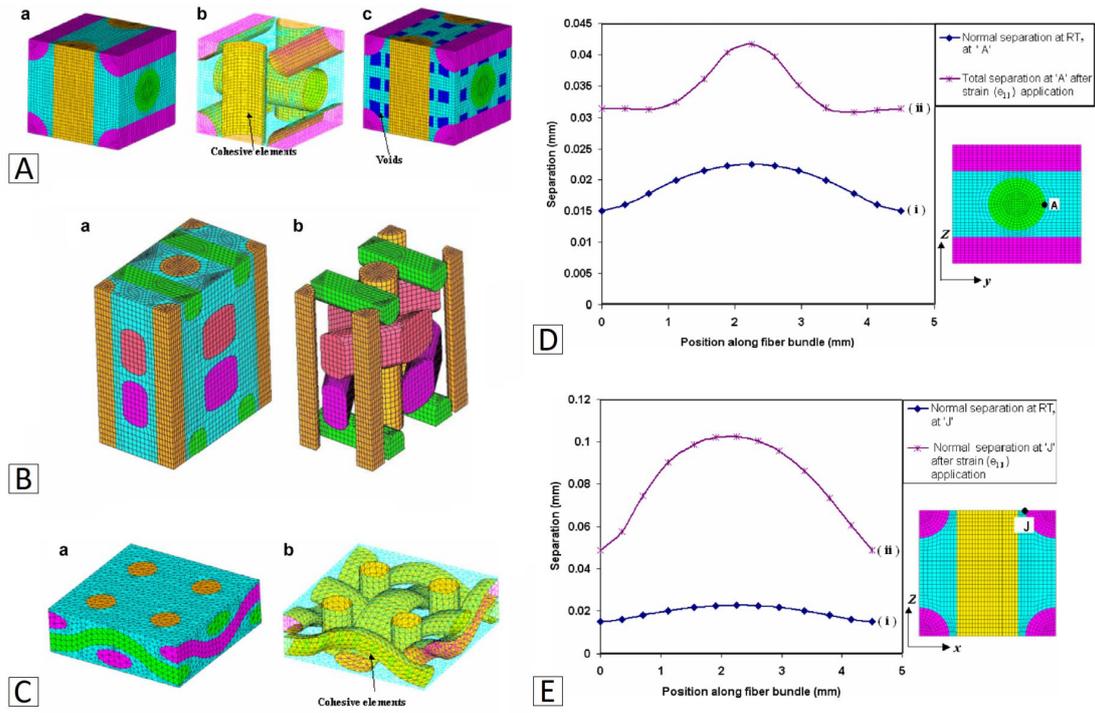


FIGURE 4.3 – Étude de lien architecture-propriétés pour différents composites C/C [Rao et al., 2008]. A-C : Maillage du VER de différents C/C, un 3D orthogonal, un 4D et un tissé 3D. D-E : Décohésions normales après HTT (i) et traction (ii) aux points A et J.

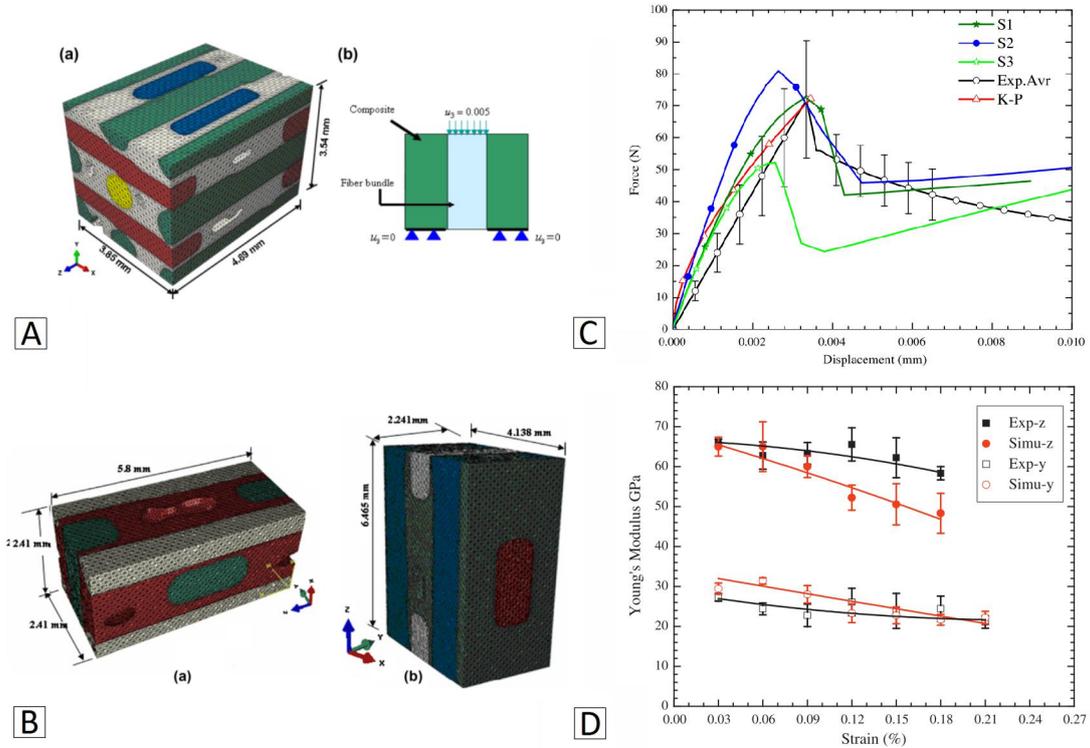


FIGURE 4.4 – Modélisation basée image du comportement mécanique d'un C/C tri-orthogonal [Sharma et al., 2012, Sharma et al., 2013b]. A-B : Maillage éléments finis pour simuler des essais de push-out et de traction. C-D : Comparaison essai/simulation pour le push-out et la traction.

Un premier modèle, basé sur une loi de comportement élastoplastique, a permis de reproduire le comportement du matériau. Il suffit de deux essais de traction pour ajuster les paramètres de ce modèle. Cependant, il ne peut intégrer les effets de bord, ni les décohésions autour des renforts. Un autre modèle, tenant compte de l'échelle mésoscopique, a alors été proposé. Ce deuxième modèle, basé sur des éléments finis, est composé de baguettes, de matrice et d'interfaces (figure 4.2-D). Les baguettes ont un comportement isotrope transverse fragile, la matrice est isotrope élastique et les interfaces sont orthotropes élastiques (avant rupture) et régies par une loi de contact avec frottement (après rupture). Ce modèle a permis de reproduire avec succès la propagation des décohésions autour des renforts lors d'essais simulés. La comparaison avec les données expérimentales a permis de valider la démarche proposée.

**Rao2008** Rao *et al.* ont étudié l'influence de l'architecture de divers composites C/C sur leurs propriétés mécaniques via des simulations éléments finis avec éléments cohésifs [Rao et al., 2008]. La figure 4.3 présente les maillages pour trois type d'architectures : un 3D orthogonal (A), un 4D (B) et un tissé 3D de type satin (C). Ces architectures sont les plus fréquemment rencontrées parmi les composites C/C. Les renforts fibreux, ou torons, sont considérés isotropes transverses avec des propriétés similaires dans tous les modèles. Le module axial en compression est deux fois plus faible que celui en traction. La matrice est considérée isotrope, et des mésoposités y ont parfois été ajoutées. Des éléments cohésifs ont été placés autour des torons. Les lois de comportement aux interfaces ne sont pas détaillées. Les maillages sont construits respectivement sur les volumes élémentaires représentatifs (maille périodique) des matériaux. Des conditions aux limites périodiques ont été appliquées afin de calculer les propriétés effectives des matériaux. L'implémentation a été réalisée sous Abaqus. Les simulations montrent l'influence non négligeable des éléments d'interface sur les propriétés hors-axe des composites C/C. Les décohésions initiales ont pu être obtenues par simulation de traitements thermiques sur les matériaux (figure 4.3, images E et F). Elles permettent de se rapprocher des valeurs obtenues lors d'essais sur le composite 4D C/C. Les interfaces, directement déposées sur les torons et donc sur l'architecture, influent fortement sur le comportement mécanique en dehors des axes de renfort.

**Sharma2010-2013** Avec une méthode basée image (micro-tomographies X), Sharma *et al.* ont construit des modèles éléments finis pour simuler du comportement mécanique d'un C/C tri-orthogonal [Sharma et al., 2010, Sharma et al., 2013a]. Les modèles tiennent alors compte de certaines réalités du matériau : la distorsion des fibres au sein des torons, la fissuration matricielle, l'endommagement initial, la décohésion autour des torons, etc. Des simulations sous conditions périodiques ont permis de retrouver les propriétés effectives du matériau. L'influence des imperfections a également été mesurée. Les décohésions toron/matrice dégradent considérablement les propriétés du matériau. Les modèles développés ont été réutilisés par la suite pour étudier l'influence des interfaces sur le comportement du matériau [Sharma et al., 2012, Sharma et al., 2013b]. Des éléments cohésifs ont été ajoutés au modèle éléments finis initial (figure 4.4-A). Des essais de caractérisation, de type push-out, ont été réalisés sur les renforts du composite pour ajuster les propriétés des éléments cohésifs (figure 4.4-C). Les propriétés retenues pour sont un coefficient de frottement à 0.75, une contrainte à rupture à 3.12MPa, une contrainte de pincement radial à 3.5MPa et une énergie de rupture (mode II) à 3.0J/m<sup>2</sup>. Des calculs de propriétés élastiques effectives et des simulations d'essai de traction ont été également réalisés (figure 4.4-B). Les valeurs expérimentales ont été retrouvées (figure 4.4-D). Les modèles mettent en avant les zones de rechargement au niveau des interfaces, en fonction de la direction de chargement. Ces travaux révèlent aussi les mécanismes de la rupture lors de diverses sollicitations, avec une vision aussi fine et locale que nécessaire. C'est cette approche qu'il serait intéressant de réaliser sur le 3D C/C.

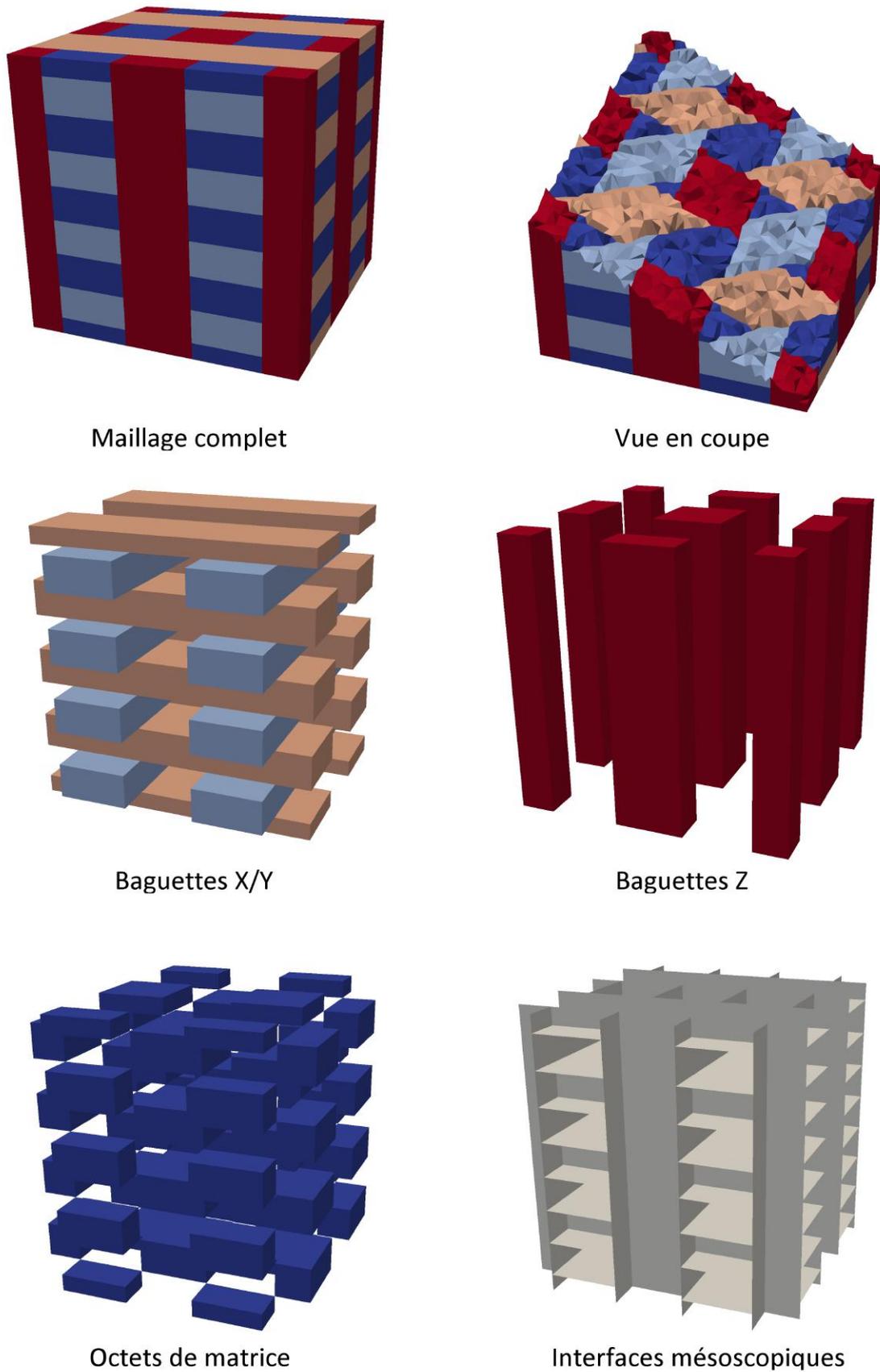


FIGURE 4.5 – Présentation du modèle macroscopique du composite 3D C/C. La composition y est détaillée : les baguettes X/Y et Z, les octets de matrice et les interfaces.

### 4.1.2 Objectifs

L'objectif premier consiste à reproduire fidèlement les mécanismes observés. Il y a une réelle volonté de créer des lois comportementales locales aussi représentatives que nécessaire afin d'avoir un comportement global proche des caractérisations. C'est dans ce cadre qu'il a été choisi de rentrer des données provenant directement des essais (interfaces, dilatation), sans aucune altération par la suite. Néanmoins, les données hypothétiques des méso-constituants ayant servi de variable d'ajustement dans les précédents modèles (propriétés transverses des baguettes, des octets) sont à optimiser. Les essais de caractérisation sont simulés et confrontés aux valeurs expérimentales. Les résultats sont analysés tels quels, les différences sont discutées et des pistes d'amélioration sont proposées pour les approcher des caractérisations. Le second objectif consiste à exploiter ces modèles dans leur cadre d'implémentation. Des études paramétriques et de sensibilité peuvent être réalisées pour quantifier l'influence de certains mécanismes. Il est aussi possible de supprimer certains phénomènes ou constituants pour en quantifier leurs rôles. Également, des essais complexes peuvent être reproduits en simulation. Il s'agit par exemples d'essais de traction hors-axe ou encore de torsion. Ces essais ont pour but d'illustrer les capacités des modèles.

### 4.1.3 Démarche et méthodes

- Construction des maillages. La base de données sur la morphologie et les caractérisations thermomécaniques fournissent de nombreuses informations sur la composition du 3D C/C (forme des constituants, agencement, importance des interfaces). Ceci permet de discrétiser les géométries pour former le maillage final. Compte-tenu des outils disponibles et de la littérature, il a été choisi de travailler avec des éléments finis (EF). Les éléments volumiques sont discrétisés à l'aide de tétraèdres, les surfaces avec des triangles. Les éléments de littérature apportés précédemment ont souligné l'importance d'ajouter des éléments cohésifs aux interfaces entre les méso-constituants. Dans ce type de maillage EF, ils sont discrétisés avec des prismes. La difficulté liée à la construction des maillages réside dans la recherche du bon équilibre entre la finesse du maillage et son poids, proportionnel au temps de calcul.
- Modélisation du comportement. Les nombreuses campagnes de caractérisation menées au LCTS, et au LMT par le passé, fournissent diverses données sur le comportement du 3D C/C et de ses constituants. Ces données sont transformées en lois de comportement utilisables pour des EF et compatibles avec le solveur. Également, un modèle cohésif ad-hoc est développé pour approcher au mieux le comportement aux interfaces des caractérisations thermomécaniques et morphologiques présentées dans les chapitres précédents.
- Validation des modèles. Des calculs de propriétés effectives et des simulations d'essais de caractérisation menés au LCTS sont implémentées. Parmi les solveurs disponibles au LCTS, Abaqus s'est avéré être le plus adapté. Il permet de créer diverses simulations avec un grand choix de modèles matériaux et supporte les modèles cohésifs personnalisés. Ces simulations permettent de valider le bon fonctionnement des modèles. Les résultats sont comparés avec les expériences et la littérature. Les propriétés à optimiser sont ajustées afin de converger vers celles du matériau. Également, des études de sensibilité ou encore de l'influence envers certains éléments peuvent être menées à ce stade.
- Simulation de cas applicatifs. Cette dernière phase permet d'apprécier le fonctionnement des modèles au travers de simulations d'essais complexes. Il s'agit par exemple des essais réalisés au LMT par le passé (traction/compression axiale/hors-axe, torsion). L'objectif est d'illustrer les possibilités des modèles et leur capacité à prévoir un comportement complexe en température.

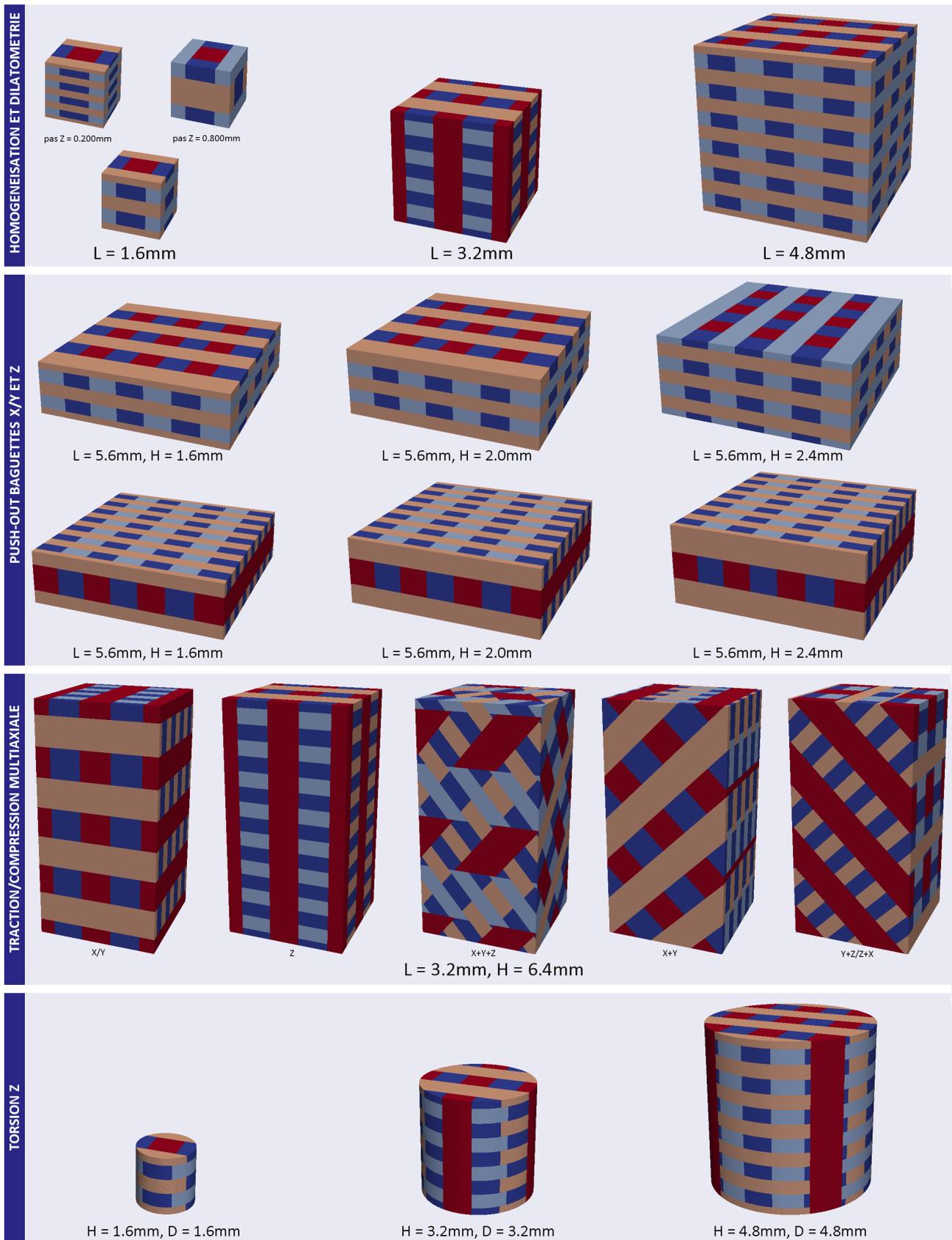


FIGURE 4.6 – Base de données de maillages du modèle macroscopique du 3D C/C.

## 4.2 Modélisation du comportement

### 4.2.1 Géométrie et maillage

**Composition** L'étude sur la morphologie (chapitre 1) a permis de caractériser finement la géométrie du 3D C/C. Les caractérisations mécaniques aux interfaces (chapitre 3) ont mis en avant l'importance d'intégrer des éléments d'interface. Le modèle EF du 3D C/C a pour but de lier l'échelle mésoscopique à l'échelle macroscopique. Les méso-constituants y sont discrétisés, suffisamment finement pour représenter correctement les mécanismes, mais suffisamment simplifiés pour pouvoir construire de grandes géométries. Les éléments volumiques, composés de tétraèdres, sont formés avec leurs enveloppes géométriques théoriques, soient une section rectangulaire de  $800\mu\text{m} \times 400\mu\text{m}$  pour les baguettes X/Y, une section carrée de  $800\mu\text{m} \times 800\mu\text{m}$  pour les baguettes Z et un volume de  $400\mu\text{m} \times 400\mu\text{m} \times 800\mu\text{m}$  pour les octets de matrice. Par simplification, les macroporosités au sein des octets de matrice ne sont pas représentées mais leurs propriétés effectives en tiennent compte. Les méso-interfaces, initialement décohérées sur quelques dizaines de microns ne peuvent être représentées en volume sans imposer un raffinement global du maillage. Des éléments surfaciques, doivent être placés aux interfaces entre ceux des méso-constituants. La décohésion n'étant pas représentée géométriquement, elle doit donc l'être dans les lois de comportement. La figure figure 4.5 présente un maillage du 3D C/C avec ses constituants. Afin de simuler les différents essais désirés, les maillages doivent avoir diverses formes (cubique, cylindrique, etc.) et le matériau peut y avoir une orientation quelconque (X/Z, Z, X+Y, Z+X, etc.).

**Construction** Plusieurs méthodes de construction ont été envisagées et testées pour les maillages macroscopiques. Les phases sont les suivantes : (i) choix de l'orientation et des dimensions ; (ii) génération de la position théorique des méso-constituants ; (iii) construction des faces entre les méso-constituants et au niveau de l'intersection avec l'enveloppe extérieure ; (iv) maillage des volumes ; (v) insertion des éléments d'interface ; (vi) insertion des métadonnées. Cette approche permet de s'affranchir de l'orientation du composite lors de la génération du maillage. La phase la plus difficile consiste à construire les faces entre les méso-constituants. Elles peuvent être placées à l'aide de modèles géométriques tenant compte de l'orientation 3D du matériau. Elles peuvent également être construites à l'aide d'un diagramme de Voronoi 3D. Les faces sont maillées avec l'aide du programme Triangle (triangulation de Delaunay, [Shewchuk, 2002]) et les volumes avec Tetgen (tétraédrisation de Delaunay, [Si, 2010]). Des contraintes sur le raffinement permettent de contrôler le poids du maillage pour avoir une longueur caractéristique de  $100\mu\text{m}$  tout en préservant un nombre de nœuds inférieur à 200 000. Les éléments d'interfaces sont insérés entre chaque méso-constituant afin de représenter le comportement des méso-interfaces.

**Base de données** La figure 4.6 présente la base de données de maillages construites pour les différentes simulations. Des maillages cubiques dont les dimensions sont des multiples du pas de tissage permettent d'effectuer des calculs de volume élémentaire représentatif (VER) et de propriétés effectives (propriétés élastiques, expansion thermique). Des tranches de composite ont également été générées afin de reproduire les essais de push-out sur baguettes X/Y et Z pour valider le comportement aux interfaces. Enfin, des petites éprouvettes de traction/compression ainsi que des éprouvettes de torsion Z ont été construites pour reproduire les essais de la littérature.

| Module de Young | GPa  | Coefficient de Poisson | -    | Module de cisaillement | GPa  |
|-----------------|------|------------------------|------|------------------------|------|
| $E_A$           | 484. | $\nu_{AR}$             | 0.25 | $G_{AR}$               | 1.70 |
| $E_R$           | 6.00 | $\nu_{RR}$             | 0.45 | $G_{RR}$               | 2.10 |

TABLE 4.1 – Propriétés mécaniques élastiques des baguettes à l'ambiante.

| Module de Young | GPa  | Coefficient de Poisson | -    | Module de cisaillement | GPa  |
|-----------------|------|------------------------|------|------------------------|------|
| $E$             | 15.0 | $\nu$                  | 0.15 | $G$                    | 6.52 |

TABLE 4.2 – Propriétés mécaniques élastiques des octets de matrice à l'ambiante.

| Module de Young | GPa  | Coefficient de Poisson | -    | Module de cisaillement | GPa  |
|-----------------|------|------------------------|------|------------------------|------|
| $E_x/E_y$       | 120. | $\nu_{yz}/\nu_{zx}$    | 0.02 | $G_{yz}/G_{zx}$        | 2.25 |
| $E_r$           | 120. | $\nu_{xy}$             | 0.02 | $G_{xy}$               | 2.75 |

TABLE 4.3 – Propriétés mécaniques élastiques du composite à l'ambiante.

| Température (K)     | 298  | 1073 | 2273 | 2463 | 3018 | 3574 | 4273 |
|---------------------|------|------|------|------|------|------|------|
| Facteur de rigidité | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 0.75 | 0.38 | 0.04 | 0.01 |

TABLE 4.4 – Modélisation du ramollissement des carbones graphitiques avec la température. Variation du facteur scalaire de rigidité.

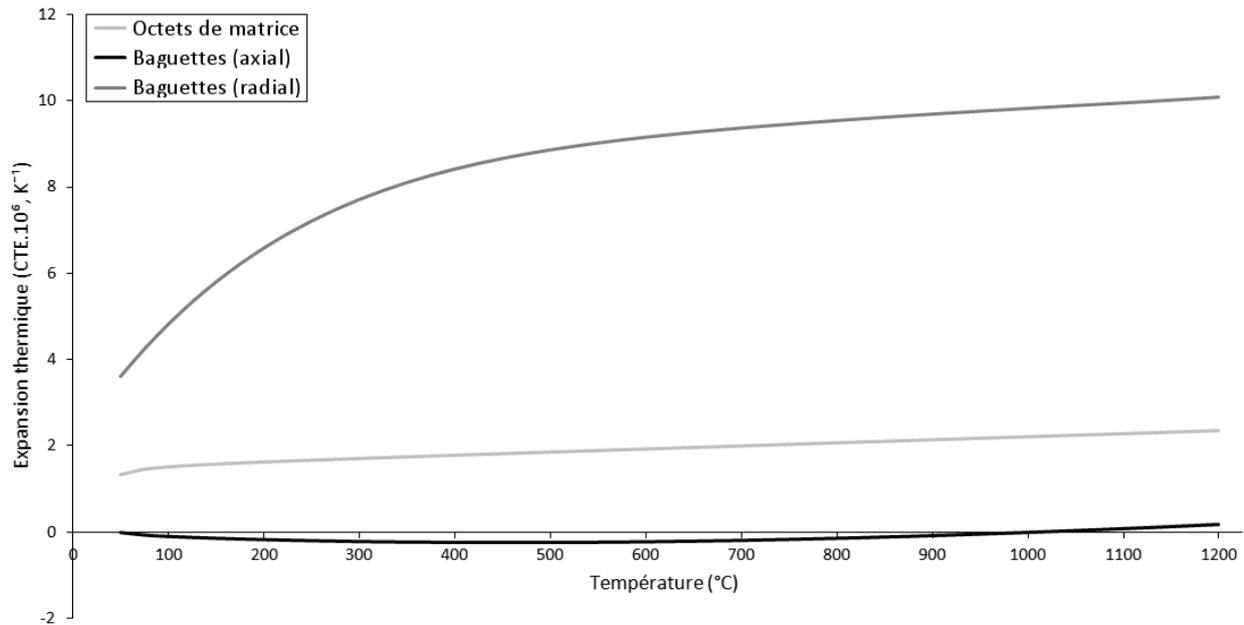
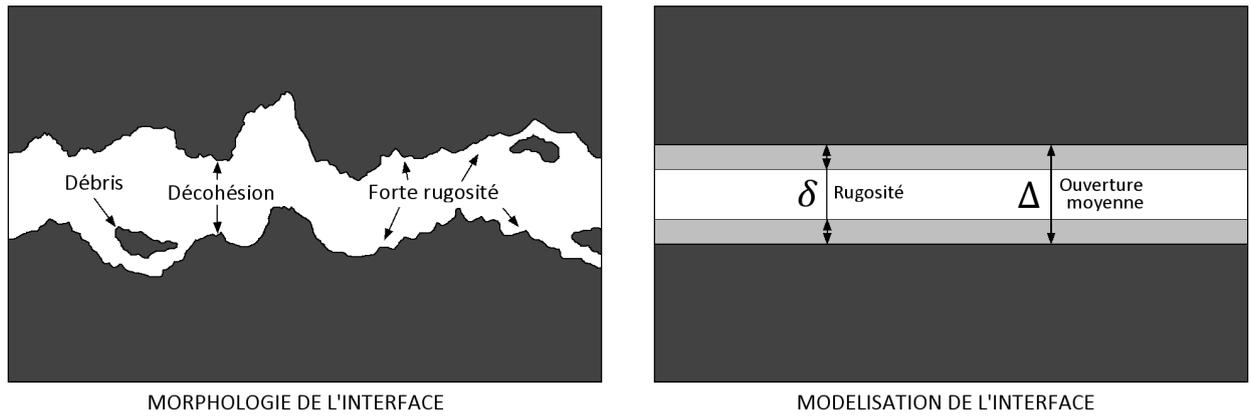


FIGURE 4.7 – Coefficients d'expansion thermique (CTE) des méso-constituants en fonction de la température.

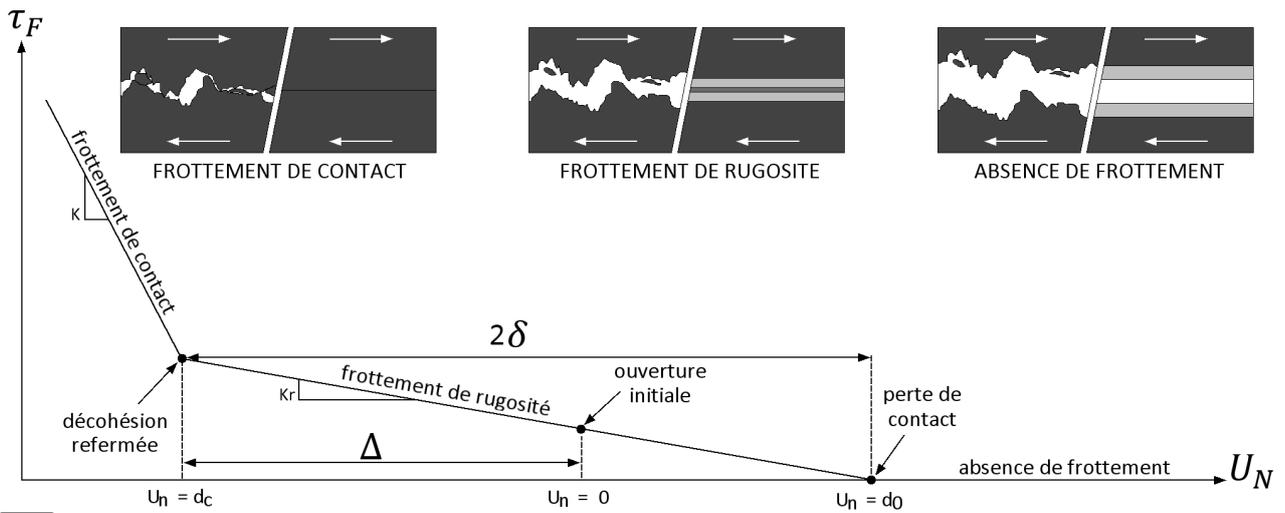
### 4.2.2 Modélisation du comportement des méso-constituants

**Contexte** Les caractérisations (chapitre 2) ont apporté des données sur le comportement thermomécanique du 3D C/C et de ses constituants. Le comportement des baguettes est similaire à celui du composite lors d'essais suivant les axes de tissage. En traction, le comportement est linéaire élastique fragile et en compression, le comportement est légèrement endommageable à cause de probables micro-flambements. Des essais de caractérisation sur baguettes, dans la littérature comme au LCTS, ont permis d'estimer certaines propriétés élastiques et à la rupture. Un autre aspect des baguettes est leur forte anisotropie, le renfort fibreux orientant les propriétés mécaniques. Les propriétés transverses des baguettes sont significativement plus faibles. En ce qui concerne les octets de matrice, leur comportement mécanique n'a pu être caractérisé. La matrice ex-brai présente une texture complexe, mais les propriétés sont probablement faibles malgré la haute graphitisation. Dans la littérature [Poss, 1982, Rémond, 1984], les données sont hypothétiques, probablement ajustées pour satisfaire les modèles d'homogénéisation. Des essais de compression ont été réalisés sur une matrice ex-brai de morphologie similaire : ces essais confirment les faibles propriétés mécaniques. Enfin, les méso-constituants ne semblent pas ou peu évoluer entre l'ambiante et 2000°C, en dehors de leur expansion thermique. Au-delà de 2000°C, les différents constituants, composés de carbones graphitiques, évoluent et présentent un comportement plus complexe manifesté par une perte de rigidité et du fluage.

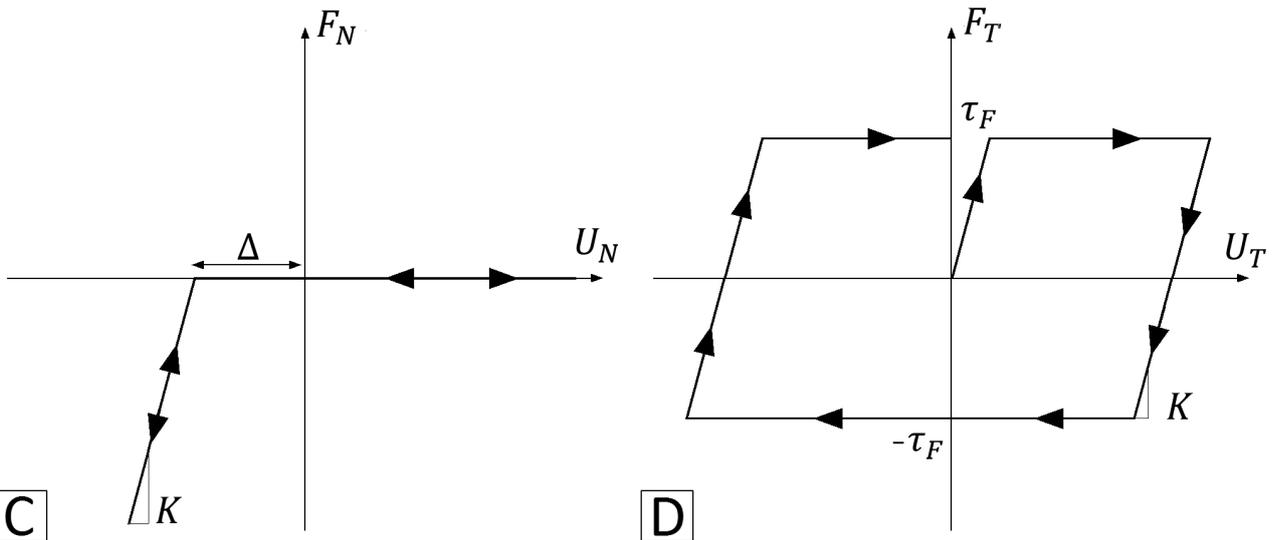
**Construction des modèles** Les propriétés choisies pour les baguettes suivent un modèle élastique isotrope transverse et sont regroupées dans le tableau 4.1. Les propriétés des octets suivent un modèle élastique isotrope, et sont rassemblées dans le tableau 4.2. À titre d'information et de comparaison, les propriétés élastiques du 3D C/C sont présentées dans le tableau 4.3. En ce qui concerne le comportement à haute température, les modèles n'intègrent pas les phénomènes pouvant causer le fluage (viscoplasticité, etc.). L'étude est focalisée sur le comportement aux interfaces, cet aspect a été écarté pour simplifier le problème. La dégradation des propriétés avec la température a été modélisée par une simple réduction de la rigidité des éléments. Un scalaire multiplicatif décroissant avec la température, basé sur les essais de traction sur le 3D C/C, est appliqué aux tenseurs de rigidité. Ses valeurs sont présentées dans le tableau 4.4. En pratique, ce scalaire a seulement servi de garde-fou lors de simulations exploratoires au-delà de 2000°C. Afin de simplifier l'approche, l'endommagement et la rupture des méso-constituants n'ont pas été modélisés. Les caractérisations mécaniques ont mis en avant la grande résistance des méso-constituants devant celle des méso-interfaces. La non-linéarité du comportement du matériau provient majoritairement du comportement aux interfaces, l'endommagement et la rupture des méso-constituants n'interviennent que dans les phases finales. De plus, l'endommagement et la rupture peuvent éventuellement être rajoutés par la suite dans les modèles si cela s'avère nécessaire. Concernant l'expansion thermique, un modèle isotrope transverse est utilisé pour les baguettes et un modèle isotrope pour les octets, à l'image des propriétés mécaniques. Les valeurs directement issues des caractérisations dépendent de la température. L'évolution des coefficients d'expansion thermique avec la température est présentée en figure 4.7. Ainsi, certaines données proviennent directement des caractérisations, d'autres d'hypothèses de la littérature. Ces dernières seront ajustées par la suite pour rapprocher les propriétés effectives du 3D C/C simulées de celles issues de la caractérisation (tableau 4.3).



**A**



**B**



**C**

**D**

FIGURE 4.8 – Modélisation du comportement aux interfaces. A : Description et modélisation de la morphologie des méso-interfaces. B : Modélisation du frottement à l'interface en fonction de l'ouverture. C : Loi normale pour le modèle cohésif (mode I). D : Loi tangentielle pour le modèle cohésif (mode II/III).

### 4.2.3 Modélisation du comportement des méso-interfaces

**Contexte** L'étude de la morphologie des méso-interfaces (chapitre 1) a montré une large décohésion initiale autour des méso-constituants. La forte rugosité et les nombreux débris semblent néanmoins maintenir le tout en un ensemble non friable. Le carbone les constituant a une apparence vitreuse, là où celui au cœur des baguettes et des octets est de nature plus graphitique. Il provient probablement de la dernière passe de densification non graphitée. La caractérisation des propriétés thermomécaniques du 3D C/C (chapitre 2) a mis en exergue l'influence des méso-interfaces sur le comportement effectif du composite. Malgré la prépondérance des renforts dans le comportement en traction suivant les axes du 3D C/C, l'évolution des faciès de rupture à haute température pointe le changement significatif de comportement aux méso-interfaces. Aussi, le comportement fortement endommageable en dehors des axes de tissage et le renforcement significatif avec la température en est probablement la manifestation la plus concrète. Les campagnes de caractérisation des méso-interfaces ont permis d'étudier les mécanismes de rupture (chapitre 3). Il en ressort une interface principalement régie par du frottement et des phénomènes de blocage. Ces phénomènes de blocage sont particulièrement prononcés autour des baguettes X/Y, avec une forme ondulée provoquant un ancrage dans les octets. La forte évolution des interfaces avec la température a également été observée, se concrétisant par un renforcement du frottement apparent et une augmentation des phénomènes d'ancrage. Ainsi, intégrer les interfaces dans les modèles EF apparaît comme la clé pour relier les différentes échelles du matériau, notamment avec l'utilisation d'éléments cohésifs.

**Littérature** Il existe divers modèles cohésifs dans la littérature, avec des caractéristiques adaptables selon les besoins. Ces modèles présentent aussi des limites intrinsèques qui permettent de les discriminer afin de choisir le plus adapté. Historiquement, les premiers modèles sont focalisés sur la gestion du mode I, c'est-à-dire sur l'ouverture/fermeture des fissures [Tvergaard and Hutchinson, 1992, Needleman, 1997]. Ils ont permis d'étudier la propagation de fissures en dynamique, reproduisant avec succès l'endommagement du matériau. Des modèles plus complexes ont été construits par la suite, intégrant l'endommagement en cisaillement (mode II), avec un couplage entre les modes et pénalisant l'interpénétration [Chaboche et al., 1997, Geubelle and Baylor, 1998]. Cependant, quand ces modèles intègrent les phénomènes dissipatifs liés au frottement, ils restent éloignés de la loi de Coulomb. Abaqus propose son propre modèle cohésif, développé par Camanho et Dávila [Camanho and Davila, 2002] et supportant les modes I et II couplés. Diverses lois d'endommagement sont proposées pour se rapprocher au maximum du comportement du matériau modélisé. Néanmoins, le frottement n'y est pas intégré, un modèle de contact a été ajouté en complément, incompatible avec un grand nombre d'éléments cohésifs. Alfano et Sacco puis Serpieri [Alfano et al., 2006, Serpieri et al., 2015b] ont proposé un modèle 2D reposant sur une décomposition entre une surface endommagée et une non endommagée. Une énergie de rupture est associée à la partie non endommagée et un frottement de type Coulomb à celle endommagée. Le modèle a su trouver diverses applications [Serpieri et al., 2014]. Il a ensuite été généralisé en 3D [Serpieri et al., 2015a]. Ce modèle, bien qu'intéressant, semble cependant bien trop complexe pour représenter une interface initialement endommagée et un simple frottement de type Coulomb. Dans son modèle Parrinello va plus loin en intégrant des phénomènes de dilatance [Parrinello et al., 2009]. Il s'agit d'intégrer des phénomènes d'ancrage au sein des modèles cohésifs. Même si ces phénomènes sont retrouvés dans les méso-interfaces du 3D C/C, l'implémentation et le réglage des paramètres restent complexes. Ainsi, il existe divers modèles intéressants pour les méso-interfaces. Cependant, ils sont pour la plupart trop complexes et seules certaines parties sont à retenir. Dans la démarche d'une implémentation relativement simple afin de retracer correctement les mécanismes, un modèle spécifique et inspiré des travaux décrits précédemment a été construit.

| Paramètre               | Symbole  | Unité  | Valeur initiale  |
|-------------------------|----------|--------|------------------|
| Rigidité de l'interface | $K$      | MPa/mm | $100 \cdot 10^6$ |
| Facteur de friction     | $Kr$     | MPa/mm | (*)              |
| Ouverture initiale      | $\Delta$ | mm     | (*)              |
| Rugosité à l'interface  | $\delta$ | mm     | (*)              |
| Coefficient de friction | $\mu$    | -      | 0.300            |

TABLE 4.5 – Paramètres du modèle cohésif, avec (\*) les valeurs à optimiser.

$$\sigma_n = \begin{cases} 0, & \text{si } u_n \geq d_c \\ K(u_n - d_c), & \text{sinon} \end{cases} \quad (4.1)$$

$$\begin{cases} \sigma_{t1}^{el} = K(u_{t1} - u_{t1}^0) \\ \sigma_{t2}^{el} = K(u_{t2} - u_{t2}^0) \\ \sigma_t^{el} = \sqrt{\sigma_{t1}^{el2} + \sigma_{t2}^{el2}} \end{cases} \quad (4.2)$$

$$\text{Soit } \Phi = \tau_f + \sigma_t^{el}. \text{ Si } \Phi > 0, \quad \begin{cases} d\lambda = \frac{\Phi}{K} \\ u_{t1}^0+ = d\lambda \frac{\sigma_{t1}^{el}}{\sigma_t^{el}} \\ u_{t2}^0+ = d\lambda \frac{\sigma_{t2}^{el}}{\sigma_t^{el}} \end{cases} \quad (4.3)$$

$$\sigma_t = \begin{cases} \begin{cases} \sigma_{t1} = 0 \\ \sigma_{t2} = 0 \end{cases}, & \text{si } u_n \geq d_0 \\ \begin{cases} \sigma_{t1} = K(u_{t1} - u_{t1}^0) \\ \sigma_{t2} = K(u_{t2} - u_{t2}^0) \end{cases}, & \text{sinon} \end{cases} \quad (4.4)$$

$$\tau_f = \begin{cases} 0, & \text{si } u_n \geq d_0 \\ \mu K_r(u_n - d_0), & \text{si } d_0 > u_n \geq d_c \\ \mu K_r(d_c - d_0) + \mu K(u_n - d_c), & \text{sinon} \end{cases} \quad (4.5)$$

| Désignation   | Élément 1        | Élément 2  | Normale | Surface                                |
|---------------|------------------|------------|---------|--|
| int_bgy_bgz_x | baguette Y       | baguette Z | X       | $400\mu\text{m} \times 800\mu\text{m}$ |
| int_bgx_bgz_y | baguette X       | baguette Z | Y       | $400\mu\text{m} \times 800\mu\text{m}$ |
| int_bgx_bgy_z | baguette X       | baguette Y | Z       | $800\mu\text{m} \times 800\mu\text{m}$ |
| int_om_bgz_y  | octet de matrice | baguette Z | Y       | $400\mu\text{m} \times 800\mu\text{m}$ |
| int_om_bgz_x  | octet de matrice | baguette Z | X       | $400\mu\text{m} \times 800\mu\text{m}$ |
| int_om_bgy_z  | octet de matrice | baguette Y | Z       | $800\mu\text{m} \times 800\mu\text{m}$ |
| int_om_bgy_x  | octet de matrice | baguette Y | X       | $400\mu\text{m} \times 800\mu\text{m}$ |
| int_om_bgx_z  | octet de matrice | baguette X | Z       | $800\mu\text{m} \times 800\mu\text{m}$ |
| int_om_bgx_y  | octet de matrice | baguette X | Y       | $400\mu\text{m} \times 800\mu\text{m}$ |

TABLE 4.6 – Désignation des différentes méso-interfaces du 3D C/C.

**Définitions** L'objectif est de construire un modèle cohésif (CZM) répondant aux besoins spécifiques des méso-interfaces du 3D C/C. Tout d'abord, la morphologie doit être discrétisée géométriquement (figure 4.8-A). La décohésion moyenne est représentée par la grandeur  $\Delta$ , les débris et la rugosité le sont avec  $\delta$ . Le déplacement à l'interface est représenté dans la direction normale par  $u_n$  (mode I) et dans la direction tangentielle par  $u_t$  (mode II/III). Les efforts associés à ces directions sont respectivement  $\sigma_n$  et  $\sigma_t$ . Les différents paramètres, décrits ci-après, sont regroupés dans le tableau 4.5. Le modèle ne tient pas compte des phénomènes d'ancrage, mais ils peuvent être traduits par une augmentation de l'énergie de cohésion avec la refermeture des méso-interfaces. Une modification de ce modèle, inspirée des travaux d'Alfano [Alfano et al., 2006], peut tout à fait être réalisée pour y ajouter cette caractéristique. Cependant, ajouter un tel phénomène va accentuer fortement sa complexité et rendre l'optimisation des paramètres plus difficile. Au vu du temps imparti et des larges objectifs, il a été choisi de ne pas implémenter les phénomènes d'ancrage à ce stade. Il en va de même pour les phénomènes de dilatance.

**Mise en équation** Construire le modèle cohésif requiert d'établir des relations entre les déplacements ( $u_n, u_t$ ) et les efforts ( $\sigma_n, \sigma_t$ ). Tout d'abord, le comportement en mode I doit permettre la libre ouverture/refermeture de l'interface, et pénaliser la fermeture au-delà de l'épaisseur de la décohésion ( $d_c$ ). L'équation 4.1 décrit ce comportement, présenté en figure 4.8-C. À l'image des travaux d'Alfano [Alfano et al., 2006], un frottement  $\tau_f$  proche de celui décrit par Coulomb a été implémenté pour le comportement en mode II/III (équation 4.4). Au lieu d'interdire tout déplacement dans le cône du frottement, une réponse élastique très rigide ( $K$ ) y est implémentée. Le faible déplacement généré permet le calcul d'un prédicteur élastique (équation 4.2). La position de la base du cône du frottement est décrite avec la variable  $u_t^0$ . Si l'effort sort de ce cône ( $\sigma_t^{el} > \tau_f$ ), un glissement se produit et cette position évolue (équation 4.3). Ce déplacement continue jusqu'à vérifier la condition  $\sigma_t^{el} \leq \tau_f$ . La figure 4.8-D résume le comportement en mode II/III. Expérimentalement, le frottement évolue fortement avec la température, notamment à cause de la dilatation transverse des méso-constituants. Ceci est traduit ici par une dépendance du frottement envers l'ouverture et la fermeture de l'interface ( $u_n$ ). Le frottement initial non-nul  $\tau_f = \tau_0$  correspondant à un déplacement tangentiel pur ( $u_n = 0$ ). Il augmente avec la fermeture de l'interface : à la refermeture complète des interfaces,  $u_n = d_c = -\Delta$  et  $\tau_f = \tau_c$ . Inversement, lorsque l'interface est complètement ouverte,  $u_n = d_0 = -\Delta + 2\delta$  et  $\tau_f = 0$ . L'évolution du frottement avec le déplacement normal est représenté en figure 4.8-B, elle est formalisée par l'équation 4.5.

**Implémentation** Le 3D C/C possède différentes méso-interfaces, décrites dans le tableau 4.6. Elles sont définies par les éléments avoisinants, la direction normale et leur surface. L'étude de la morphologie du matériau a montré une différence dans la composition en fonction de leur type, traduite ici par certaines valeurs géométriques à optimiser (ouverture initiale, rugosité). Le modèle a été intégré sous Abaqus sous forme de UMAT. La définition d'un USER MATERIAL permet d'appeler la UMAT et de définir les différents paramètres et les variables d'état. L'épaisseur fictive de l'interface est laissée à sa valeur par défaut, soit 1.0mm. L'utilisation d'une COHESIVE SECTION permet de relier le modèle cohésif aux éléments d'interfaces concernés. Les valeurs initiales définies sont la rigidité,  $K = 100.10^6$  MPa/mm et le coefficient de frottement,  $\mu = 0.300$ . Les autres valeurs ne sont pas présentées ici, elles restent à optimiser. À ce point, elles sont paramétrées pour obtenir un frottement à l'ambiante ( $u_n=0$ ) de 7MPa et 5MPa autour des baguettes X/Y et Z respectivement. L'évolution avec la température sera ajustée par la suite.

A

|           | 3D C/C | Baguettes Z | Octets |
|-----------|--------|-------------|--------|
| Ex (GPa)  | 120    | 15.0        | 19.3   |
| Ey (GPa)  | 120    | 15.0        | 19.3   |
| Ez (GPa)  | 120    | 473         | 19.3   |
| Gxy (GPa) | 2.75   | 1.10        | 8.39   |
| Gyz (GPa) | 2.25   | 1.70        | 8.39   |
| Gxz (GPa) | 2.25   | 1.70        | 8.39   |
| vxy       | 0.010  | 0.450       | 0.150  |
| vyz       | 0.005  | 0.250       | 0.150  |
| vxz       | 0.005  | 0.250       | 0.150  |

B

|           | 3D C/C | Sans octets | Sans bag.XY | Sans bag.Z | Int. parfaite |
|-----------|--------|-------------|-------------|------------|---------------|
| Ex (GPa)  | 120    | 117         | 1           | 119        | 130           |
| Ey (GPa)  | 120    | 117         | 1           | 119        | 130           |
| Ez (GPa)  | 120    | 119         | 119         | 1          | 132           |
| Gxy (GPa) | 2.75   | 0.99        | 0.67        | 1.85       | 2.82          |
| Gyz (GPa) | 2.25   | 0.80        | 0.24        | 1.56       | 2.43          |
| Gxz (GPa) | 2.25   | 0.80        | 0.24        | 1.56       | 2.43          |
| vxy       | 0.010  | 0.006       | 0.197       | 0.006      | 0.047         |
| vyz       | 0.005  | 0.003       | 0.001       | 0.150      | 0.046         |
| vxz       | 0.005  | 0.003       | 0.001       | 0.150      | 0.046         |

C

|           | dZ=0.2mm | dZ=0.4mm | dZ=0.8mm |
|-----------|----------|----------|----------|
| Ex (GPa)  | 121      | 120      | 119      |
| Ey (GPa)  | 121      | 120      | 119      |
| Ez (GPa)  | 119      | 120      | 119      |
| Gxy (GPa) | 2.95     | 2.75     | 2.38     |
| Gyz (GPa) | 2.15     | 2.25     | 2.38     |
| Gxz (GPa) | 2.15     | 2.25     | 2.38     |
| vxy       | 0.012    | 0.010    | 0.003    |
| vyz       | 0.004    | 0.005    | 0.003    |
| vxz       | 0.004    | 0.005    | 0.003    |

D

|           |           | Propriétés effectives du 3D C/C |          |           |           |
|-----------|-----------|---------------------------------|----------|-----------|-----------|
|           |           | Ex (GPa)                        | Ez (GPa) | Gxy (GPa) | Gxz (GPa) |
| Baguettes | Ez (GPa)  | 100%                            | 100%     | 2%        | 4%        |
|           | Ex (GPa)  | 0%                              | 4%       | 2%        | 0%        |
|           | Gxy (GPa) | 0%                              | 0%       | 31%       | 40%       |
|           | Gxz (GPa) | 0%                              | 0%       | 16%       | 24%       |
| Octets    | E (GPa)   | 0%                              | 4%       | 35%       | 31%       |

FIGURE 4.9 – Calcul des propriétés élastiques effectives du 3D C/C par simulation éléments finis. A : Propriétés des constituants après optimisation. B : Étude du rôle des constituants. C : Influence du pas de tissage. D : Sensibilité envers les principaux paramètres matériaux.

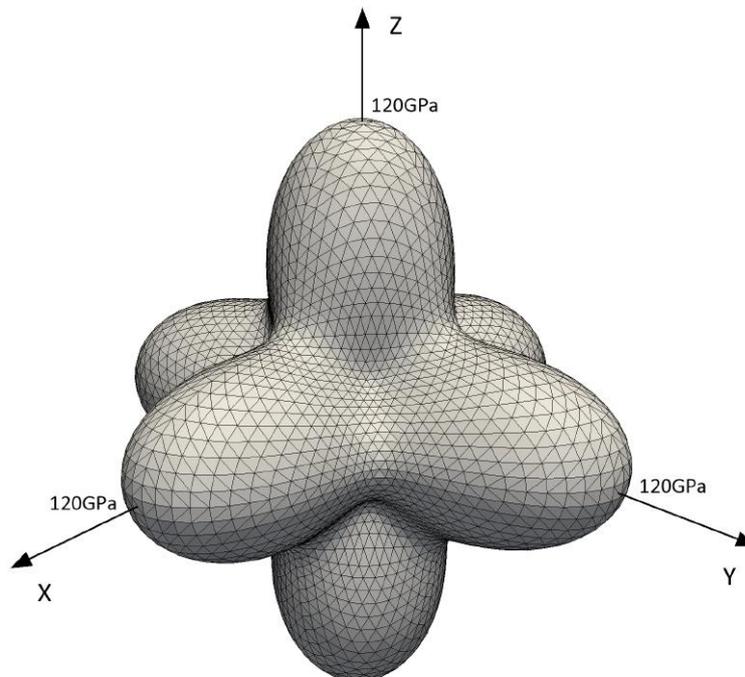


FIGURE 4.10 – Évolution spatiale du module élastique du 3D C/C en fonction de la direction de sollicitation.

#### 4.2.4 Optimisation des propriétés des constituants

**Méthode de calcul** Le calcul des propriétés effectives du composite repose sur des simulations avec conditions aux limites de type PMUBC (Periodic Mixed Uniform Boundary Conditions, [Pahr and Zysset, 2008]). En respect avec la condition de Hill, elles permettent d'estimer le tenseur de rigidité effectif du matériau à l'ambiante. Cette méthode requiert un maillage EF d'un volume élémentaire représentatif (VER) du matériau, soit ici un nombre entier de périodes de tissage dans chaque direction. L'enveloppe du maillage doit être un parallélépipède rectangle afin d'appliquer des conditions aux limites sur les faces. Des cas de sollicitations pures (tractions  $x$ ,  $y$  et  $z$ , cisaillements  $xy$ ,  $yz$  et  $xz$ ) sont simulés. Chaque cas simulé, connaissant le tenseur de déformation macroscopique (imposé) et le tenseur de contrainte (moyenné sur le volume), permet de compléter le tenseur de rigidité. Les propriétés des interfaces ne sont pas optimisées à ce stade, mais leurs réponses n'interviennent pas dans ce calcul du fait des faibles sollicitations. En supposant le tenseur de rigidité effectif orthotrope, il est possible de calculer les coefficients standards ( $E$  : module de Young,  $G$  : module de cisaillement et  $\nu$  : coefficient de Poisson).

**Optimisation des propriétés** Les propriétés élastiques des méso-constituants ont été optimisées afin de retrouver les propriétés effectives du 3D C/C issues de la littérature (tableau 4.3). Le comportement des éléments d'interface sera optimisé de façon indépendante plus loin. Les propriétés initiales des baguettes sont regroupées dans le tableau 4.1, celles des octets dans le tableau 4.2. Certains paramètres matériau resteront inchangés, comme le module transverse des baguettes est fixé à 15GPa. Également, le module de cisaillement axial-radial des baguettes, estimé par essai de torsion [Rémond, 1984], n'évoluera pas. Enfin les coefficients de Poisson, étant difficiles à estimer expérimentalement, ne seront optimisés. La figure 4.9-A présente les propriétés effectives du 3D C/C et celles des méso-constituants après optimisation. Hormis les coefficients de Poisson, les propriétés effectives correspondent aux données de la littérature. Le module axial des baguettes est légèrement réduit de 484GPa à 473GPa. Le module de cisaillement radial/radial est diminué, de 2.10GPa à 1.10GPa. Enfin, le module élastique des octets est augmenté à 19.3GPa. Certaines valeurs étant déjà très hypothétiques dans la littérature, il n'est pas étonnant qu'elles servent ici de variables d'ajustement. La figure 4.10 illustre l'anisotropie du matériau.

**Étude de sensibilité** La figure 4.9-B présente les propriétés élastiques effectives en ôtant certains constituants. Un 3D C/C sans octets voit sa rigidité en cisaillement divisée par 3. Ôter les baguettes diminue la rigidité dans leur direction respective ; les baguettes X/Y ont une plus grande contribution dans la résistance au cisaillement que les baguettes Z. Remplacer les interfaces avec glissement par des interfaces parfaites renforce légèrement les propriétés du composite. Ceci s'explique par un rechargement accru sur les constituants autour des baguettes. La figure 4.9-C présente l'influence du pas de tissage, montrant un effet limité sur les propriétés en cisaillement. La figure 4.9-D présente une étude de sensibilité des principales propriétés calculées du 3D C/C envers celles des constituants. Les propriétés axiales du composite dépendent quasi-uniquement des propriétés axiales des baguettes ; l'influence des propriétés radiales des baguettes est négligeable. Les modules de cisaillement du 3D C/C sont régis par les modules de cisaillement des baguettes et par le module élastique des octets de matrice. En plus de l'ancrage des baguettes X/Y, les octets semblent encore une fois jouer un rôle notable en dépit leurs faibles propriétés mécaniques

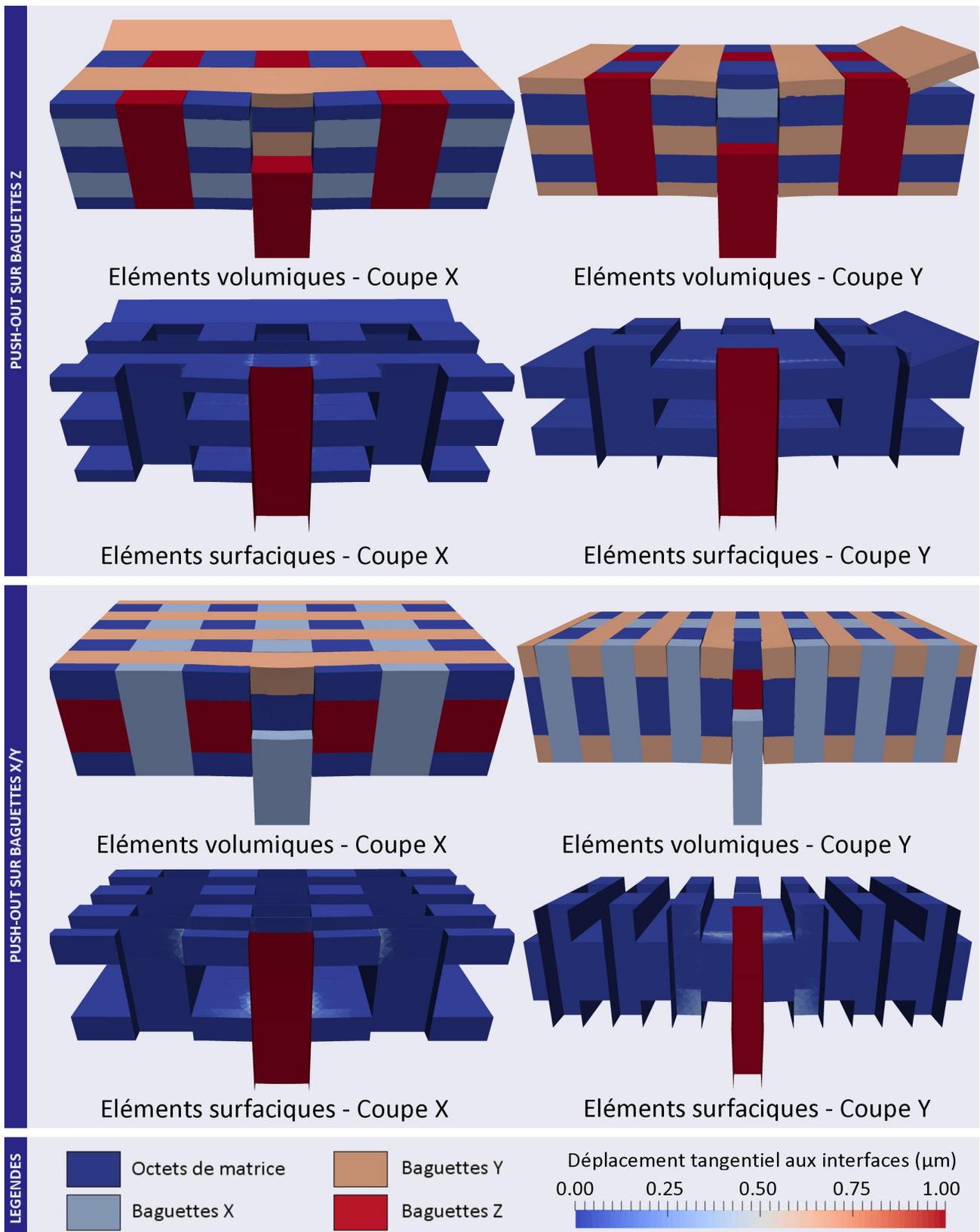


FIGURE 4.11 – Simulations d’essais de push-out sur baguettes X/Y et Z. Les maillages sont représentés avec une déformation exagérée (x20). Les éléments volumiques sont marqués par méso-constituant. Les éléments surfaciques sont décrits avec leurs déplacements tangentiels.

### 4.2.5 Optimisation des propriétés aux interfaces

**Implémentation** Les simulations d'essai de push-out permettent de valider le bon comportement des zones cohésives et d'optimiser leurs paramètres par confrontation avec les données expérimentales. Des essais de push-out sont ainsi simulés sur baguettes X/Y et Z, pour différentes épaisseurs et à haute température. Pour cela, des maillages de dimensions similaires aux échantillons réels ont été construits. Ils sont centrés autour de la baguette à pousser. Sur la face supérieure de la baguette, un ensemble de nœuds compris à l'intérieur d'un disque est contraint cinématiquement à un nœud maître. Ceci correspondant à l'appui de la pointe lors des essais. Ce nœud maître permet de réaliser l'essai en pilotant les nœuds de la face en effort comme en déplacement. Sur la partie inférieure, tous les points à l'extérieur d'un disque centré sur la baguette et de 2mm de diamètre sont bloqués. Ceci reproduit l'encastrement de l'échantillon collé sur le support percé. Pour les mesures, il suffit de prendre le déplacement et la réaction au nœud maître pilotant la face supérieure de la baguette poussée. Les efforts sont rapportés à l'aire autour de la baguette pour donner la contrainte de cisaillement ; le déplacement est rapporté à l'épaisseur de l'échantillon pour donner le déplacement relatif.

**Résultats de simulation** L'implémentation des éléments cohésifs a permis de reproduire les essais de push-out sur baguettes (figure 4.11). Comme observé expérimentalement, l'échantillon présente un endommagement localisé dans l'interface autour de la baguette sollicitée. Les essais sur baguettes X/Y présentent un endommagement légèrement plus prononcé. Ils montrent également un effet de bord avec des baguettes transverses décohérées et en torsion sur les faces supérieures et inférieures. Les courbes contrainte-déplacement confirment ces tendances (figures 4.12 et 4.13). Tout d'abord, les interfaces présentent un frottement de type Coulomb, avec une phase de chargement et une phase de glissement. Le renforcement de l'interface avec la température, causé par l'expansion thermique transverse des renforts, est également observé. Sur baguettes X/Y, l'apparition du plateau de glissement est plus tardive, probablement due au déplacement des baguettes transverses, effectuant une rotation puis pinçant l'interface et augmentant alors sa résistance. Sans cet effet de bord, les courbes auraient été similaires à celles sur baguettes Z, avec un plateau à 7MPa à l'ambiante. Les essais ont été reproduits pour différentes épaisseurs (1.6mm, 2.0mm, et 2.4mm), avec un comportement très similaire.

**Discussions et bilan** Par comparaison avec les données expérimentales, il a été possible d'ajuster les paramètres aux interfaces (tableau 4.7). Cette optimisation a permis de rapprocher les simulations des courbes expérimentales à l'ambiante (figure 4.14-A). La complexité des simulations de push-out sur baguettes X/Y rend le réglage des paramètres difficile, les valeurs choisies permettent cependant une bonne adéquation pour de faibles déplacements. Encore une fois, il faudrait considérer un palier de frottement à 7MPa de forme similaire aux essais sur baguettes Z. En comparant l'évolution des contraintes maximales avec la température (figure 4.14-B), les interfaces autour des baguettes Z suivent correctement les tendances expérimentales. Les interfaces autour des baguettes X/Y présentent également ce renforcement. L'implémentation reproduit correctement les mécanismes de glissement avec frottement aux méso-interfaces, et le renforcement en température. Même si les simulations de push-out sur baguettes X/Y présentent des effets de bord, celles sur baguettes Z reproduisent fidèlement les essais. En perspectives, il est possible de complexifier les modèles implémentés pour tenir compte des phénomènes de blocage et de l'usure des interfaces. Les blocages sont dus à un ancrage dans les octets de matrice, une modélisation par une interface endommageable avec énergie de cohésion permettrait de reproduire ce phénomène.

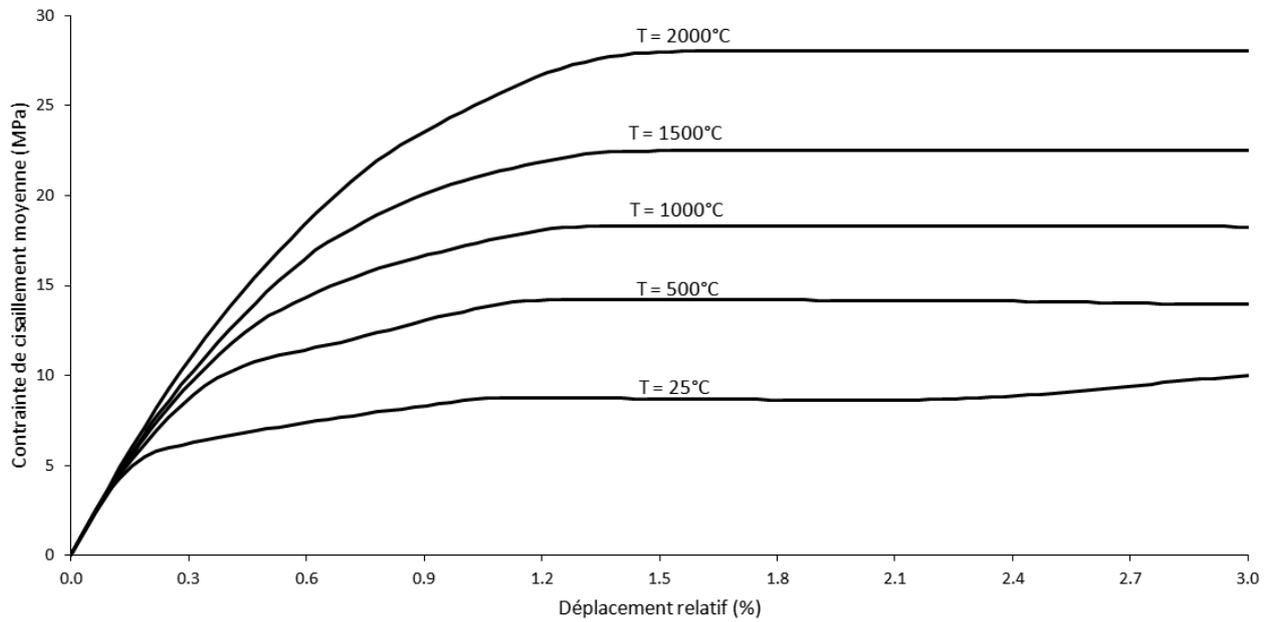


FIGURE 4.12 – Simulation d'un essai de push-out sur baguette X/Y à haute température.

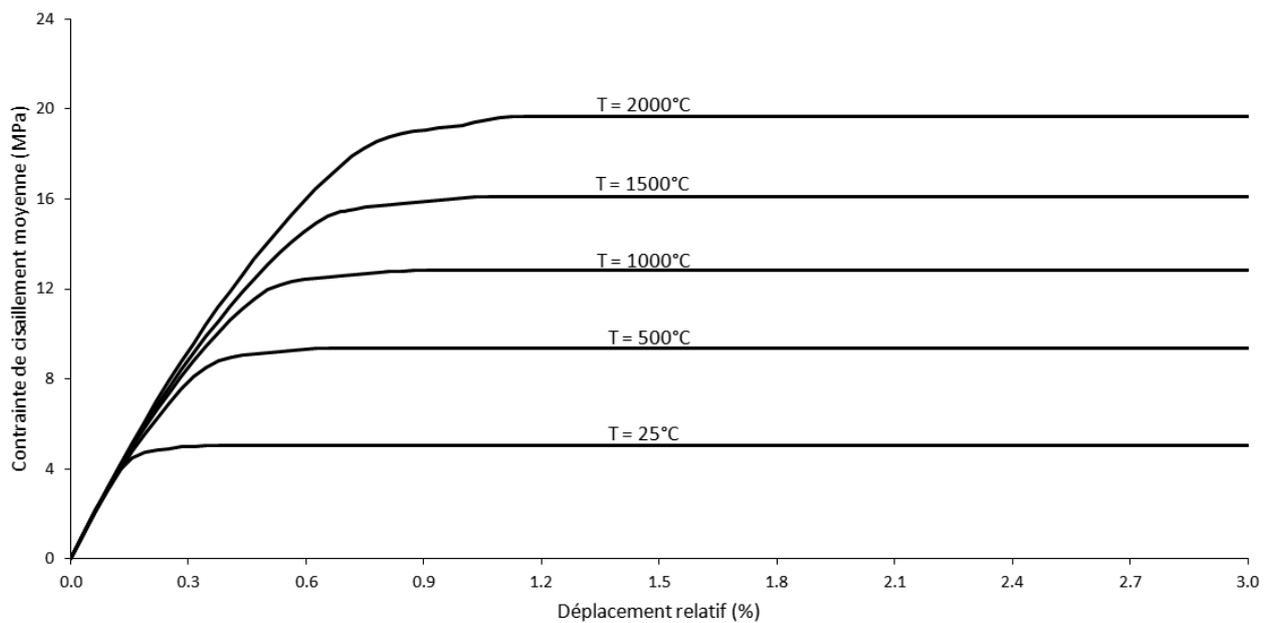


FIGURE 4.13 – Simulation de push-out sur baguette Z à haute température.

| Désignation   | $\Delta$ ( $\mu\text{m}$ ) | $\delta$ ( $\mu\text{m}$ ) | Kr (MPa/mm) | $\tau_F^{U_N=0}$ (MPa) | $\tau_F^{U_N=\Delta}$ (MPa) |
|---------------|----------------------------|----------------------------|-------------|------------------------|-----------------------------|
| int_bgy_bgz_x | 10.0                       | 6.25                       | 3300        | 8.00                   | 40.0                        |
| int_bgx_bgz_y | 10.0                       | 6.25                       | 3300        | 8.00                   | 40.0                        |
| int_bgx_bgy_z | 20.0                       | 12.5                       | 10700       | 5.00                   | 25.0                        |
| int_om_bgz_y  | 10.0                       | 6.25                       | 3300        | 8.00                   | 40.0                        |
| int_om_bgz_x  | 10.0                       | 6.25                       | 3300        | 8.00                   | 40.0                        |
| int_om_bgy_z  | 20.0                       | 12.5                       | 10700       | 5.00                   | 25.0                        |
| int_om_bgy_x  | 10.0                       | 6.25                       | 3300        | 8.00                   | 40.0                        |
| int_om_bgx_z  | 20.0                       | 12.5                       | 10700       | 5.00                   | 25.0                        |
| int_om_bgx_y  | 10.0                       | 6.25                       | 3300        | 8.00                   | 40.0                        |

TABLE 4.7 – Propriétés optimisées des méso-interfaces.

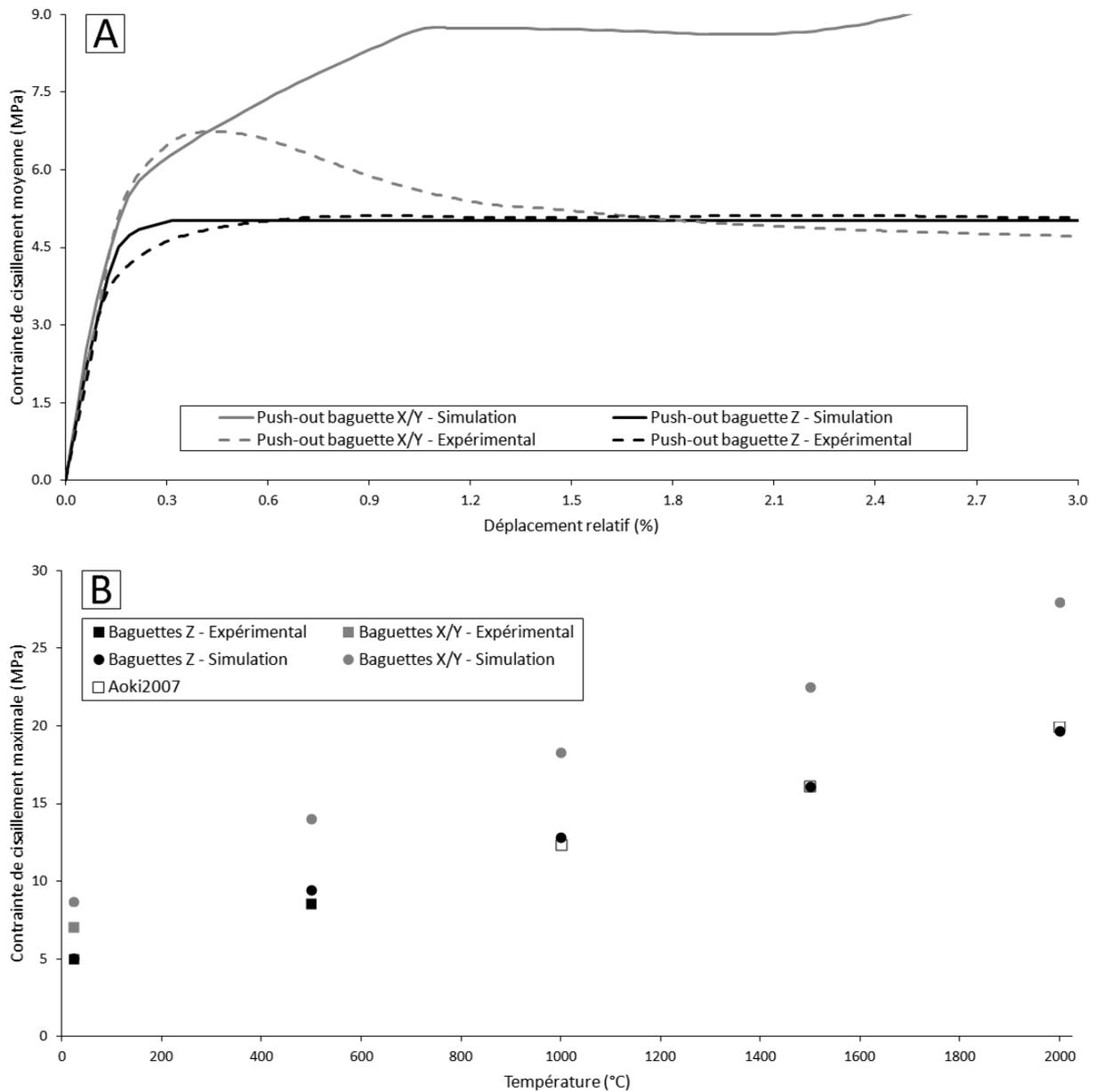


FIGURE 4.14 – Comparatif avec les données expérimentales. A : Courbes contrainte-déplacement. B : Évolution de la contrainte avec la température.

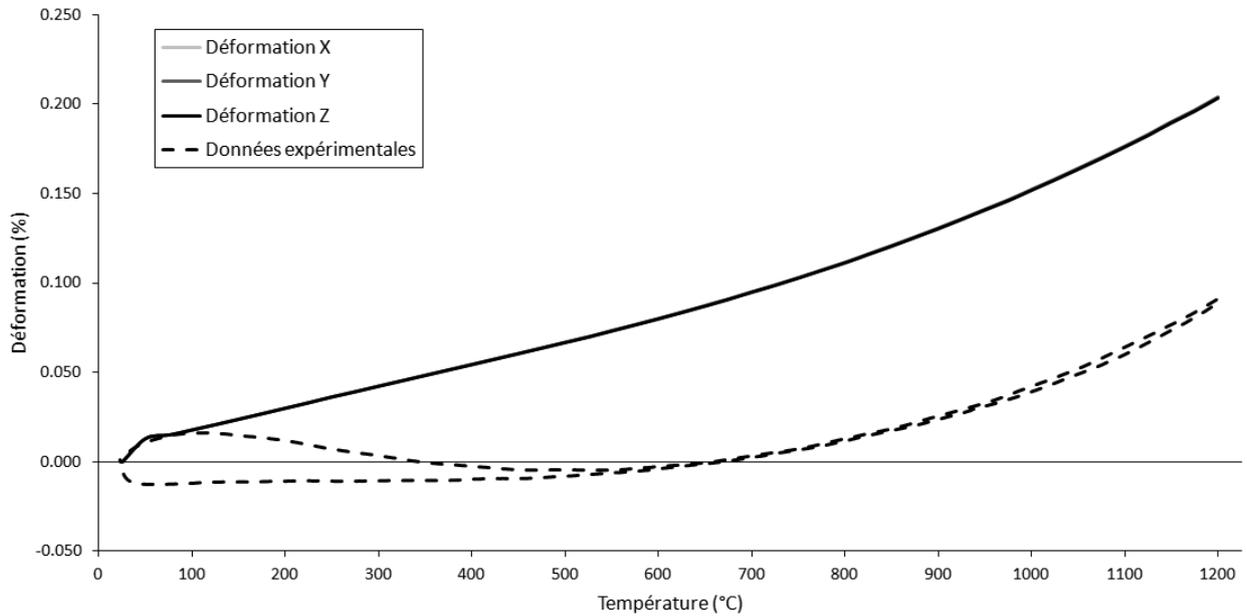


FIGURE 4.15 – Simulations d'un cycle de chauffage/refroidissement entre 25°C et 1200°C sur une période du 3D C/C avec interfaces parfaites. Les conditions aux limites sont de type PMUBC.

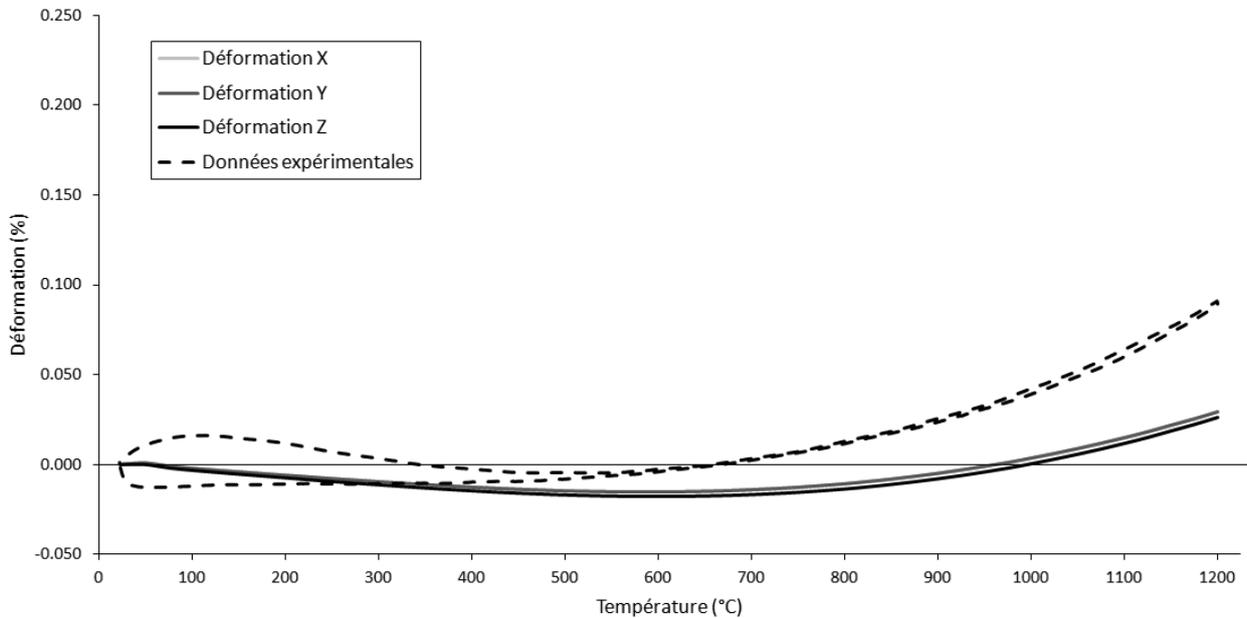


FIGURE 4.16 – Simulations d'un cycle de chauffage/refroidissement entre 25°C et 1200°C sur une période du 3D C/C avec éléments cohésifs aux interfaces. Les conditions aux limites sont de type PMUBC.

### 4.2.6 Validation de l'expansion thermique

**Homogénéisation** De même que pour les propriétés élastiques, il est possible de calculer l'expansion thermique effective en appliquant des conditions aux limites de type PMUBC sur un VER cubique du matériau. Dans ce cas précis, les déplacements normaux aux faces du cube sont interdits, annulant alors les déformations macroscopiques. En simulation, le chauffage provoque une évolution du tenseur de contrainte moyenné sur le volume. Ce dernier permet, par inversion la loi de Hooke, d'exprimer le tenseur d'expansion thermique à chaque température simulée. Des simulations ont été réalisées sur un maillage avec interfaces parfaites (figure 4.15) et avec interfaces frottantes (figure 4.16) et sont comparées aux valeurs expérimentales. Tout d'abord, le modèle avec interfaces frottantes correspond mieux aux essais. Sa forme et sa partie négative  $y$  sont retrouvées. L'expansion thermique du modèle avec interfaces parfaites est plus élevée. Les interfaces frottantes absorbent l'expansion thermique transverse des baguettes. Il y a cependant un écart entre les données expérimentales et les simulations avec interfaces frottantes. L'expansion thermique observée est quasi-identique à celle des baguettes. Il est possible que des phénomènes de blocage (non modélisé ici) renforcent davantage les interfaces, augmentant l'influence des expansions transverses des constituants.

**Simulation de dilatométrie** La simulation des essais de dilatométrie s'inspire des conditions expérimentales des essais réalisés au LCTS. Les simulations reproduisent un chauffage de 25°C à 1200°C, suivi d'un refroidissement pour revenir à 25°C. Les propriétés matériaux sont mises à jour continuellement. Les conditions aux limites permettent de simuler une expansion thermique libre de toute contrainte. Pour cela, des conditions aux limites appliquées sur trois points non alignés bloquent entièrement les mouvements de corps rigide pendant le chauffage tout en laissant l'ensemble dilater librement. Les simulations sont réalisées sur des maillages avec enveloppes cubiques pour simplifier les mesures de déformation. Le déplacement est mesuré sur chaque face dans les directions normales respectives. La moyenne est faite sur l'ensemble des nœuds de chaque face, la différence entre les déplacements des faces opposées est rapportée à la dimension du maillage dans cette direction, donnant la déformation. Les déformations sont calculées à chaque température simulée. La figure 4.17 présente d'une part le maillage avec déformation exagérée (x100) et d'autre part les déplacements tangentiels aux interfaces. Différentes tailles d'échantillon sont simulées (1.6mm, 3.2mm et 4.8mm). Tout d'abord, les maillages déformés mettent en avant les effets de bords liés à l'essai. Les baguettes en bord d'échantillon subissent de grands déplacements à cause d'effets de structure (pincements). Ensuite, les déplacements tangentiels aux interfaces mettent en avant le cisaillement causé par l'anisotropie des baguettes. Également, la refermeture des interfaces montre qu'elles ont absorbé la dilatation transverse des constituants. La figure 4.18 présente les déformations moyennes dans chaque direction. La figure 4.19 présente les déplacements tangentiels moyens des interfaces autour des baguettes. L'endommagement macroscopique est nettement visible sur les courbes, avec la non-réversibilité de l'essai (déformation résiduelle). Cependant, l'endommagement préférentiel suivant  $Z$  observé dans les essais sur petits échantillons n'est pas réellement observé. Ici, il est symétrique et principalement dû à des effets de bord. Introduire les phénomènes de blocage observés expérimentalement entre les interfaces autour des baguettes  $X/Y$  et celles autour des baguettes  $Z$  permettrait probablement de pallier ce problème. Également, la différence de forme (partie négative, etc.) n'est pas surprenant au vu de l'endommagement et de la différence des volumes des échantillons simulés par rapport à ceux des essais. Des volumes de tailles supérieures n'ont pas été considérés par manque de temps et par limitations liées aux moyens de calculs. La différence de forme par rapport aux courbes avec conditions périodiques montre que le VER est beaucoup plus grand que les volumes considérés ici.

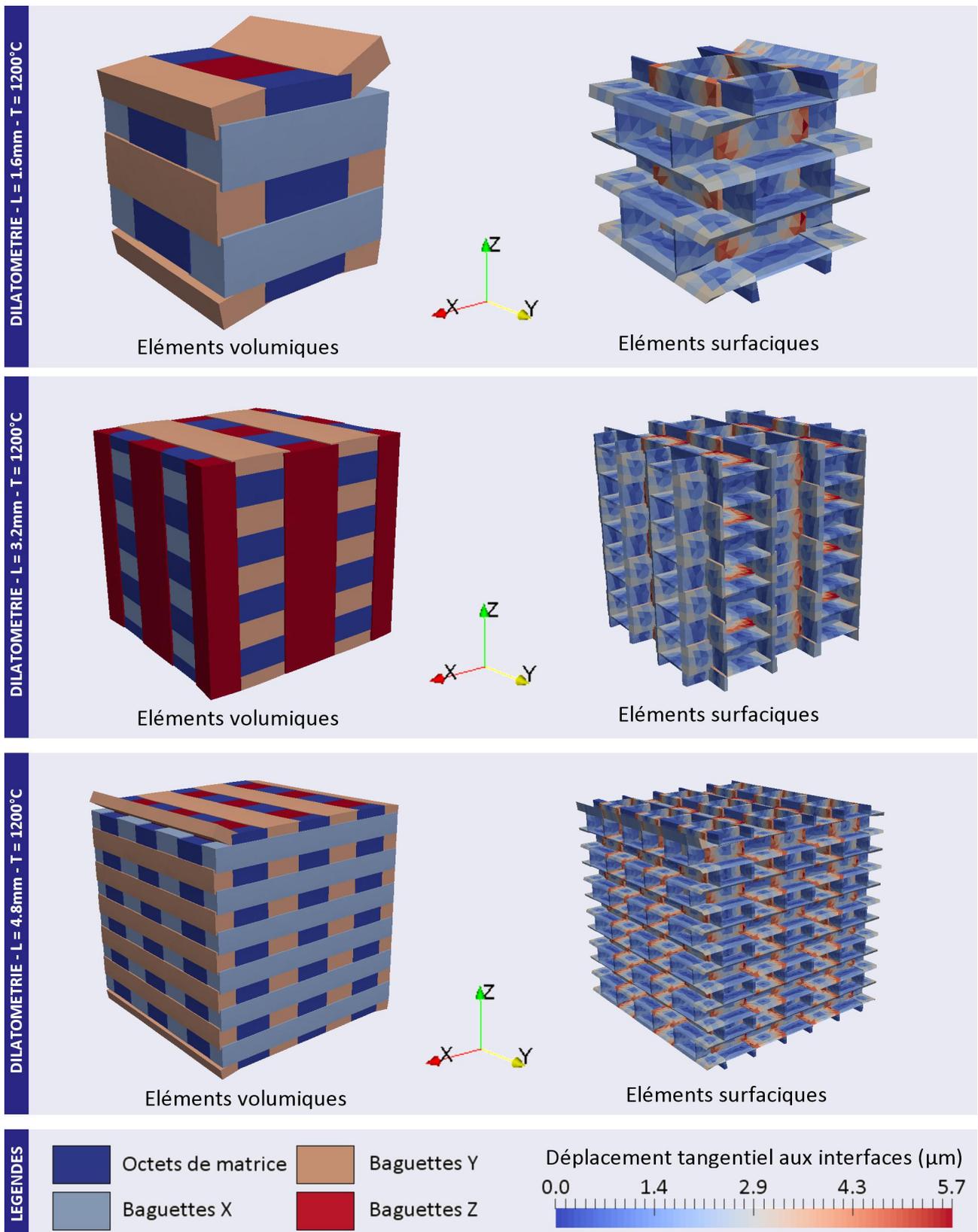


FIGURE 4.17 – Simulations de l'expansion thermique à 1200°C de cubes de dimensions 1.6mm, 3.2mm et 4.8mm. Les maillages sont représentés avec une déformation exagérée (x100). Les éléments volumiques sont marqués par méso-constituant. Les éléments surfaciques sont décrits avec leurs déplacements tangentiels.

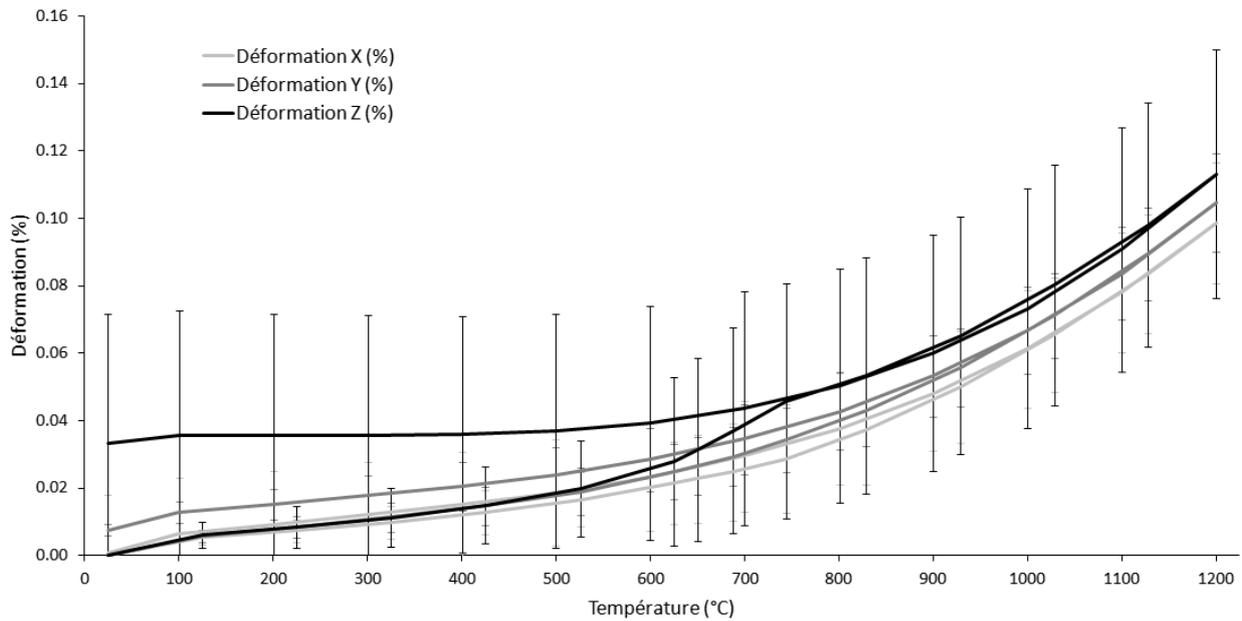


FIGURE 4.18 – Simulation d'un cycle de chauffage/refroidissement entre 25°C et 1200°C sur un échantillon de 3D C/C cubique de 4.8mm de côté. Mesure de la déformation suivant chaque direction, les barres d'erreur sont liées à l'écart-type des déplacements aux nœuds.

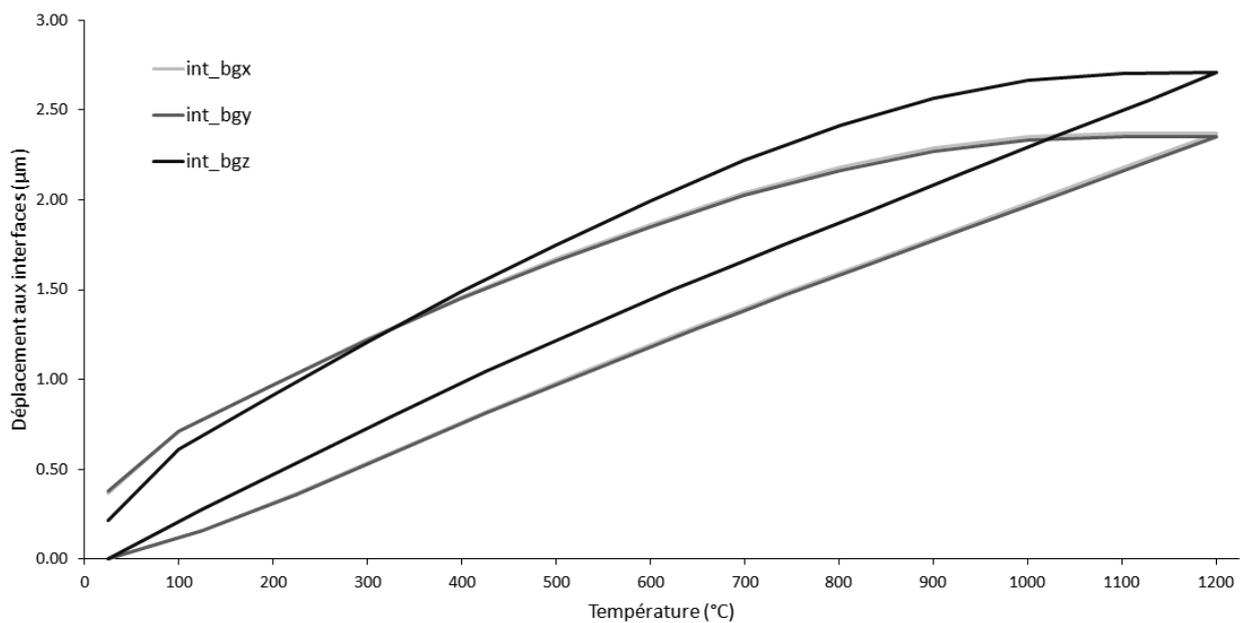


FIGURE 4.19 – Simulation d'un cycle de chauffage/refroidissement entre 25°C et 1200°C sur un échantillon de 3D C/C cubique de 4.8mm de côté. Mesure du déplacement moyen aux interfaces autour des baguettes X, Y et Z.

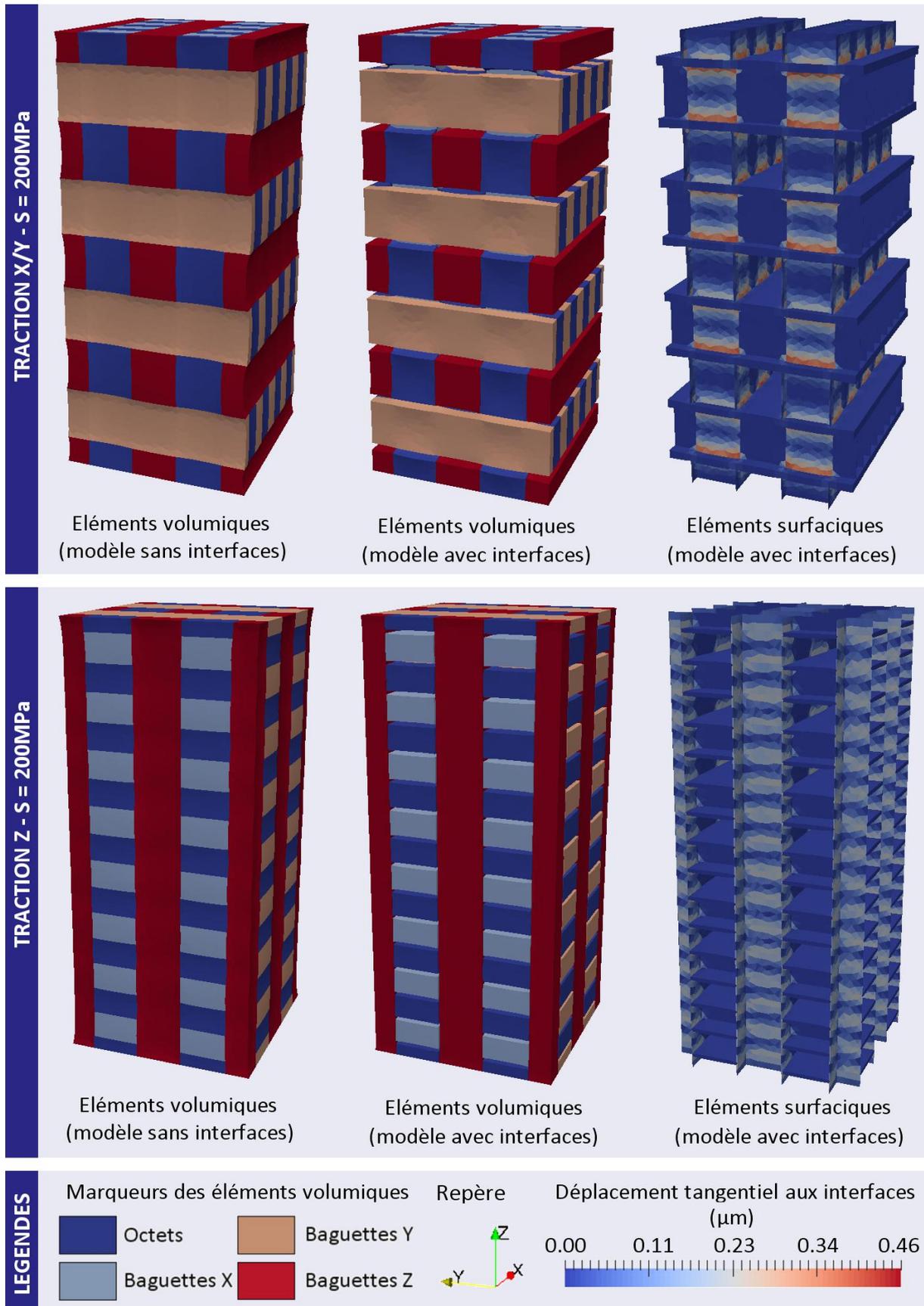


FIGURE 4.20 – Simulations d’essais de traction X/Y et Z sur le 3D C/C. Les maillages sont représentés avec une déformation exagérée (x100). Les éléments volumiques sont marqués par méso-constituant. Les éléments surfaciques sont décrits avec leurs déplacements tangentiels.

## 4.3 Simulations d'essais de caractérisation

Dans les sections précédentes, un modèle du 3D C/C à l'échelle mésoscopique a été proposé. Les propriétés des méso-constituants ont été optimisées pour retrouver celles du composite par homogénéisation. Un modèle d'interface a également été développé permettant de reproduire de manière satisfaisante les essais de push-out et de dilatométrie. Cette section s'attache maintenant à présenter les possibilités des modèles au travers de différents cas d'application. Il s'agit d'essais de traction/compression suivant et en dehors des axes de renfort, des essais de torsion Z, etc. L'effet de la température et les mécanismes d'endommagement sont discutés.

### 4.3.1 Tractions/compressions axiales HT

**Implémentation** Les maillages retenus pour simuler les essais sont parallélépipédiques, de section 3.2mmx3.2mm et de hauteur 6.4mm. Ces éprouvettes sont suffisamment grandes pour faire apparaître les mécanismes prépondérants, et suffisamment petites pour avoir des temps de calcul raisonnables. Les conditions aux limites sont appliquées aux faces supérieure et inférieure. La face inférieure est encadrée (tous déplacements bloqués aux nœuds). Sur la face supérieure, les déplacements transverses sont interdits et les déplacements normaux sont égaux (contrainte cinématique sous Abaqus). Il est possible de piloter la simulation en déplacement ou en effort via un nœud maître. Dans le cas de l'effort, la contrainte répartit automatiquement l'effort aux nœuds en fonction de leurs rigidités respectives. La déformation axiale est calculée à partir du déplacement du nœud maître sur la face supérieure. Les déplacements de la face inférieure étant nuls, il suffit de le rapporter à la hauteur de l'éprouvette. La déformation transverse n'est pas calculée, l'effet Poisson est très limité sur ce matériau. La contrainte est obtenue en rapportant l'effort au nœud maître à la section. En pratique, un essai piloté en déplacement est d'abord réalisé pour obtenir l'enveloppe contrainte-déformation. Ensuite, des points d'efforts sont relevés régulièrement sur la courbe. Ceci permet de réaliser des essais cyclés où le pilotage en force est recalé sur ces points, permettant de placer les cycles à des niveaux de déformations choisies. Les essais en température requièrent une étape préalable : un chauffage sans déplacement imposé sur la face supérieure (à l'exception de la contrainte cinématique) permet d'estimer un déplacement sous contrainte. Ce déplacement est ajouté lors des simulations à chaud afin d'éviter de commencer un essai avec une éprouvette en compression. Autrement dit, cette phase permet de compenser l'expansion thermique de l'éprouvette lors de la chauffe.

**Essais à l'ambiante** La figure 4.20 présente les maillages avec déformations exagérées pendant un essai de traction (contrainte à 200MPa) dans les directions X/Y et Z. À titre de comparaison, les maillages avec interfaces parfaites sont présentés pour mettre en avant l'influence des interfaces frottantes. Dans le cas des interfaces frottantes, les éléments surfaciques sont présentés avec leurs déplacements tangentiels. Lors de la traction, les baguettes sollicitées reprennent la majorité des efforts et se déforment. Cette déformation provoque un glissement transverse de très faible amplitude ( $<1\mu\text{m}$ ) aux interfaces travaillant en cisaillement. Ce glissement est en apparence plus faible dans la direction X/Y, il est mieux réparti sur les strates plus nombreuses. Les éléments transverses formant ces strates s'éloignent simplement les uns des autres avec l'ouverture des interfaces travaillant suivant leur direction normale. En compression à l'ambiante, seuls les sens sont inversés. Les décohésions initiales des interfaces permettent aux éléments transverses de se rapprocher, atteignant de fortes contraintes avant le contact. Les figures 4.21 et 4.22 présentent des essais de traction/compression cyclés à l'ambiante dans les directions X/Y et Z. Les figures 4.23 et 4.24 présentent les déplacements tangentiels moyens aux interfaces correspondants. Les cycles ont été réalisés à 50, 100, 150 et 200MPa. Pour rappel, la rupture des éléments volumiques n'est pas modélisée, l'éprouvette ne peut pas rompre.

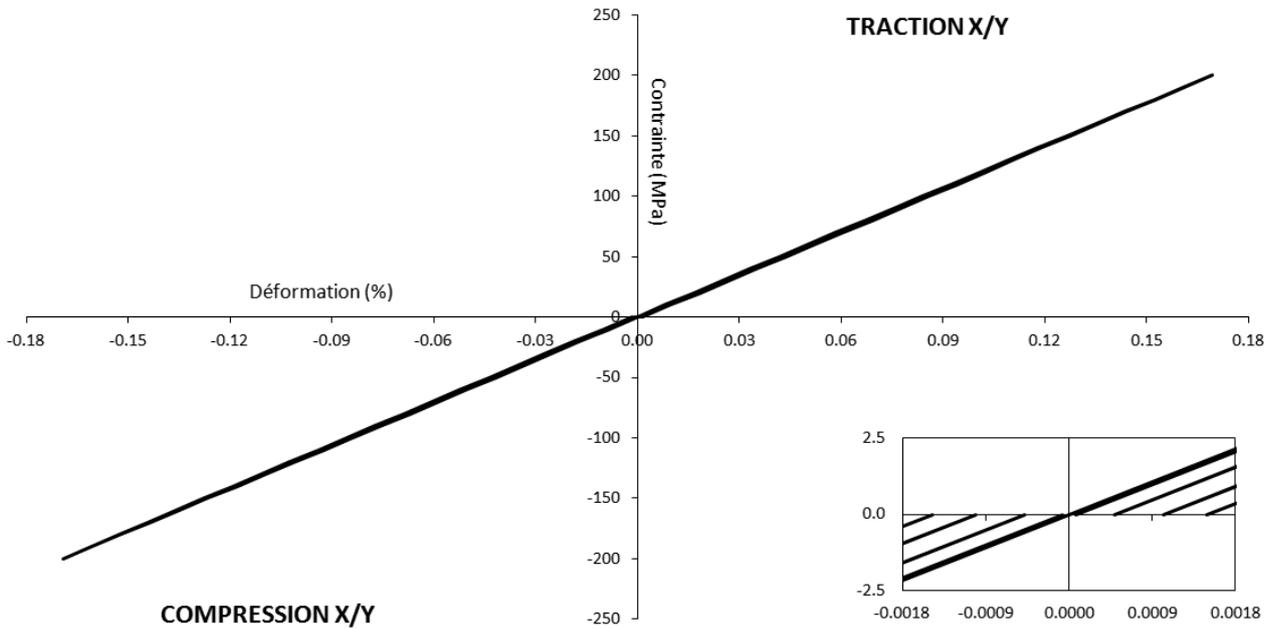


FIGURE 4.21 – Courbes contrainte-déformation provenant de simulations d’essais de traction/compression sur le 3D C/C dans la direction X/Y, cyclés et à l’ambiante. Un agrandissement est réalisé dans le cadran inférieur droit.

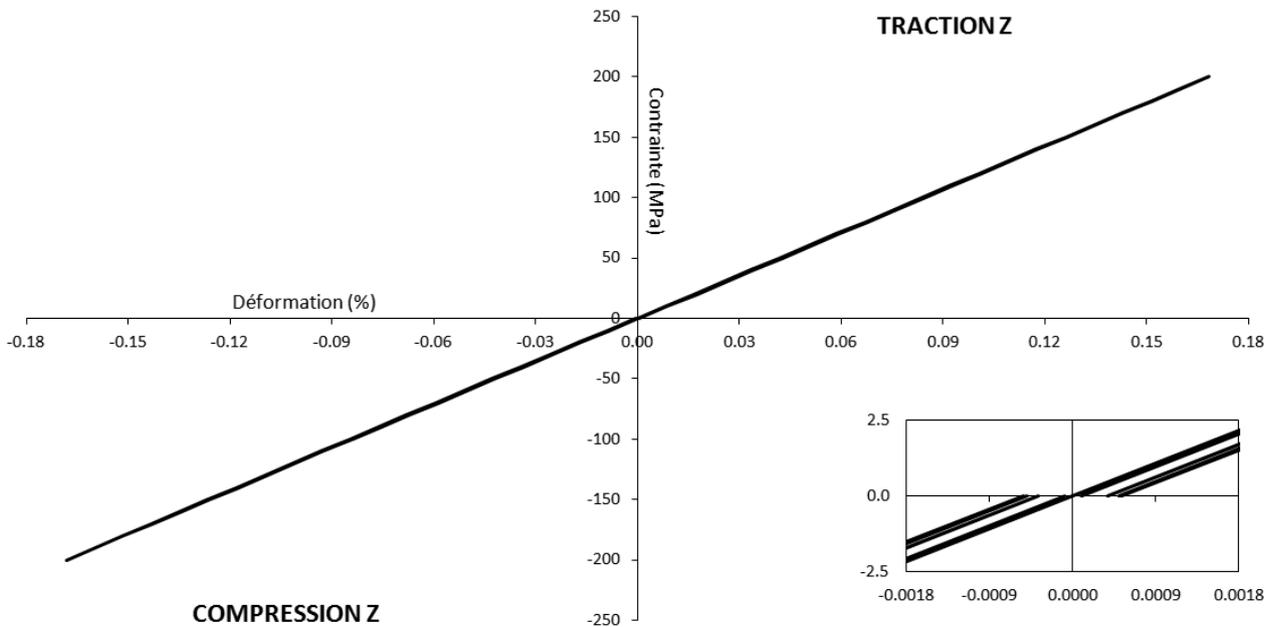


FIGURE 4.22 – Courbes contrainte-déformation provenant de simulations d’essais de traction/compression sur le 3D C/C dans la direction Z, cyclés et à l’ambiante. Un agrandissement est réalisé dans le cadran inférieur droit.

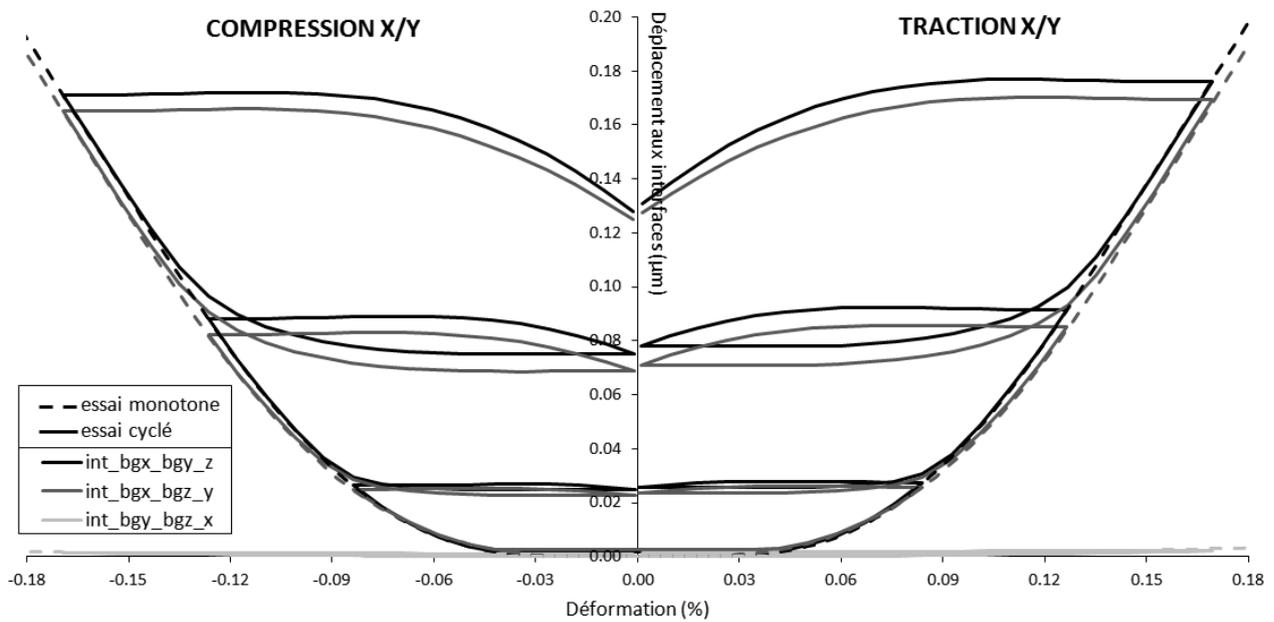


FIGURE 4.23 – Déplacements tangentiels aux interfaces lors de simulations d'essais de traction/compression sur le 3D C/C dans la direction X/Y, cyclés et à l'ambiante.

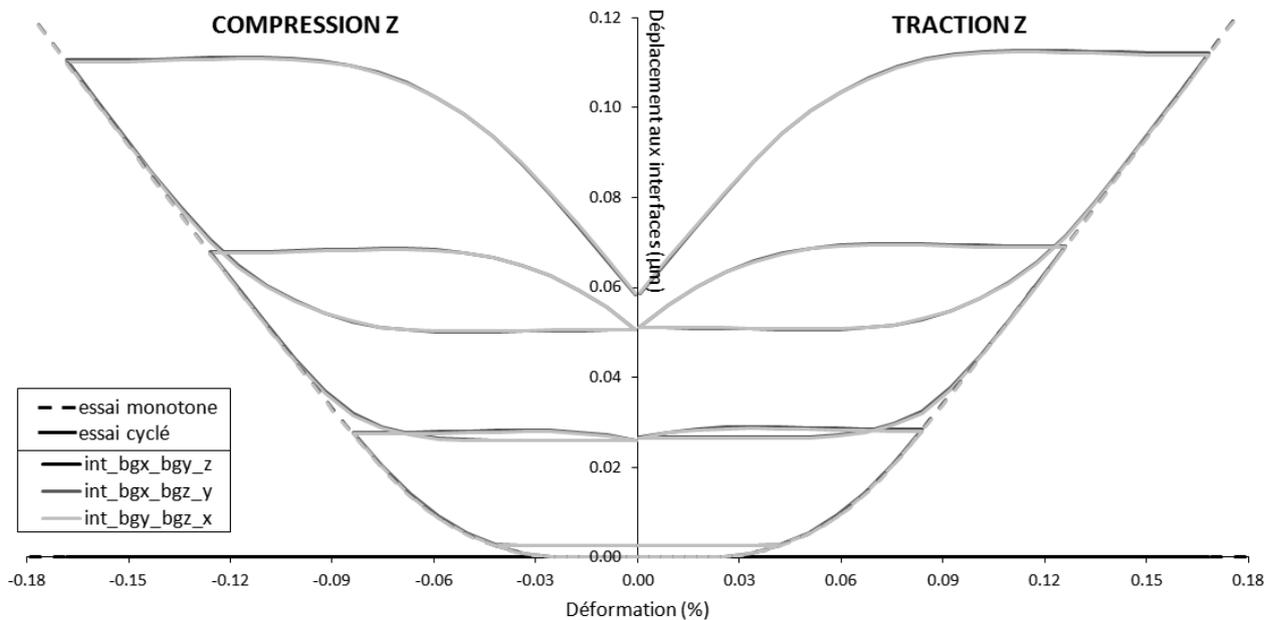


FIGURE 4.24 – Déplacements tangentiels aux interfaces lors de simulations d'essais de traction/compression sur le 3D C/C dans la direction Z, cyclés et à l'ambiante.

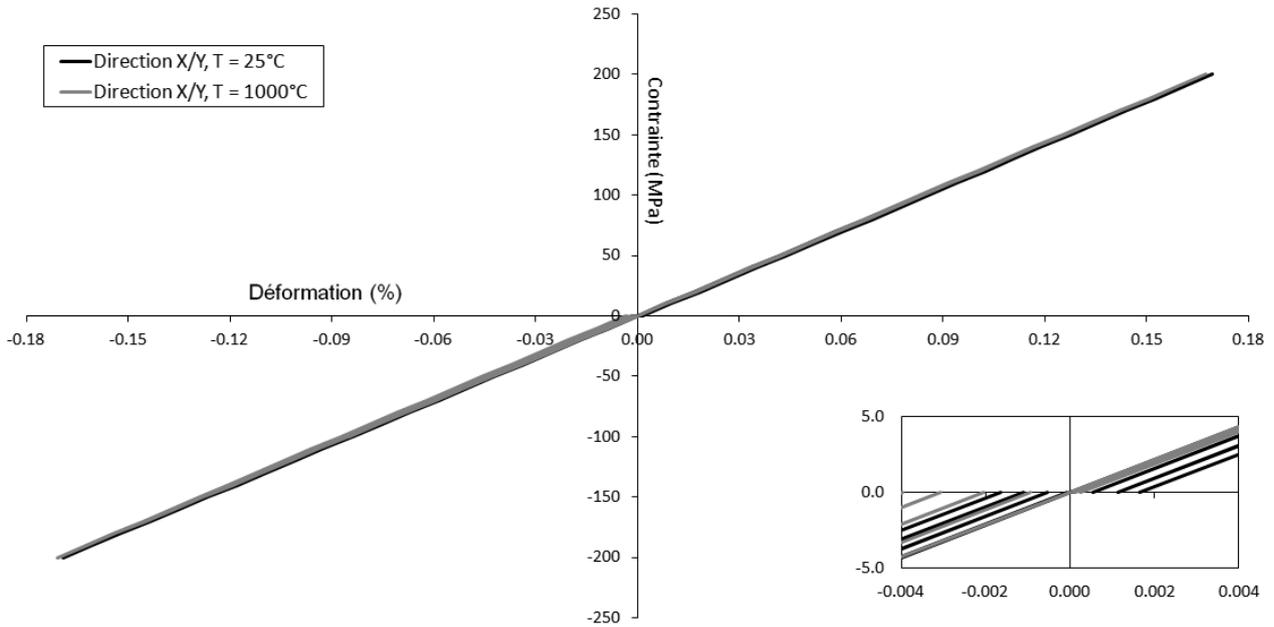


FIGURE 4.25 – Courbes contrainte-déformation provenant des simulations d’essais de traction/compression sur le 3D C/C dans la direction X/Y, cyclés et à différentes températures. Un agrandissement est réalisé dans le cadran inférieur droit.

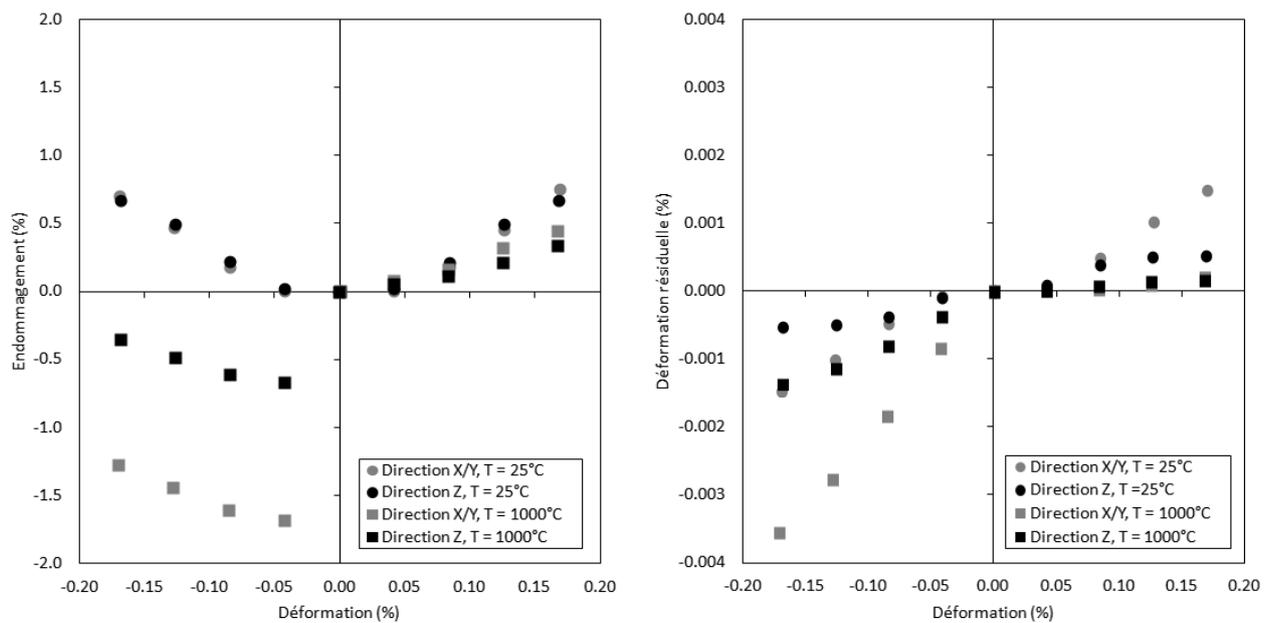


FIGURE 4.26 – Endommagement et déformation résiduelle extraits des simulations d’essais de traction/compression cyclés suivant X/Y et Z, à différentes températures.

Tout d'abord, dans les deux directions les essais présentent un comportement très faiblement endommageable, avec des cycles très peu ouverts et des déformations résiduelles négligeables ( $<0.01\%$ ). Ceci s'explique avec la rigidité des baguettes, importante devant les faibles propriétés des méso-interfaces. Les déformations résiduelles sont causées par l'effet dissipatif du frottement aux interfaces. La réponse lors des essais est régie principalement par la réponse élastique des baguettes. Les essais suivant X/Y sollicitent plus les interfaces, probablement une conséquence du pas de tissage : ceci se retrouve avec des cycles plus ouverts et des déformations résiduelles plus importantes (mais très faible). Si le modèle reproduit correctement les essais de traction, il fonctionne moins bien en compression. En effet, les modèles sont focalisés sur les glissements aux interfaces, l'endommagement des baguettes n'a pas été intégré dans les modèles.

**Effet de la température** Les caractérisations des interfaces n'ayant pas été faites au-delà de  $1000^{\circ}\text{C}$ , les simulations ont été réalisées jusqu'à cette température. La figure 4.25 présente l'effet de la température sur des essais de traction/compression cyclés dans la direction X/Y. À cette température, les propriétés mécaniques des éléments volumiques restent inchangées. Par contre, l'expansion thermique des méso-constituants referme et donc renforce les interfaces. La partie endommagement du comportement est extrêmement limitée suivant cet axe de sollicitation. Cependant, la température fait sensiblement évoluer les faibles déformations résiduelles. En traction, la résistance accrue des interfaces réduit la déformation résiduelle ; en compression, c'est l'opposé avec une déformation résiduelle doublée. Ceci est simplement dû à l'augmentation du frottement aux interfaces, augmentant leur contribution à l'échelle macroscopique. Des observations similaires ont été réalisées dans la direction Z.

**Bilan et perspectives** La figure 4.26 présente deux graphes résumant les essais de traction/compression dans les directions X/Y et Z et aux différentes températures. En mesurant l'endommagement (ratio du module courant sur le module élastique initial), le comportement faiblement endommageable apparaît clairement. À  $0.20\%$  de déformation, la contrainte du matériau est d'environ  $240\text{MPa}$ , proche de sa rupture (autour de  $240\text{MPa}$ ). La perte de rigidité, provoquée par les glissements aux interfaces est inférieure à  $1\%$ . Lors du chauffage, les interfaces se referment, augmentant mécaniquement leur résistance au cisaillement. Ceci se concrétise par un endommagement fortement réduit lors des essais de traction. En compression, l'évolution de l'endommagement reste la même. Cependant, le module initial est supérieur à sa valeur à l'ambiante de près de  $2\%$  suivant X/Y et de près de  $1\%$  suivant Z. Avec la fermeture des interfaces, les éléments transverses semblent recharger de façon croissante avec la température, augmentant le module apparent. Ce phénomène n'est pas observé en traction, les interfaces travaillent alors en ouverture. En mesurant les déformations résiduelles, les valeurs rejoignent les observations réalisées précédemment. La température réduit ces dernières en traction et les augmente en compression. Cependant, les déformations résiduelles restent très faibles, avec des valeurs en dessous de  $0.01\%$ . Il existe quelques points d'amélioration à apporter aux modèles pour se rapprocher des mécanismes observés expérimentalement : les interfaces apportent peu aux essais de traction suivant les axes de sollicitation X/Y et Z. Le premier point concerne l'endommagement des méso-constituants (octets, baguettes). Les micro-flambements lors de la compression au sein des baguettes peuvent être modélisés et compléter le modèle élastique linéaire. Également, l'effet de la température est ici limité aux interfaces. Au-delà de  $2000^{\circ}\text{C}$ , les propriétés des carbones graphitiques sont fortement dégradées et des phénomènes complexes apparaissent (fluage). Il serait peut-être intéressant d'implémenter des modèles plus adaptés, avec par exemple de la viscoplasticité, pour mieux replacer le matériau dans son contexte d'utilisation.

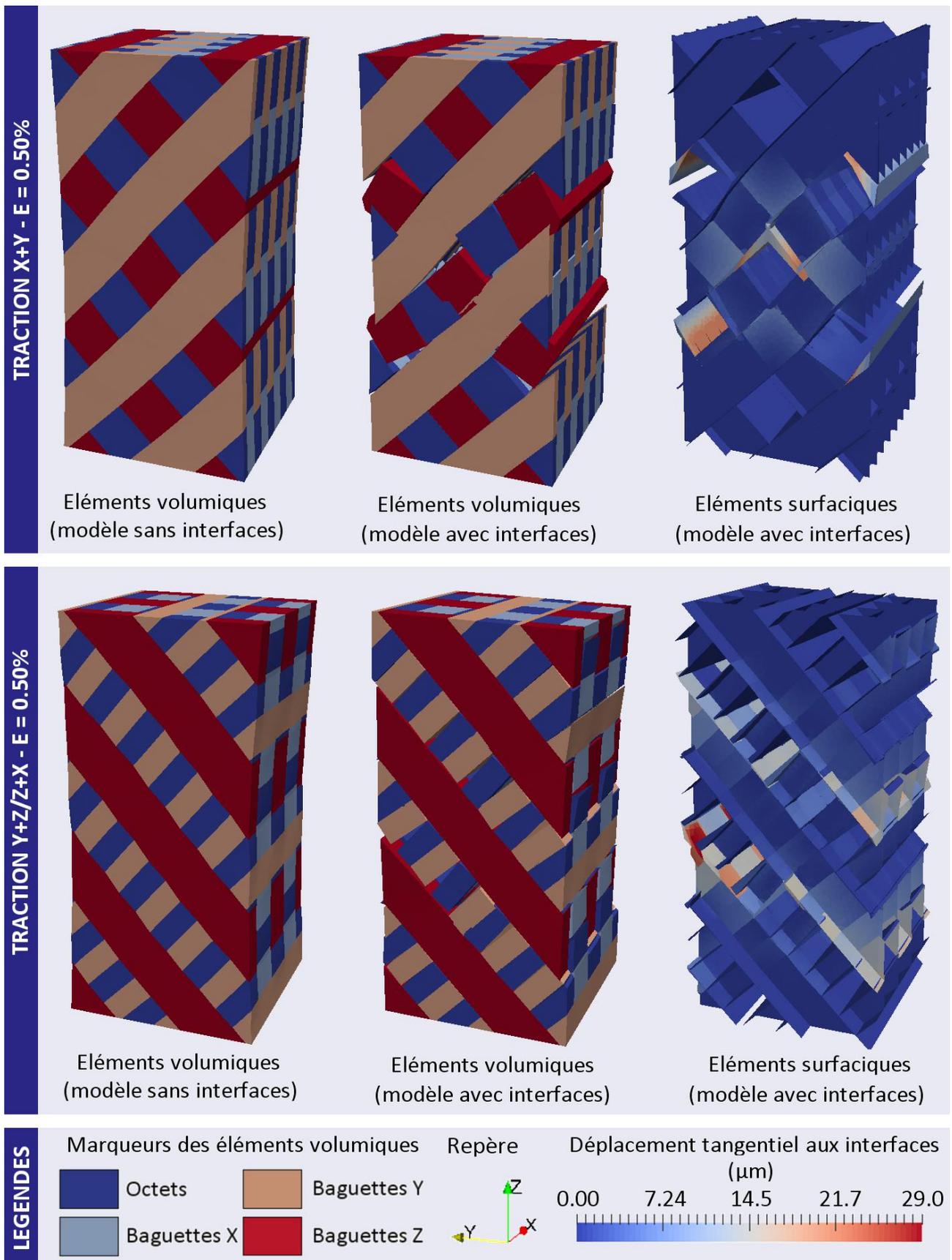


FIGURE 4.27 – Simulations d’essais de traction X+Y et Y+Z/Z+X sur le 3D C/C. Les maillages sont représentés avec une déformation exagérée (x10). Les éléments volumiques sont marqués par méso-constituant. Les éléments surfaciques sont décrits avec leurs déplacements tangentiels.

### 4.3.2 Traction/compression hors-axe HT

**Implémentation** Les essais à  $45^\circ$  sont particulièrement intéressants pour valider le comportement des interfaces et comparer avec la littérature. La rupture des éprouvettes est principalement due aux glissements aux interfaces et non à l'endommagement des éléments volumiques (non modélisé). Les maillages retenus pour effectuer les essais de tractions/compressions hors-axe sont d'enveloppes identiques à ceux utilisés pour les essais suivant les axes. Les éprouvettes ont une section de  $3.2\text{mm} \times 3.2\text{mm}$  et une hauteur de  $6.4\text{mm}$ . Les conditions aux limites sont appliquées de façon similaire. Les données en contrainte/déformation sont obtenues de la même manière. Il est également possible d'effectuer des essais monotones comme cyclés pour mettre en avant l'endommagement. Les essais en température requièrent de compenser l'expansion thermique initiale.

**Essais à l'ambiante** La figure 4.27 illustre les simulations de traction à  $45^\circ$ , suivant  $X+Y$  et  $Y+Z/Z+X$ , à l'ambiante. À titre comparatif, des maillages avec interfaces parfaites sont également présentés pour mettre en avant le rôle des interfaces frottantes. Pour les tractions  $X+Y$ , les maillages avec déformations exagérées montrent le roulement des baguettes  $Z$  placées transversalement. Elles sont sujettes au cisaillement induit par le glissement des baguettes  $X$  et  $Y$ . Ce phénomène avait été observé dans la littérature par Hatta [Hatta et al., 2005a]. Dans la direction  $Y+Z/Z+X$ , des observations similaires ont été faites. Les baguettes  $X/Y$  placées transversalement, ainsi que les octets de matrice, sont sujets à des roulements, pour des raisons similaires. L'analyse des déplacements transverses aux interfaces met en avant les plans de glissement lors de ces essais. Malgré la petite taille des éprouvettes, il est possible de relier l'endommagement macroscopique à des glissements aux interfaces depuis les bords du maillage. La forte sensibilité des essais envers les effets de bord avait déjà été observée lors des travaux de Crestia [Crestia et al., 1999] via des essais suivant les axes de tissage sur le 3D C/C. Cette sensibilité, en dehors des axes de renfort, avait été observée par Ladevèze et Aubard [Ladevèze et al., 2000, Cluzel and Ladevèze, 1998, Aubard et al., 2000] sur le C/C 4D de SEP (Société Européenne de Propulsion). Le modèle permet de reproduire efficacement les phénomènes de glissement aux interfaces causant la rupture à l'échelle macroscopique. Les figures 4.28 et 4.29 présentent les courbes contrainte-déformation des simulations de traction et de compression, monotones et cyclés, à l'ambiante, suivant  $X+Y$  et  $Y+Z/Z+X$ . Le comportement fortement endommageable hors-axe du composite est visible par une rupture de pente marquée et l'ouverture des cycles. Les deux directions présentent une transition rapide de la réponse élastique vers un plateau où les interfaces glissent avec frottement. Ce plateau est marqué par des cycles très ouverts et d'importantes déformations résiduelles ( $>0.1\%$ ). Comme observé expérimentalement [Poss, 1982], le 3D C/C est plus résistant suivant  $X+Y$  que  $Y+Z/Z+X$ . Les éléments transverses influencent probablement les essais, les baguettes  $Z$  placées transversalement semblent alors mieux "verrouiller" le 3D C/C que les baguettes  $X/Y$ . Afin de quantifier le rôle des interfaces, les figures 4.30 et 4.31 présentent les déplacements tangentiels moyens aux interfaces respectivement suivant  $X+Y$  et  $Y+Z/Z+X$ . Par rapports aux essais suivant les axes, les déplacements moyens sont un ordre de grandeurs au-dessus, signe d'une grande sollicitation des interfaces. L'aspect non réversible est visible avec les déplacements résiduels, directement liés aux déformations résiduelles à l'échelle macroscopique. Les essais cyclés apparaissent plus endommagés que les essais monotones, particulièrement la traction suivant  $X+Y$ . Ceci est visible sur les courbes contrainte-déformation. Concernant les essais  $Y+Z/Z+X$ , les interfaces entre les baguettes  $X$  et  $Y$  sont moins sollicitées. Ceci montre que les glissements s'opèrent principalement autour des baguettes  $Z$ . L'explication peut provenir de la rigidité accrue de ces dernières, deux fois plus larges que les baguettes  $X/Y$ .

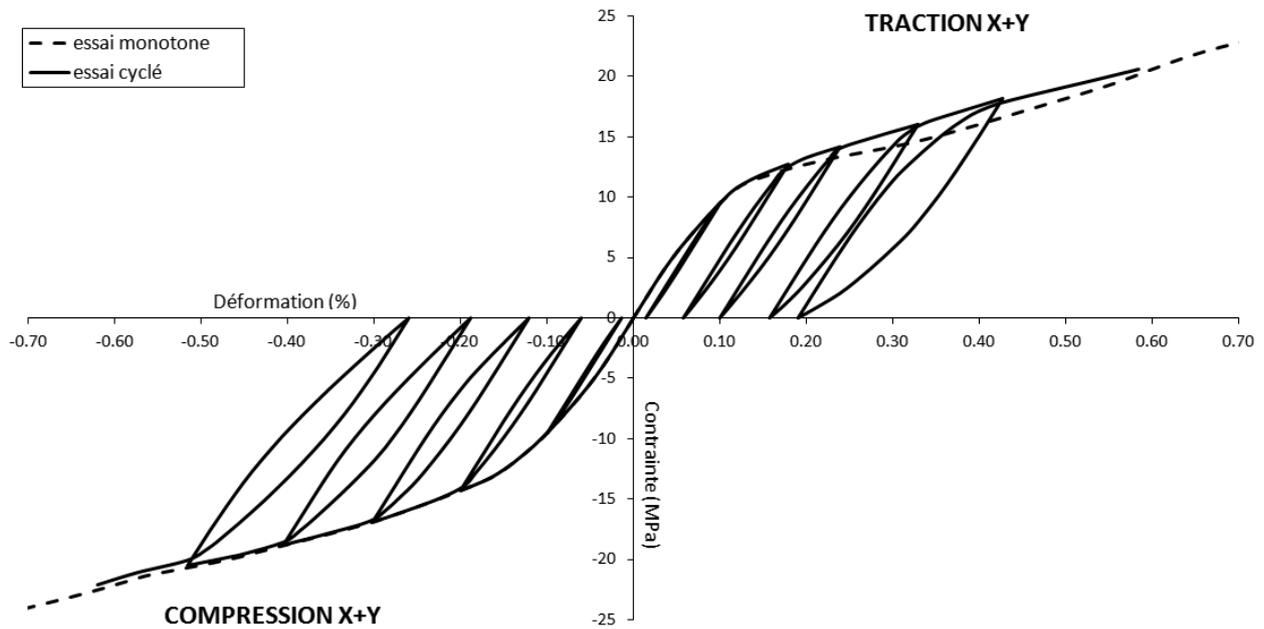


FIGURE 4.28 – Courbes contrainte-déformation provenant de simulations d’essais de traction/compression sur le 3D C/C dans la direction X+Y, monotones et cyclés, à l’ambiante.

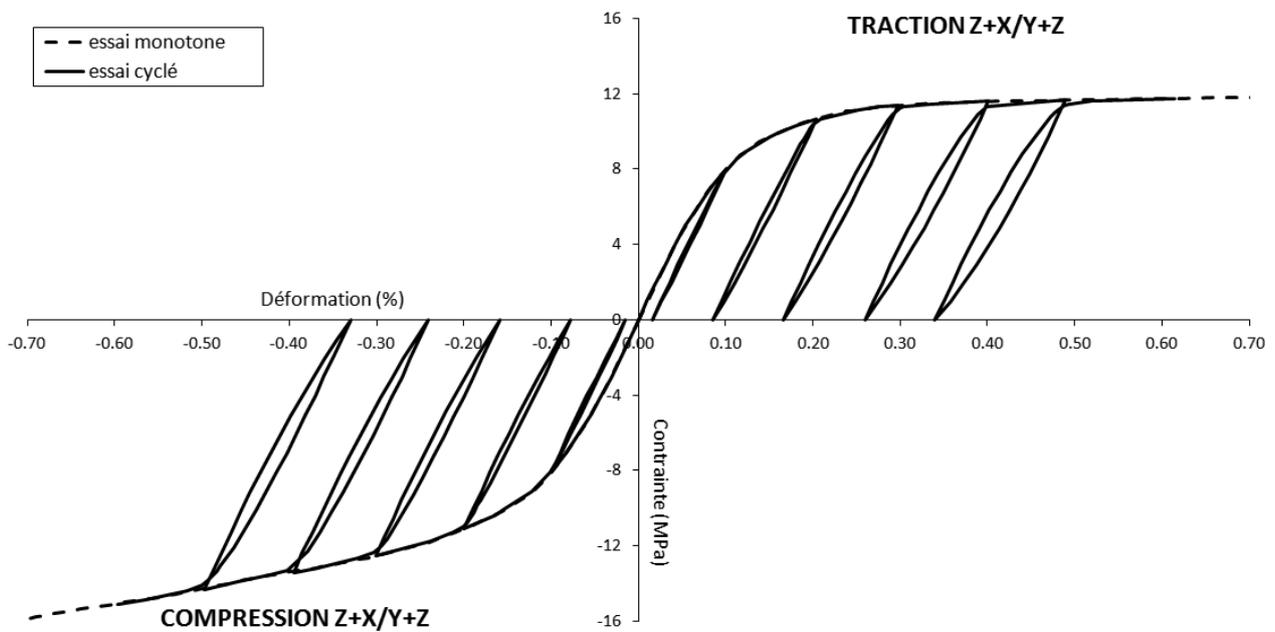


FIGURE 4.29 – Courbes contrainte-déformation provenant de simulations d’essais de traction/compression sur le 3D C/C dans la direction Z+X/Y+Z, monotones et cyclés, à l’ambiante.

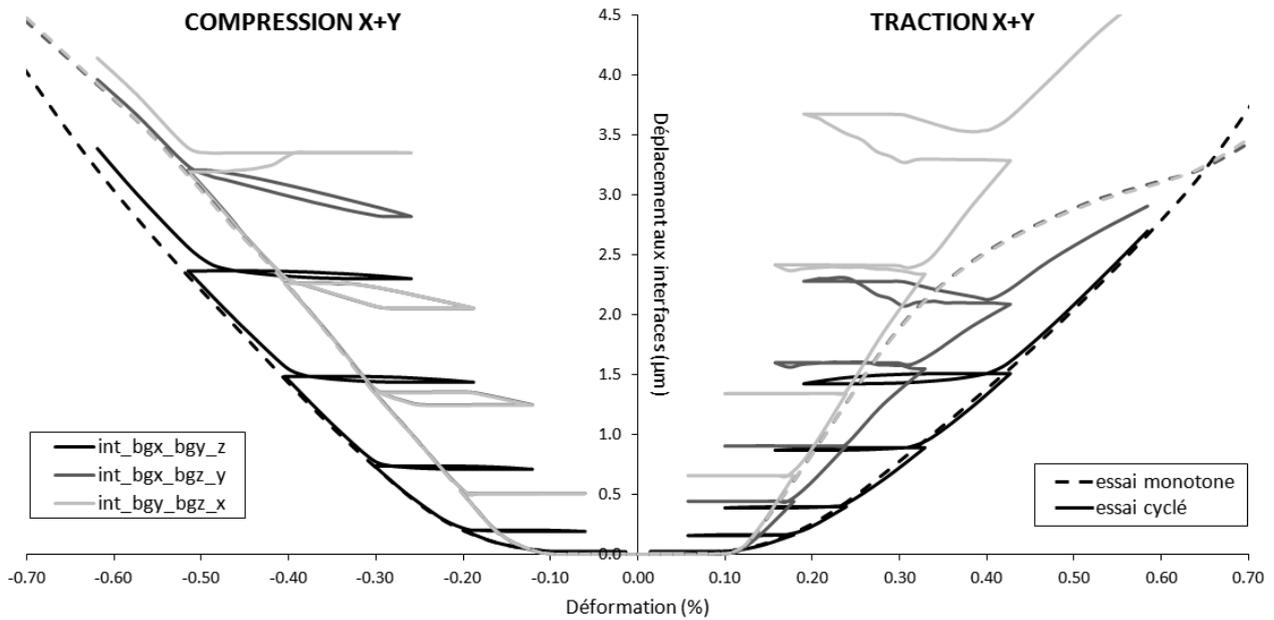


FIGURE 4.30 – Déplacements tangentiels aux interfaces lors de simulations d’essais de traction/compression sur le 3D C/C dans la direction X+Y, monotones et cyclés, à l’ambiante.

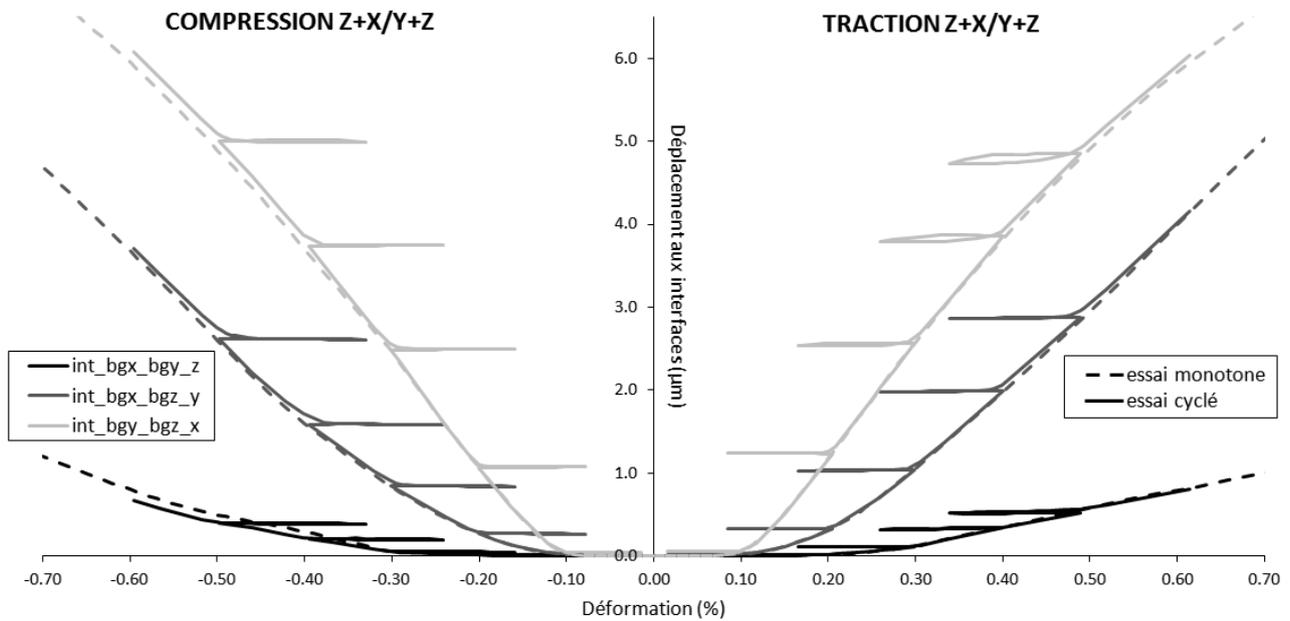


FIGURE 4.31 – Déplacements tangentiels aux interfaces lors de simulations d’essais de traction/compression sur le 3D C/C dans la direction Z+X/Y+Z, monotones et cyclés, à l’ambiante.

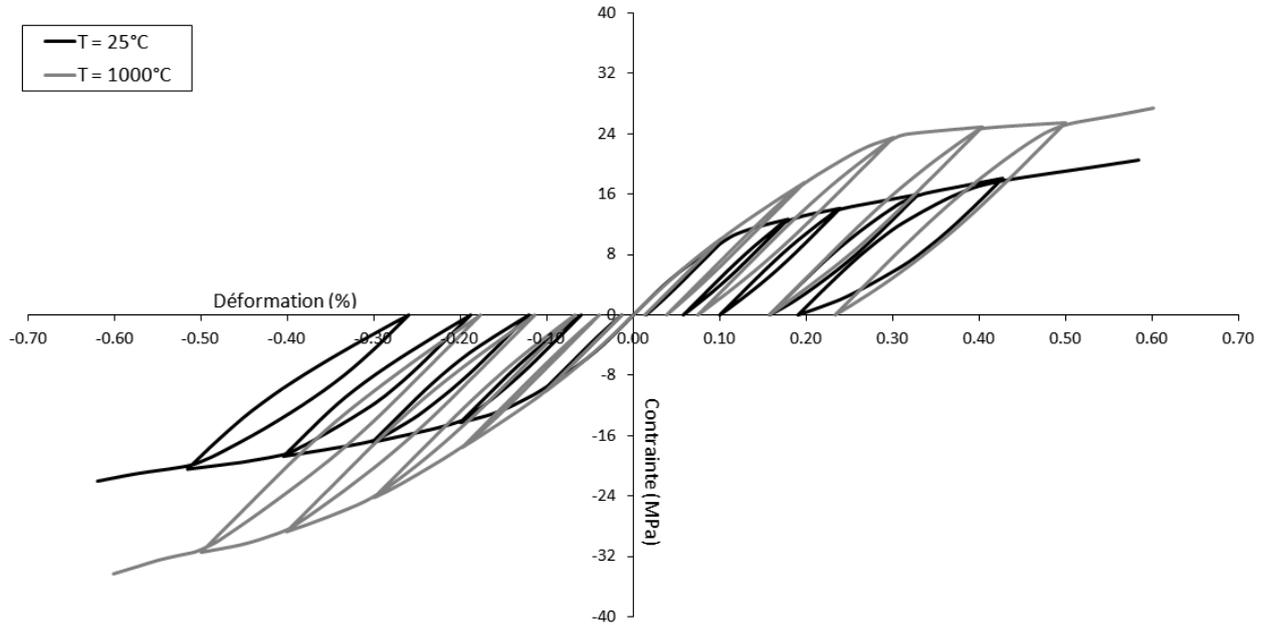


FIGURE 4.32 – Courbes contrainte-déformation provenant de simulations d’essais de traction/compression sur le 3D C/C dans la direction X+Y, cyclés et à différentes températures.

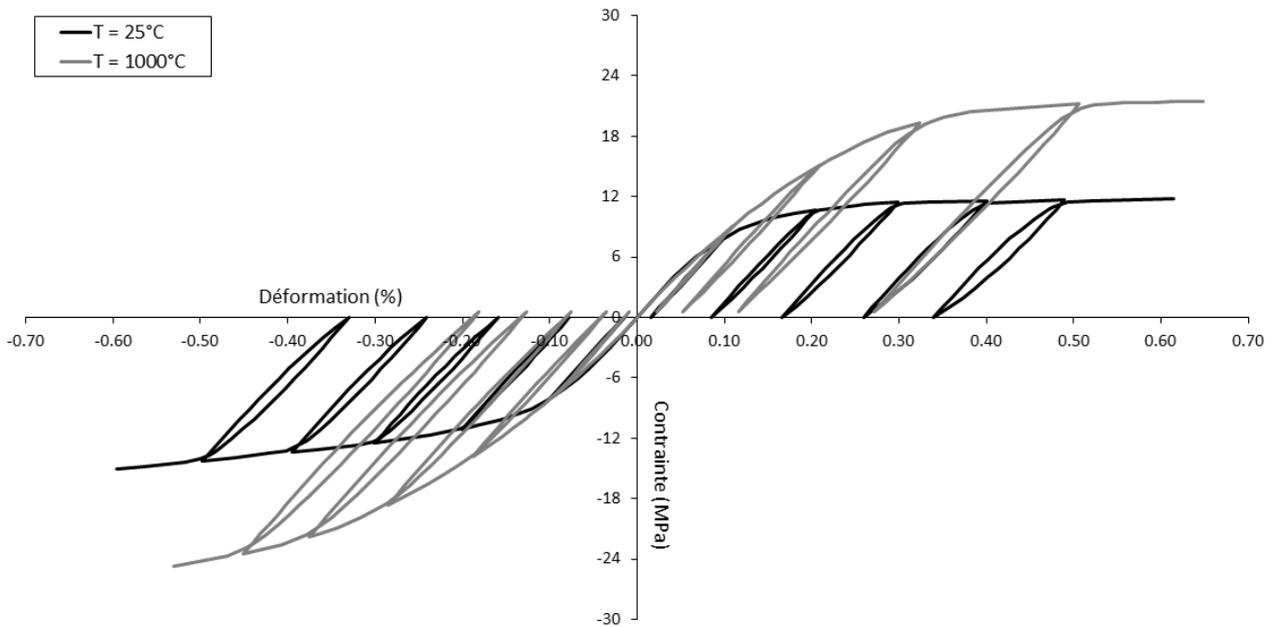


FIGURE 4.33 – Courbes contrainte-déformation provenant de simulations d’essais de traction/compression sur le 3D C/C dans la direction Y+Z/Z+X, cyclés et à différentes températures.

**Effet de la température** Des simulations de traction/compression suivant X+Y et Y+Z/Z+X ont également été réalisées à 1000°C. Les figures 4.32 et 4.33 présentent les courbes contrainte-déformation pour les essais dans les directions respectives. La température renforce considérablement le comportement hors-axe du matériau dans les deux directions. La transition de la réponse élastique vers le plateau de glissement est plus tardive, provoquant un niveau de contrainte environ deux fois supérieur. Également, pour les essais suivant X+Y, les interfaces semblent moins glisser, avec des cycles plus fins. Ceci était prévisible, le comportement hors-axe est piloté par les interfaces. Ces dernières se renforcent avec la température, augmentant d'autant la résistance du matériau et rapprochant la réponse à celle du modèle élastique avec interfaces parfaites. Le renforcement semble mieux profiter à la direction Y+Z/Z+X qu'à la direction X+Y, avec une augmentation plus prononcée.

**Bilan des essais hors-axe** La figure 4.34 présente des données extraites des simulations de traction/compression cyclées suivant X+Y et Y+Z/Z+X, à l'ambiante et à 1000°C. Au niveau de l'endommagement à l'ambiante, le matériau se comporte différemment en traction et en compression. En traction, la direction X+Y est légèrement plus endommageable que la direction Y+Z (>30% à 0.50%). En compression le matériau est légèrement plus résistant, mais la direction X+Y subit également davantage de perte de rigidité que la direction Y+Z, avec 30% contre 15% à 0.50% de déformation. Comme observé sur les courbes, la température provoque dans les deux directions un effet de renforcement, divisant par deux l'endommagement à 1000°C. En ce qui concerne les déformations résiduelles en traction et en compression, elles sont très importantes mais assez similaires. La température ne semble que peu les affecter, seule une légère diminution est visible. Ce niveau de déformation résiduelle confirme que le plateau observé est causé par des glissements aux interfaces. Il existe quelques données de la littérature à comparer aux simulations. Tout d'abord, la figure 4.35 présente un condensé des résultats de simulation en ce qui concerne les essais hors-axe. En comparant avec les données de caractérisation du 3D C/C (figure 4.36, [Poss, 1982, Rémond, 1984]), de nombreux points communs encourageants apparaissent sur les courbes. Tout d'abord la résistance accrue suivant X+Y par rapport à Y+Z/Z+X est bien respectée en traction (pas de données sur en compression suivant cette direction). Ensuite la forme des courbes, d'une réponse élastique vers un plateau de glissement, est également observée. Ceci confirme les mécanismes d'endommagement à l'échelle macroscopique du 3D C/C. La ressemblance des cycles (pour des déformations similaires) met en avant la bonne implémentation des glissements au travers des éléments cohésifs. Au niveau des différences, le 3D C/C est en réalité moins résistant en traction et plus résistant en compression. Il est possible que les phénomènes de blocage influencent les essais hors-axe, avec une certaine sensibilité envers le type de sollicitations aux interfaces. Les ordres de grandeurs des déformations et des plateaux de contrainte restent néanmoins bons. La figure 4.37-A présente des essais hors-axe sur un C/C d'architecture similaire (BLOC300®, [Gratton, 1998]). Malgré la différence en termes d'architecture traduite ici par des déformations plus importantes, les essais confirment les observations précédentes. Le matériau est plus résistant suivant X+Y en traction comme en compression, présente un palier de glissement et des cycles ouverts. Cette figure permet d'apprécier les points communs avec la figure 4.35. Enfin la figure 4.37-B présente des essais de compression hors-axe sur un composite C/C à architecture tri-orthogonale à haute température [Hatta et al., 2005a]. De même, l'architecture est différente, les déformations sont plus importantes et les cycles plus ouverts. Cependant, les valeurs des plateaux d'endommagement correspondent aux simulations HT (figures 4.32 et 4.33). Ceci valide toute la démarche de caractérisation des interfaces HT, la construction du modèle cohésif et l'implémentation du renforcement aux interfaces. La refermeture des décohésions par l'expansion thermique transverse des constituants provoque un renforcement aux interfaces, et ainsi un renforcement du comportement du 3D C/C en dehors des axes de tissage.

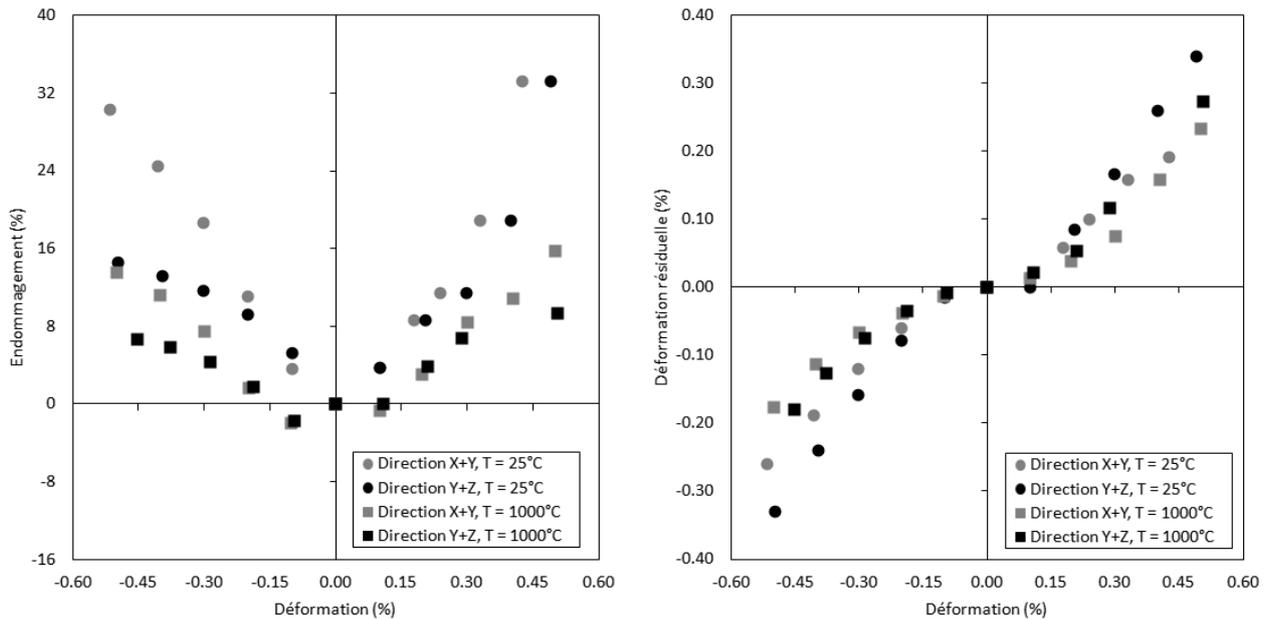


FIGURE 4.34 – Endommagement et déformation résiduelle extraits des simulations d'essais de traction/compression cyclés suivant X+Y et Z+X/Y+Z, à différentes températures.

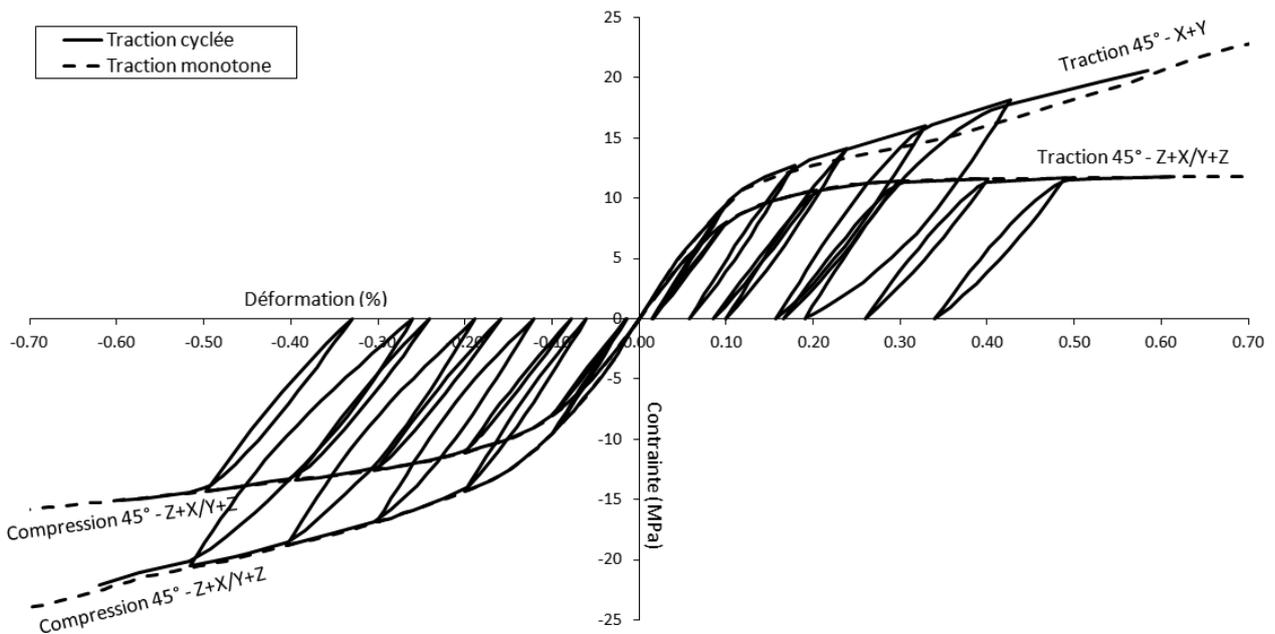


FIGURE 4.35 – Rassemblement des simulations d'essais de traction/compression en dehors des axes de tissage sur le 3D C/C à l'ambiante, cyclés et monotones.

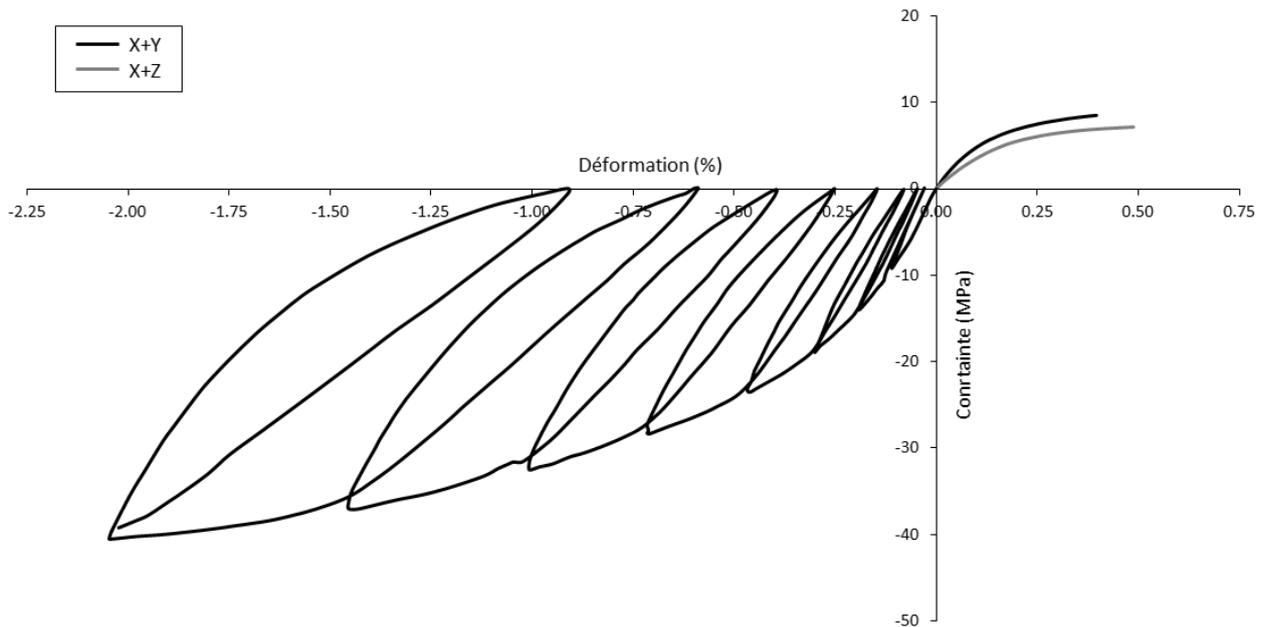


FIGURE 4.36 – Essais de traction et de compression cyclés sur le composite 3D C/C et en dehors des axes de tissage [Poss, 1982].

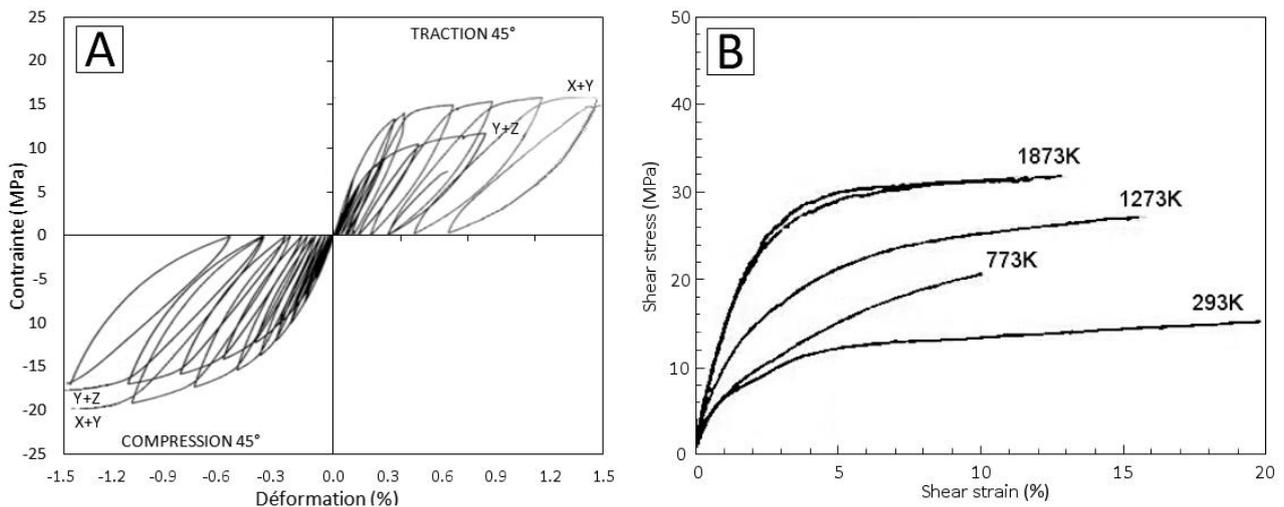


FIGURE 4.37 – A : Essais macroscopiques sur le C/C BLOC300® [Gratton, 1998], tractions/compressions en dehors des axes de tissage à l'ambiante. B : Essais macroscopiques sur un composite C/C à architecture tri-orthogonale [Hatta et al., 2005a], compressions à 45°C à haute température.

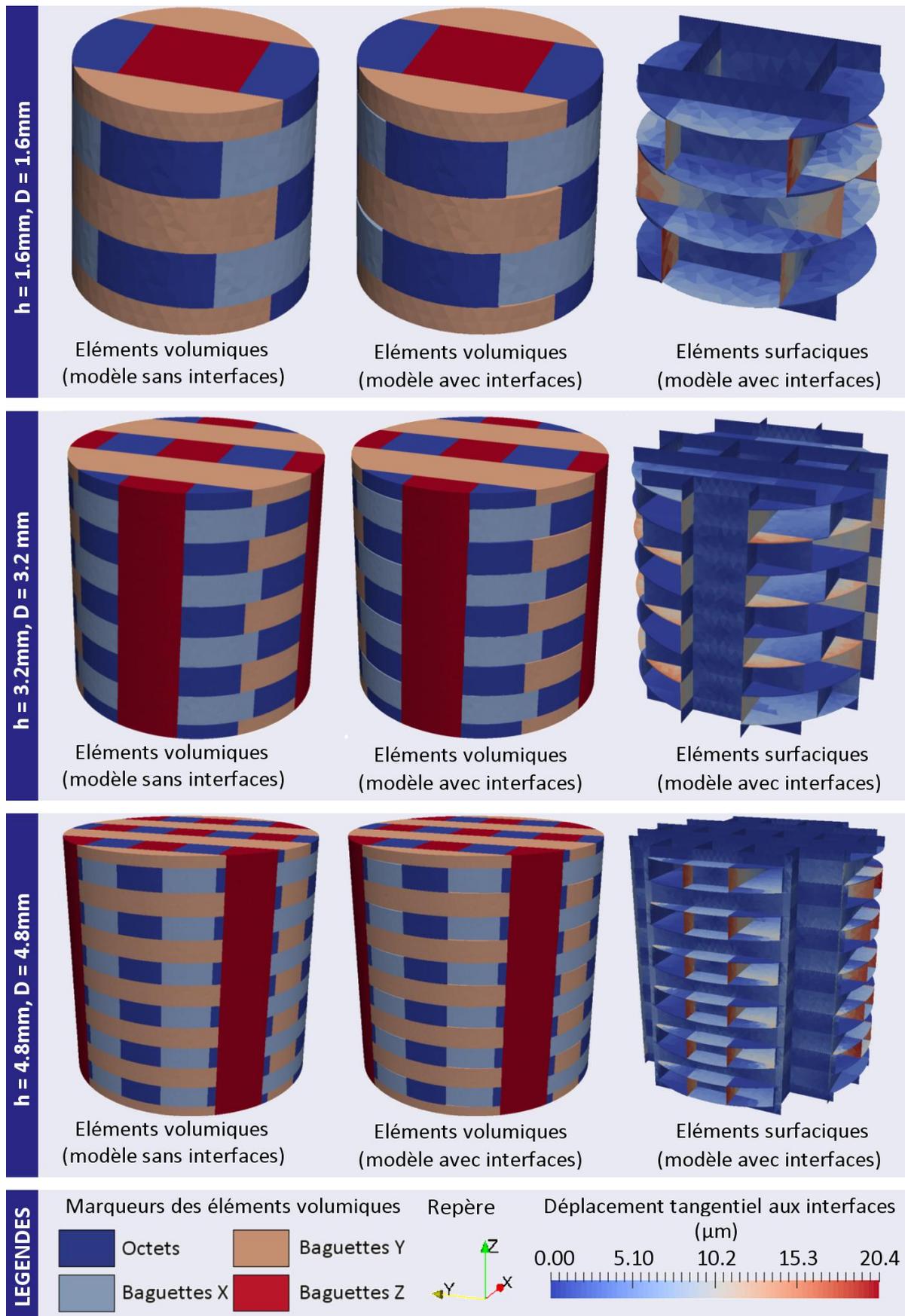


FIGURE 4.38 – Simulations d’essais de torsion suivant Z sur le 3D C/C. Les maillages sont représentés avec une déformation exagérée. Les éléments volumiques sont marqués par méso-constituant. Les éléments surfaciques sont décrits avec leurs déplacements tangentiels.

### 4.3.3 Essais de torsion Z HT

**Implémentation** L'essai de torsion est implémenté de façon analogue aux essais de traction/compression. La forme des maillages des éprouvettes est cylindrique. Les conditions aux limites sont appliquées sur les faces supérieures et inférieures. La face inférieure est encastree, aucun déplacement n'est autorisé aux nœuds. Les nœuds de la face supérieure sont liés cinématiquement au déplacement d'un nœud maître. Ainsi, toute rotation autour de l'axe de révolution de l'éprouvette imposée à ce nœud maître est appliquée à la face supérieure. De façon analogue, tout couple appliqué à ce nœud maître est distribué à chaque nœud de la face, en fonction sa rigidité apparente. Cela permet de réaliser des essais pilotés en rotation comme en couple, prérequis nécessaire pour les essais cyclés. En pratique, un essai piloté en rotation jusqu'à 0.05rad est réalisé, puis les valeurs du couple sont relevées à intervalles réguliers pour réaliser les essais cyclés. La rotation maximum correspond à l'ordre de grandeur du taux de rotation (fonction de la rotation et de la section) observé dans la littérature. Sur les résultats ci-après, le couple a été ramené à une contrainte de cisaillement en utilisant le moment quadratique de la section de l'éprouvette et sa hauteur.

**Résultats de simulation** Les simulations d'essai ont été réalisées dans un premier temps à l'ambiante sur des éprouvettes de 1.6mm, 3.2mm et 4.8mm (figure 4.38). Les modèles avec interfaces présentent des ouvertures aux interfaces entre les méso-constituants. En effet, la torsion suivant Z provoque des glissements aux interfaces entre les strates de baguettes X et de baguettes Y. Également, d'importants déplacements sont observés autour des octets de matrice, lieux de rencontre des renforts. L'importance des octets dans la tenue du matériau au cisaillement avait déjà été notée lors de l'étude de la sensibilité des propriétés effectives envers les constituants. La figure 4.39 présente les courbes contrainte-rotation issues des simulations de torsion sur l'éprouvette de 4.8mm, pour des modèles avec interfaces parfaites et avec interfaces frottantes, et avec des essais monotones et cyclés. Le comportement endommageable apparaît nettement sur les courbes avec interfaces frottantes, avec une transition de la réponse élastique vers un plateau de glissement aux interfaces. Également, l'ouverture des boucles et les déformations résiduelles témoignent d'un endommagement macroscopique considérable. La figure 4.40 présente les déplacements tangentiels moyens aux interfaces en fonction de leur type. En première observation, la réponse élastique s'étend jusqu'à 0.005rad. Au-delà, des déformations irréversibles sont observées. Les cycles semblent accentuer l'endommagement, particulièrement entre les strates horizontales. Les baguettes Z semblent fortement glisser lors de l'essai, probablement à cause de leur flexion. Les simulations ont également été réalisées à 1000°C (figure 4.41). De façon analogue aux essais hors-axe, la température provoque l'expansion thermique des constituants, referme les interfaces et renforce la cohésion du matériau. La réponse élastique est alors renforcée, le comportement se rapproche du modèle avec interfaces parfaites.

**Perspectives** La figure 4.42 présente des essais provenant de la littérature ( $h = 16$ ,  $D = 19.2$ ). Malgré la différence de dimension d'éprouvette, il est possible de comparer certains points. L'expérimentation montre un matériau moins résistant et davantage endommageable. La forme des boucles apparaît différente. Cependant, la transition vers un plateau d'endommagement est retrouvée. L'explication peut provenir de l'endommagement des baguettes Z par des sollicitations de flexion/torsion locales. Il est également possible que, comme pour les essais de traction hors-axe, les phénomènes de blocage aux interfaces jouent un rôle qu'il serait intéressant d'implémenter.

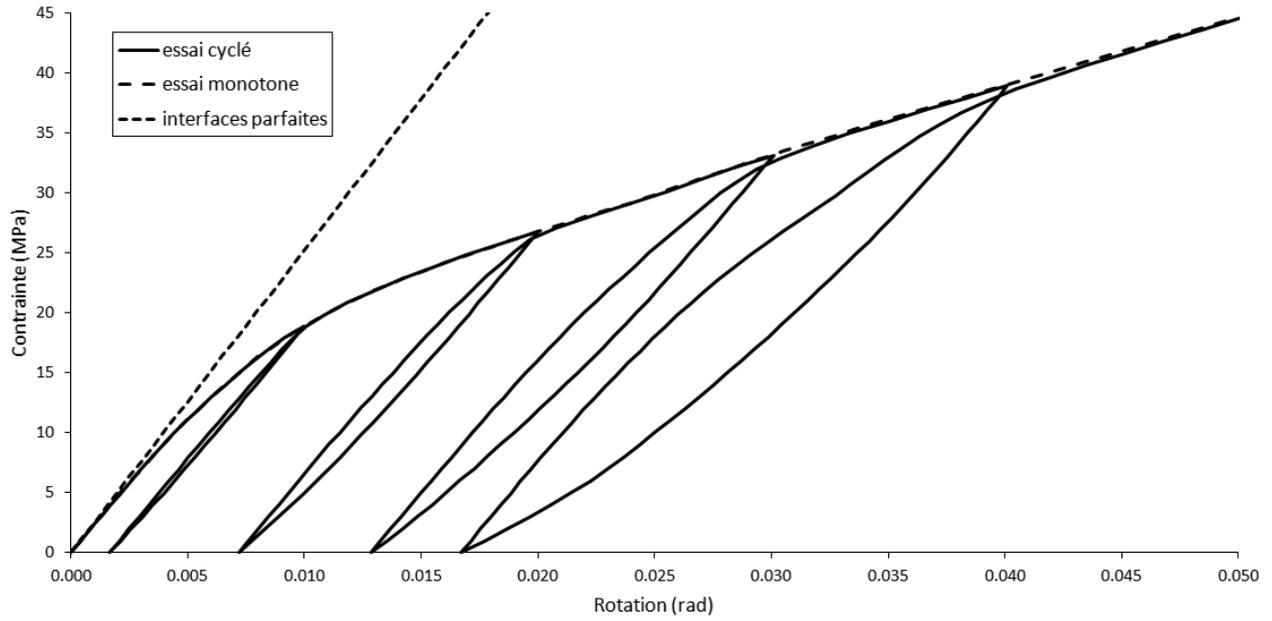


FIGURE 4.39 – Courbes contrainte-angles issues de simulations d’essais de torsion Z sur le 3D C/C, monotones, cyclés et avec interfaces parfaites, à l’ambiante.

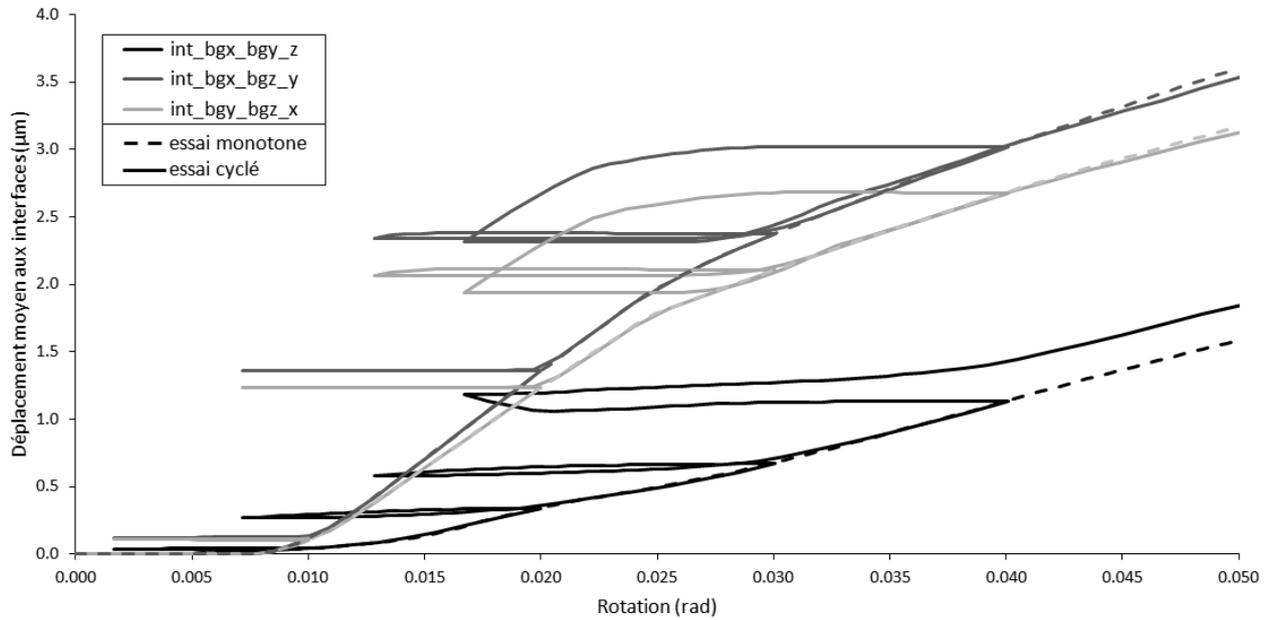


FIGURE 4.40 – Déplacements tangentiels aux interfaces lors de simulations de torsion Z sur le 3D C/C, monotones, cyclés et avec interfaces parfaites, à l’ambiante.

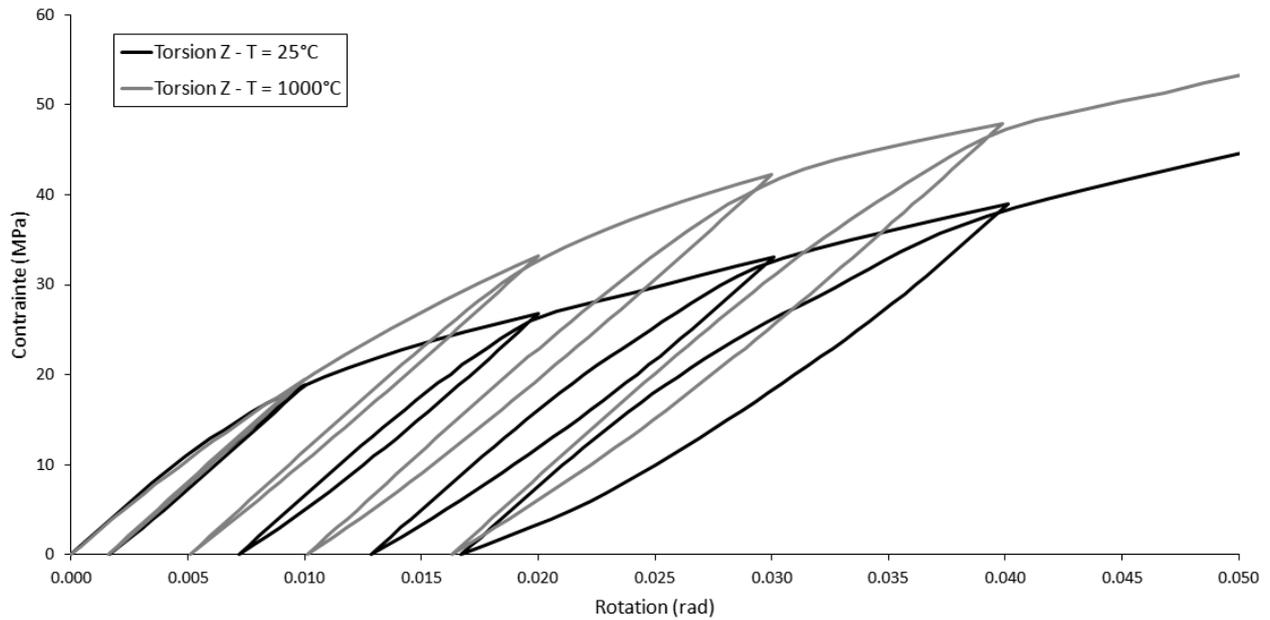


FIGURE 4.41 – Courbes contrainte-angle issues de simulations d'essais de torsion Z cyclés sur le 3D C/C et à différentes températures. Dimensions de l'éprouvette :  $h = 4.8\text{mm}$ ,  $D = 4.8\text{mm}$ .

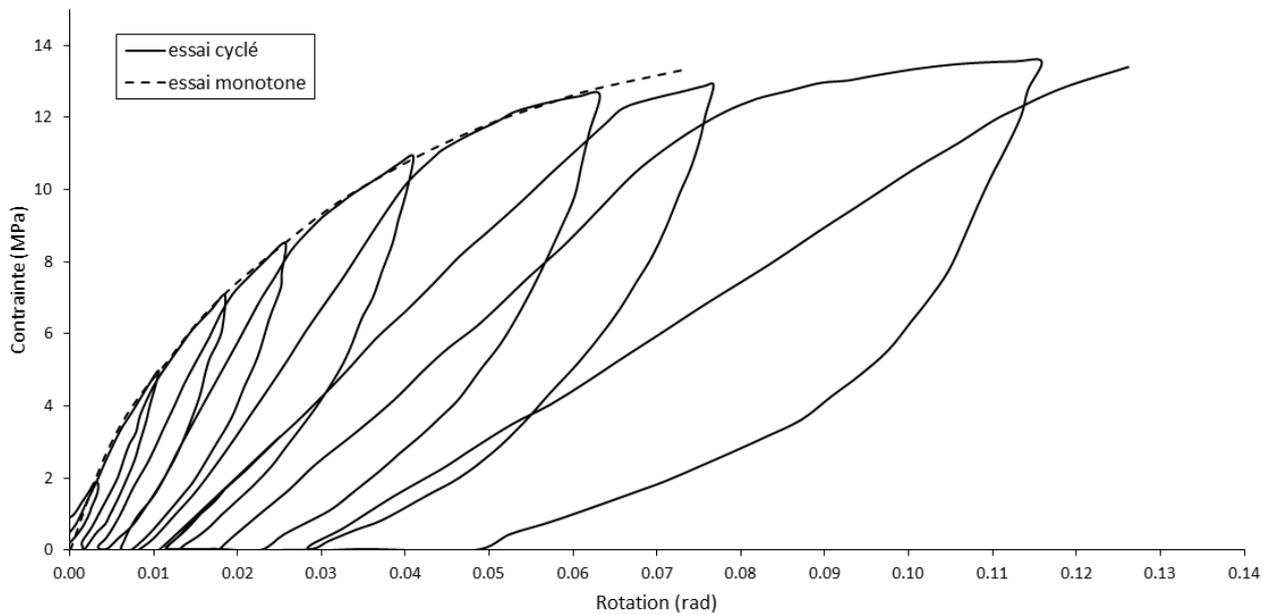


FIGURE 4.42 – Courbes contrainte-angle issues des travaux de caractérisation du 3D C/C [Rémond, 1984]. Dimensions de l'éprouvette :  $h = 16\text{mm}$ ,  $D = 19.2\text{mm}$ .



## 4.4 Bilan et perspectives

### Bilan

La construction des maillages, basée sur des formes géométriquement simples, a permis de générer des éprouvettes virtuelles de grandes tailles et de formes diverses pour les différents essais à simuler. Les interfaces y ont été intégrées à l'aide d'éléments cohésifs, placés autour de chaque méso-constituant. Les modèles de comportement sont basés sur des données de la littérature ainsi que sur des données issues des caractérisations réalisées au LCTS. Les calculs d'homogénéisation ont mis en avant l'influence des méso-constituants, du pas de tissage ou encore des interfaces sur le comportement effectif. En particulier, l'expansion thermique effective a montré l'importance du rôle des interfaces, telle l'absorption de l'expansion thermique transverse des baguettes. Les essais de push-out ont permis d'optimiser les paramètres des méso-interfaces pour reproduire le comportement observé lors des essais de push-out. Le mécanisme du renforcement avec la température est correctement reproduit. Les essais simulés de dilatométrie ont mis en avant l'influence des effets de bord, causant un endommagement macroscopique prononcé et changeant radicalement l'expansion thermique. Ce caractère fortement endommageable montre la nécessité d'avoir un VER de bien plus grande taille pour rejoindre les résultats du calcul d'homogénéisation. L'illustration des possibilités du modèle macroscopique a été faite avec les essais de traction/compression et de torsion. Ces essais, réalisés par le passé sur le 3D C/C et décrits dans la littérature, permettent de valider l'implémentation et les mécanismes. La proximité entre les courbes expérimentales et les simulations est très encourageante, d'autant plus que les paramètres n'ont pas été recalés à l'échelle macroscopique. Les éléments cohésifs sont parvenus à reproduire fidèlement les glissements aux interfaces. Au-delà des mécanismes, les tendances et les ordres de grandeurs sont retrouvés.

### Perspectives

Les objectifs ont été limités à l'implémentation du comportement aux interfaces. Les perspectives s'organisent donc suivant deux axes : (i) affiner les mécanismes et améliorer le modèle existant ; (ii) ajouter de la physique pour étendre la plage de fonctionnement des modèles. Au niveau des améliorations possibles concernant les modèles cohésifs, il faudrait simplement ajouter les phénomènes de blocage. En effet, ces derniers sont connus pour être davantage prononcés autour des baguettes X/Y. Ceci permettrait d'observer la direction préférentielle d'endommagement lors des essais simulés de dilatométrie par exemple. Concernant la physique à ajouter dans les modèles, les modèles élastiques linéaires des éléments volumiques peuvent être complétées avec des lois d'endommagement adaptées. Par exemple, il serait intéressant de gérer la rupture fragile en traction des baguettes et l'endommagement par micro-flambements lors de la compression. Également, l'effet de la température n'a été intégré que par dégradation du tenseur de rigidité. Ceci n'est qu'une partie de la réalité, le fluage observé lors des essais macroscopiques ne peut être simulé que s'il est intégré dans les méso-constituants avec un modèle viscoplastique. Enfin, l'effet de la température sur les interfaces dépend des données issues des essais de caractérisation. La refermeture complète des interfaces vers 2000°C est hypothétique et est basée sur des données de la littérature. Des essais de caractérisation complémentaires permettraient de simuler des essais à de telles températures.





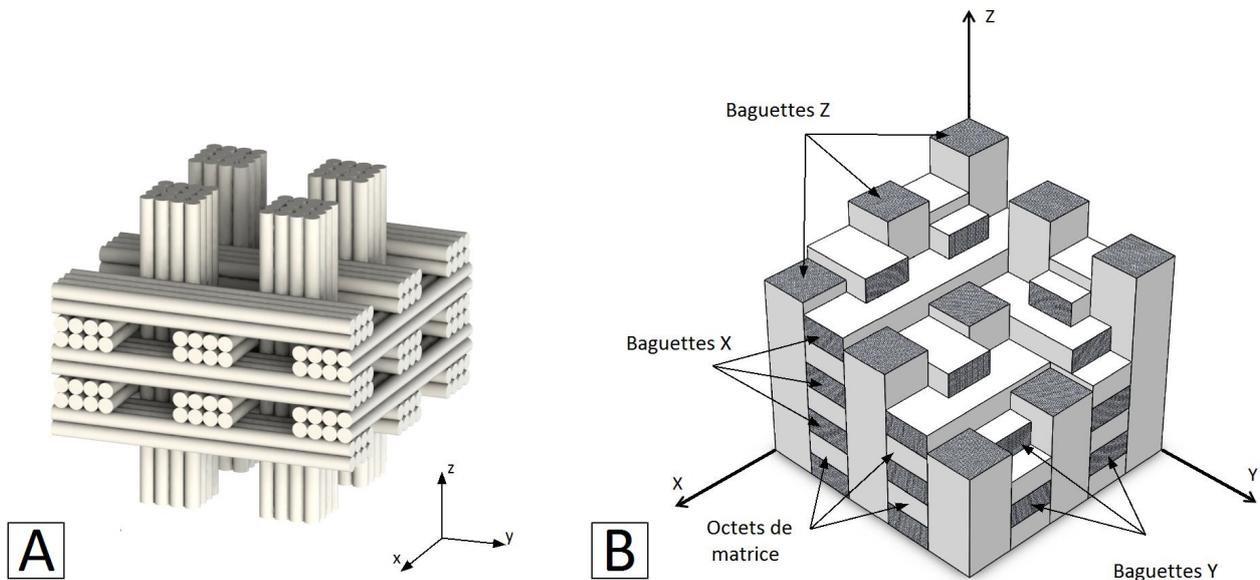


FIGURE 5.43 – Structure et composition du 3D C/C. A : Préforme avant densification. B : Structure et méso-constituants du composite 3D C/C.

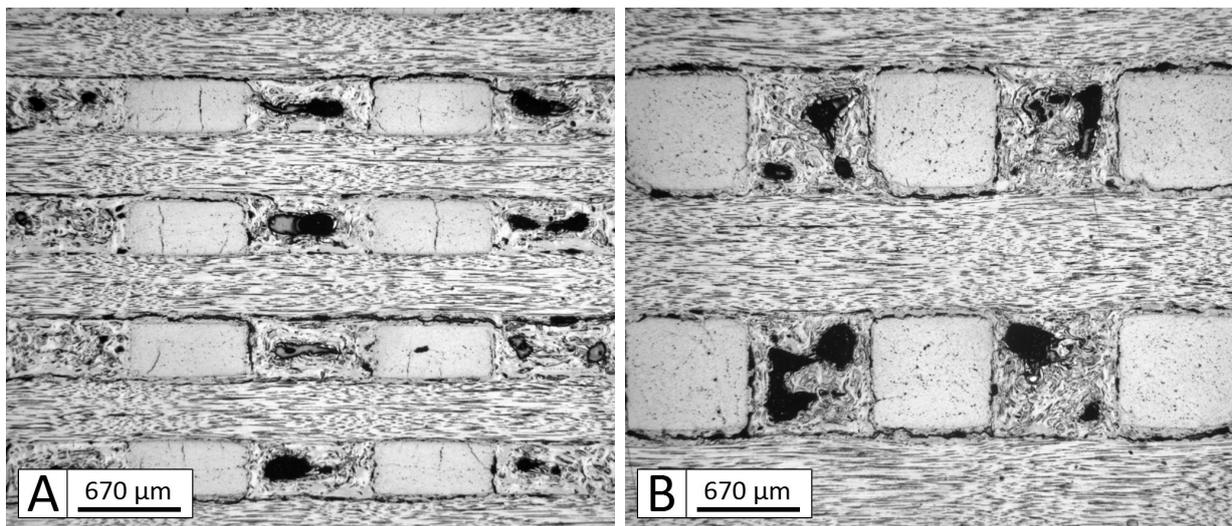


FIGURE 5.44 – Micrographies optiques d'échantillons polis mécaniquement. A : Coupe normale aux baguettes X, passant par le milieu des baguettes Y. B : Coupe normale aux baguettes Z, passant par le milieu des baguettes X.

## Rappel des objectifs

**Contexte de la thèse** Les composites C/C sont des matériaux constitués d'un renfort fibreux et d'une matrice en carbone graphitique. Ces matériaux trouvent leurs applications dans l'aérospatiale, sous des conditions d'utilisation extrêmes. Le matériau étudié ici, appelé 3D C/C, présente une architecture tri-orthogonale composée de fibres haut module M40 et densifiée par pyrolyse de brai (figure 5.43). Ce matériau est utilisé en tant que bouclier thermique et protection à l'ablation du fait de ses propriétés avantageuses à haute température. Divers travaux de caractérisation mécanique ont été réalisés sur le 3D C/C à l'ambiante [Poss, 1982, Rémond, 1984] et à très haute température [CEA, 2004]. Suivant les renforts, le matériau présente un comportement linéaire élastique fragile en traction et un comportement faiblement endommageable en compression. Cependant, en dehors des axes de renfort, les propriétés mécaniques sont extrêmement réduites et le comportement est fortement endommageable. Des modèles d'endommagement phénoménologiques ont été développés pour le 3D C/C. Malgré leur distance envers les mécanismes réellement présents dans un tel matériau, ils ont permis de reproduire efficacement le comportement macroscopique du matériau. Cependant, ce type d'approche ne permet pas de faire le lien entre les mécanismes à l'échelle mésoscopique et les propriétés effectives du composite. Elle ne permet donc pas d'anticiper l'effet d'un éventuel changement de constituant, l'évolution des propriétés avec la température, ou d'intégrer la forte contribution des effets de bord sur le comportement à rupture du matériau [Davy, 2001, Ladevèze et al., 2000]. En 2004, un premier modèle éléments finis a été construit autour du plus petit élément périodique du composite, intégrant des éléments cohésifs aux interfaces [Didiot et al., 2004]. Il permet des calculs d'homogénéisation et des études de sensibilité envers la forme des octets de matrice. Il apporte également une explication aux nombreuses décohésions du matériau en simulant le refroidissement après la phase de densification. Jusque-là, les modèles utilisés restent loin des propriétés du matériau et des mécanismes d'endommagement réellement présents dans le 3D C/C. Ils n'ont pas permis de simuler les essais complexes réalisés à l'échelle macroscopique (tractions, torsions, etc.). Également, les interfaces autour des renforts jouent un rôle majeur, il y a donc sur ce point un besoin concret de caractérisation du comportement mécanique. Il en va de même pour l'expansion thermique du composite et de ses constituants, phénomène fortement lié aux interfaces. Ainsi, il existe tout un champ de recherche applicable au matériau, autour du comportement des interfaces, allant de la caractérisation à la modélisation.

**Objectifs et démarche** L'objectif de la thèse est la caractérisation et la modélisation multi-échelle du comportement thermomécanique du composite 3D C/C, en prenant en compte le rôle des interfaces à haute température. La démarche est articulée autour de plusieurs axes : la caractérisation de la morphologie du matériau, la caractérisation de son comportement thermomécanique et de celui des interfaces, et enfin la modélisation du comportement macroscopique. La caractérisation de la morphologie a permis de définir les échelles du 3D C/C et d'identifier les différents constituants. Cette première étude renseigne sur l'état initial du composite (endommagement, décohésion) et permet la construction de modèles intégrant certains détails morphologiques des constituants. La caractérisation thermomécanique s'attache dans un premier temps au comportement mécanique du composite et de ses constituants à l'ambiante et en température. Également, l'expansion thermique des différents éléments est caractérisée par dilatométrie. Dans un second temps, le comportement des méso- et des micro-interfaces a été caractérisé au travers d'essais de push-out à haute température. Un modèle macroscopique a été développé afin de valider les mécanismes observés et de reproduire les essais macroscopiques réalisés sur le 3D C/C. Les données de caractérisation ont permis la construction de lois de comportement pour les méso-constituants et d'un modèle cohésif spécifique aux interfaces.

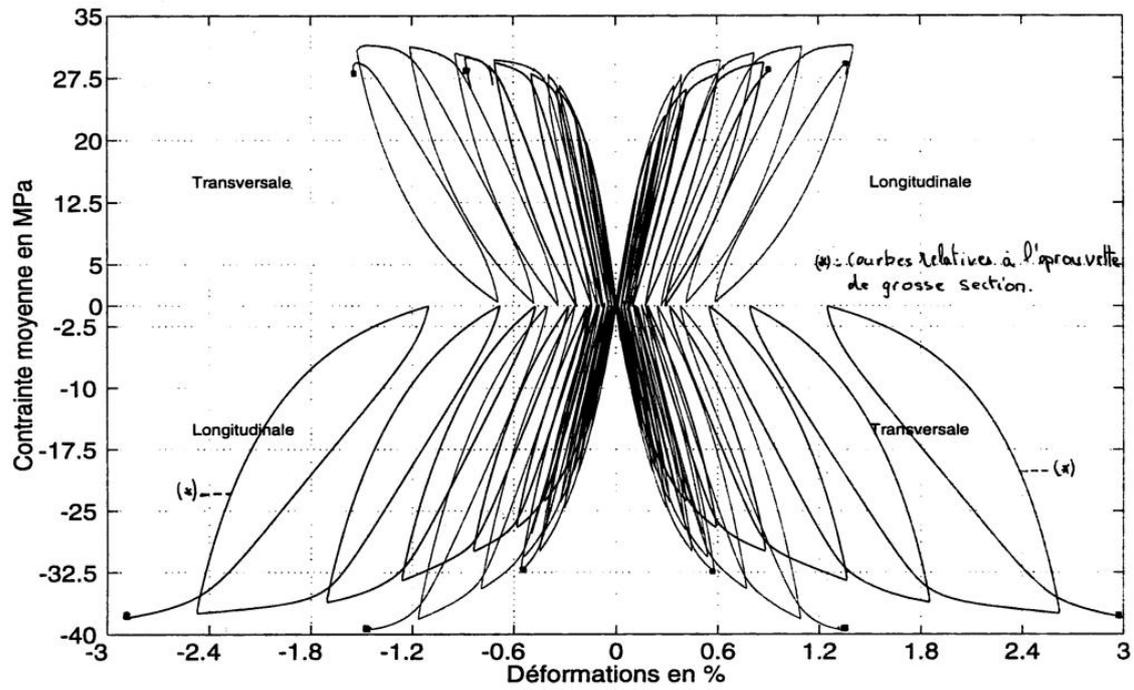


FIGURE 5.45 – Illustration des travaux de caractérisation mécanique hors-axe sur le 3D C/C et ses variantes. [Gratton, 1998]

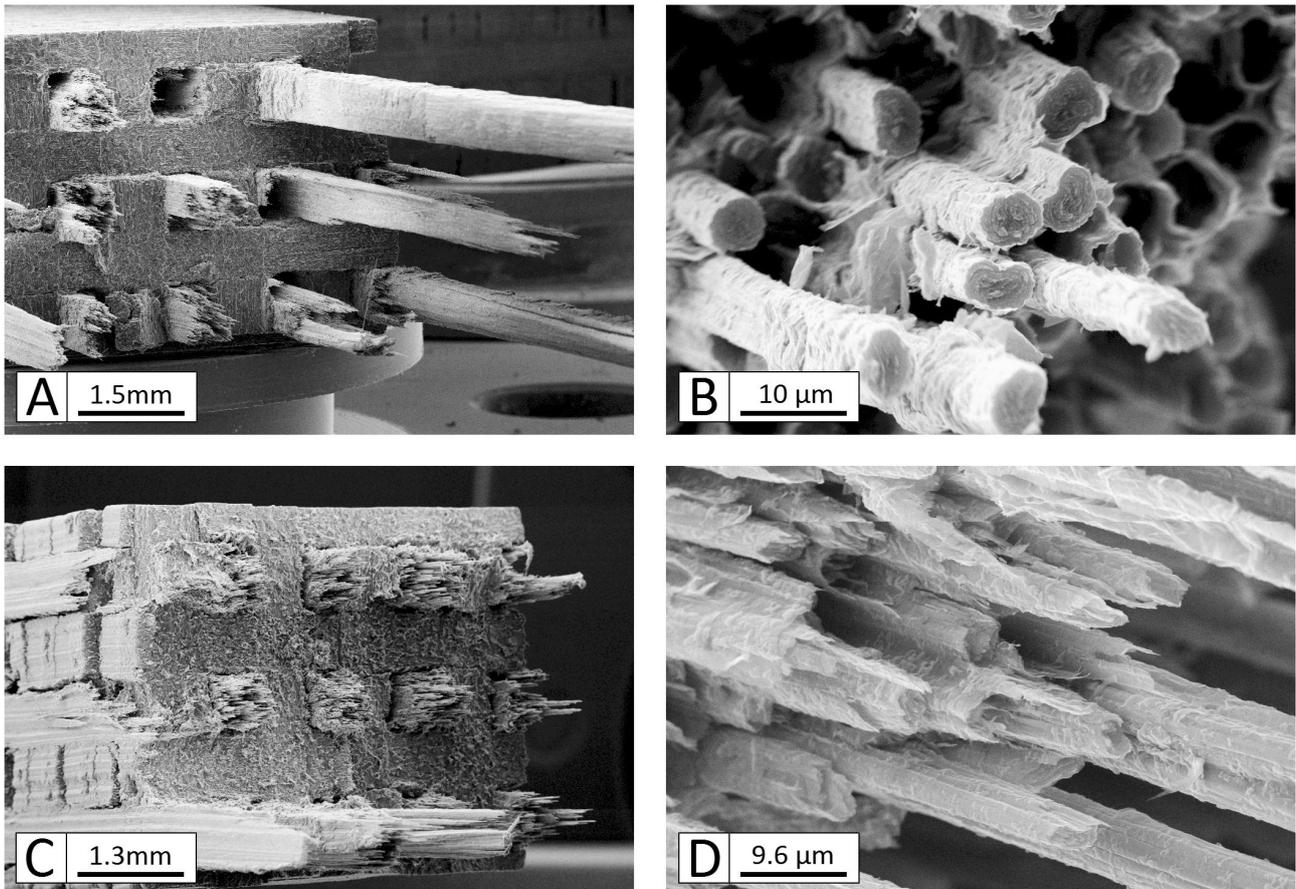


FIGURE 5.46 – Illustration des caractérisations macroscopiques axiales HT sur le 3D C/C, avec des faciès de rupture après une traction à l'ambiante (A,B) et à 3000°C (C,D). [CEA, 2004]

## Principaux résultats

**Caractérisation de la morphologie** La caractérisation de la morphologie du 3D C/C a permis de définir les différentes échelles du 3D C/C. À l'échelle macroscopique, l'architecture tri-orthogonale apparaît très régulière, avec un pas de tissage deux fois plus fin suivant Z. L'échelle mésoscopique est constituée de baguettes, les renforts du matériau, ainsi que d'octets de matrice dans les vides laissés par la préforme (figure 5.44). Les baguettes sont de section carrée ou rectangulaire, composées de milliers de fibres et d'une matrice ex-brai ; une forme légèrement ondulée a été observée en surface des baguettes X/Y. Les octets de matrice sont dépourvus de fibre, ils ne contiennent que de la matrice ex-brai avec une macroporosité au centre. Les méso-constituants sont initialement très décohérés, laissant apparaître des interfaces très ouvertes avec une forte rugosité et de nombreux débris. Des études sur micro-tomographies X ont révélé une ouverture moyenne de plusieurs dizaines de microns. À l'échelle microscopique, différentes variétés de carbones graphitiques sont observables. Les fibres ont une forme de haricot et un cœur texturé. La matrice ex-brai est extrêmement graphitée, avec des domaines cohérents et une texture lamellaire. Elle est déposée préférentiellement autour des fibres dans les baguettes et autour de la macroporosité dans les octets. Celle composant les méso-interfaces est d'apparence vitreuse, probablement issue de la dernière passe de densification non graphitée. Chacun de ces éléments est ainsi marqué par une forte anisotropie de sa structure et de ses propriétés, apportant au 3D C/C toute sa complexité, et ceci à chaque échelle considérée.

**Comportement thermomécanique** Le comportement mécanique à l'ambiante du 3D C/C dépend fortement de la direction de sollicitation. Il présente un comportement relativement simple suivant ses axes de tissage, avec une réponse linéaire élastique et une rupture fragile. Ce comportement correspond à celui des renforts : les baguettes pilotent le comportement du matériau lors de sollicitations suivant ses axes. Cependant, en dehors des axes de tissage, le comportement devient fortement endommageable. La figure 5.45 illustre la réponse non-linéaire d'un C/C tri-orthogonal avec des cycles très ouverts et d'importantes déformations résiduelles. La littérature pointe dans la direction de phénomènes de glissement entre les renforts [Hatta et al., 2005a, Aoki et al., 2007b]. Cette hypothèse est appuyée par les larges décohésions observées autour des baguettes, montrant des méso-interfaces apparemment faibles. Si le comportement axial est piloté par les baguettes, ce sont ainsi les méso-interfaces qui sont principalement responsables du comportement hors-axe. En ce qui concerne l'évolution de ce comportement avec la température, si la réponse axiale reste inchangée jusqu'à 2000°C, les propriétés hors-axe sont considérablement renforcées. Le comportement hors-axe est régi par les méso-interfaces, ce renforcement est donc lié à une augmentation de la tenue mécanique des interfaces. Ceci est appuyé par des observations sur des faciès de rupture après tractions axiales à très haute température (figure 5.46, [CEA, 2004]), montrant ce renforcement aux méso-interfaces avec la réduction des longueurs de déchaussement des baguettes. Les essais de dilatométrie ont mis en avant la forte expansion thermique transverse des renforts, provoquant une refermeture des méso-interfaces progressive jusqu'à 2000°C. Ceci explique le renforcement observé à l'échelle macroscopique. Les essais de dilatométrie ont également montré que l'expansion thermique du 3D C/C correspond à celle de ses renforts lorsque la taille des échantillons considérés est suffisante pour résister aux contraintes thermiques. Au-delà de 2000°C, les carbones graphitiques présentent un comportement plus complexe, avec l'apparition de phénomènes de fluage. Cette plage de température a été écartée du cadre de l'étude.

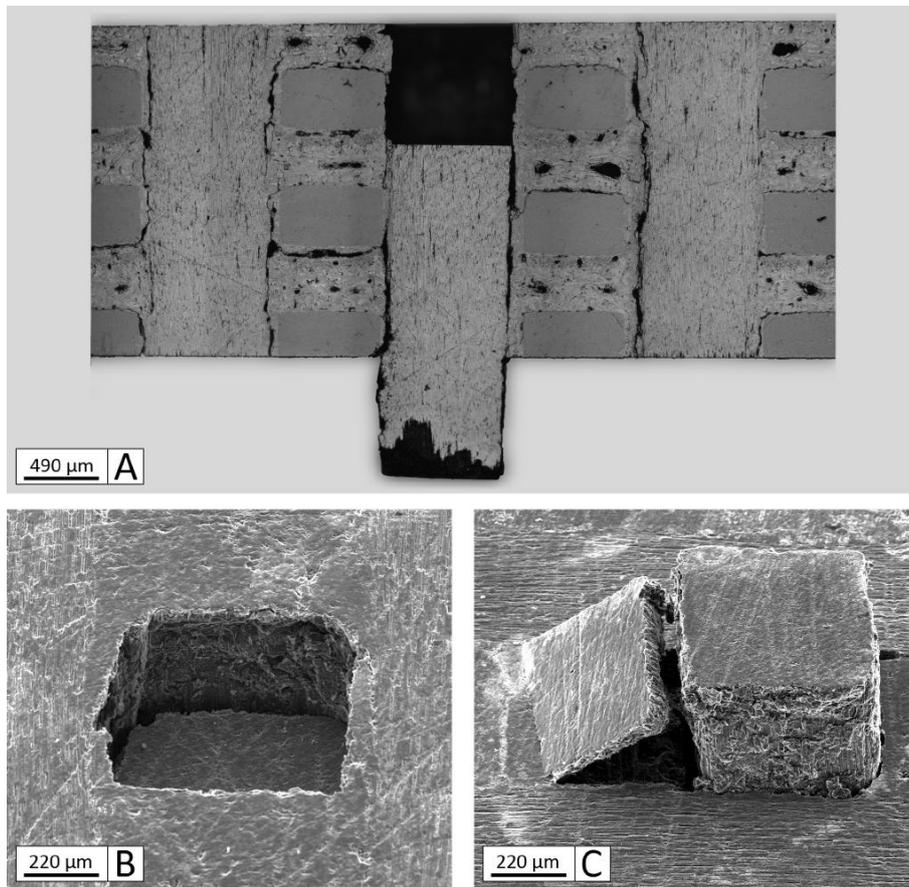


FIGURE 5.47 – Illustration de la caractérisation des méso-interfaces, avec un échantillon après push-out sur une baguette Z.

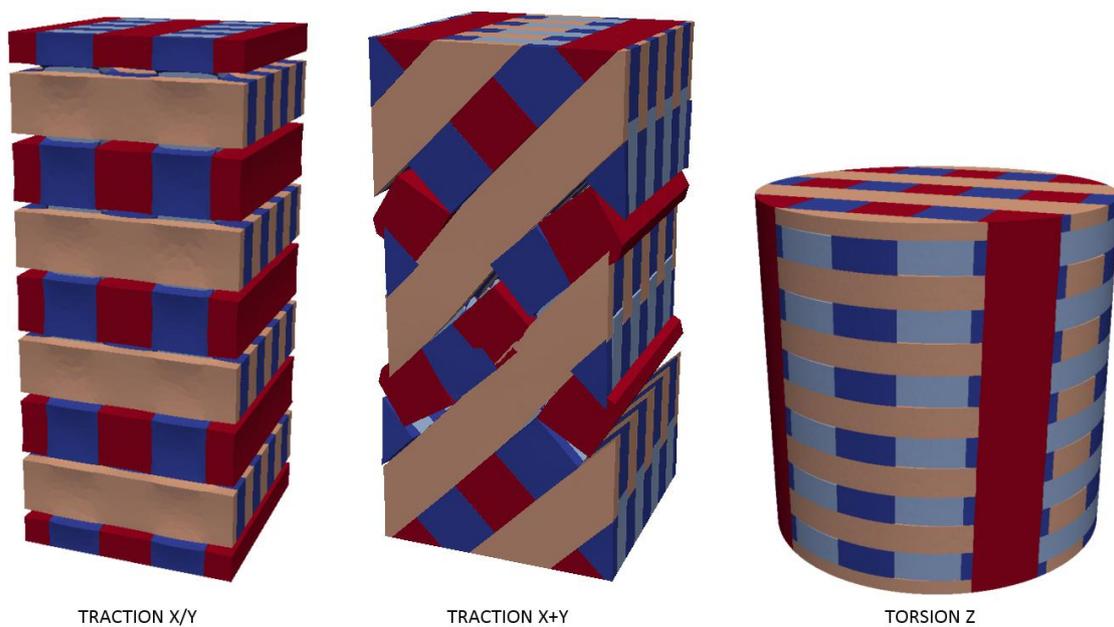


FIGURE 5.48 – Illustration de la modélisation macroscopique, avec trois simulations représentatives.

**Caractérisation des interfaces** Les caractérisations thermomécaniques du 3D C/C ont mis en avant une concurrence entre la rigidité des renforts et la tenue des interfaces. En particulier, les méso-interfaces influencent fortement les essais hors-axe avec une évolution de leurs propriétés en température. Il y a ainsi un fort besoin de caractériser le comportement aux interfaces en prenant en compte l'effet de la température. Un dispositif de caractérisation à haute température et sous vide a été dessiné et conçu en ce sens. Il a permis de caractériser les méso-interfaces (entre les méso-constituants, figure 5.47) et les micro-interfaces (entre les fibres et la matrice). Les caractérisations à l'ambiante ont mis en avant des méso-interfaces faibles, régies par des phénomènes de blocage et du frottement. Des observations en microscopie et par micro-tomographies X ont montré de larges décohésions de plusieurs dizaines de microns autour des méso-constituants (baguettes, octets). Le frottement, présent malgré des interfaces généralement ouvertes, est principalement causé par la forte rugosité. Les méso-interfaces sont légèrement plus résistantes autour des baguettes X/Y, possédant une forme ondulée ancrée dans les octets de matrice. Lors d'un chauffage, l'expansion thermique transverse des méso-constituants referme partiellement la décohésion aux interfaces, provoquant un effet de renforcement par augmentation du contact. Il est supposé que l'interface est entièrement refermée autour de 2000°C, et qu'au-delà elle ne permet plus de glissement. Les micro-interfaces se sont avérées bien plus résistantes, comme prédit par le comportement fragile des baguettes. Des observations en microscopie électronique ont également montré une continuité entre la matrice et les fibres. Les essais ont mis en exergue une forte énergie de cohésion et un frottement élevé après la rupture. L'élévation de la température cause un renforcement du frottement. L'expansion thermique transverse des fibres et de la matrice induit probablement un état de compression à l'interface. La caractérisation des interfaces a apporté de grandes quantités de données sur leur comportement et l'influence de la température, des éléments clés à intégrer dans des modèles numériques.

**Modélisation thermomécanique** Un modèle numérique du 3D C/C a été proposé en intégrant les caractérisations morphologiques et thermomécaniques de ses constituants. Les propriétés issues de la littérature et des essais complémentaires menés au LCTS ont conduit à implémenter des modèles élastiques linéaires orthotropes pour simuler le comportement mécanique des méso-constituants. Les données de dilatométrie ont permis de construire des lois de comportement pour l'expansion thermique, également orthotrope. Enfin, les données de caractérisation des interfaces ont montré la pertinence de l'insertion d'éléments cohésifs entre les méso-constituants. Un modèle de zone cohésive a ainsi été développé et implémenté. En mode I, le déplacement normal est autorisé jusqu'à la fermeture de l'interface, au-delà une forte réaction pénalise le déplacement. Le comportement en mode II/III permet un glissement avec frottement de type Coulomb, dont l'amplitude dépend de l'ouverture. Deux phases de frottement sont considérées : une première, due à la rugosité et croissante avec la refermeture ; une seconde, beaucoup plus importante et provoquée par le contact à la fermeture de l'interface. Les données issues des essais ont été implémentées dans les différents maillages liés au modèle macroscopique. Ceci a permis de réaliser diverses simulations d'essais expérimentaux (figure 5.48). La simulation de l'expansion thermique effective a montré le rôle primordial des éléments cohésifs pour retrouver les mécanismes d'absorption de la dilatation transverse des méso-constituants. Les simulations d'essais de traction/compression hors-axe et de torsion Z ont permis d'appliquer les modèles à des cas connus dans la littérature. La proximité entre les courbes expérimentales et celles issues des simulations a mis en avant le rôle et l'importance des mécanismes de glissement aux interfaces. Ceci a permis de justifier et valider l'implémentation du modèle à l'échelle macroscopique, il s'agit du principal résultat de la thèse.

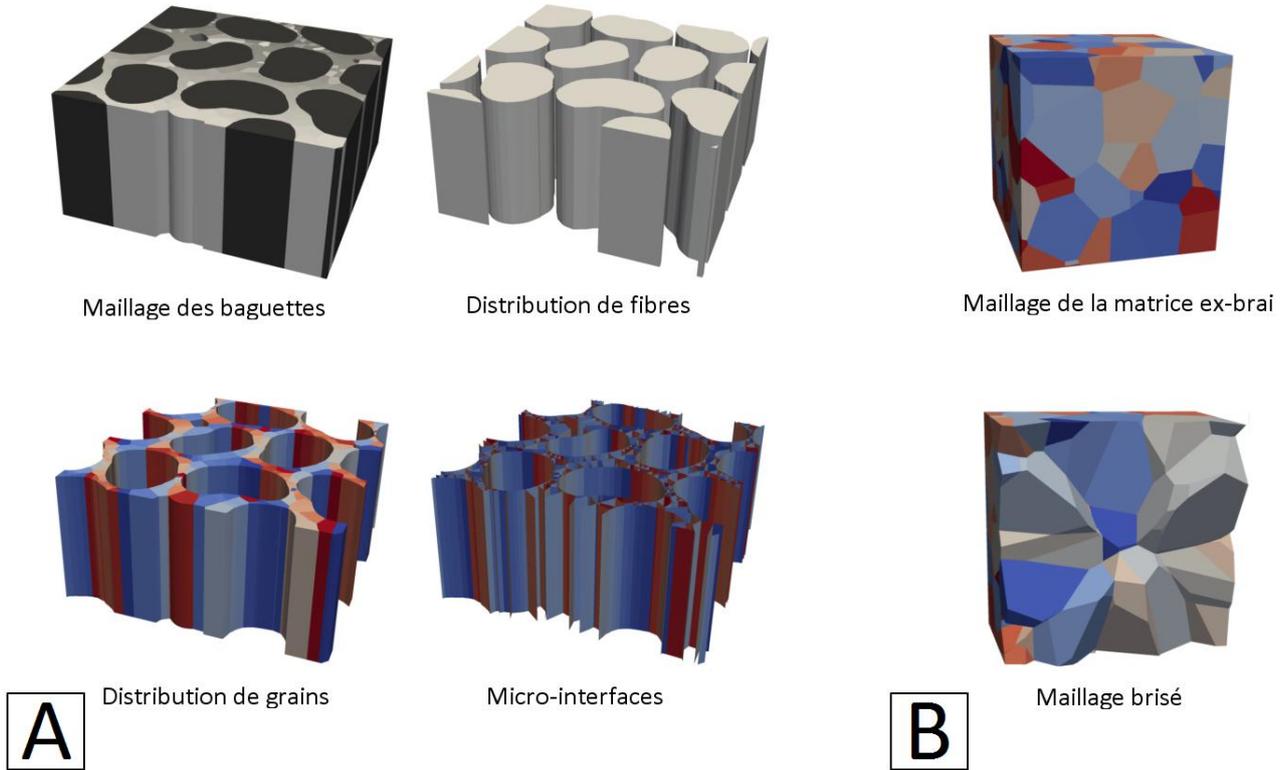


FIGURE 5.49 – Les différents modèles microscopiques proposés. A : Pour les baguettes, avec les fibres et la matrice. B : Pour les octets avec la matrice.

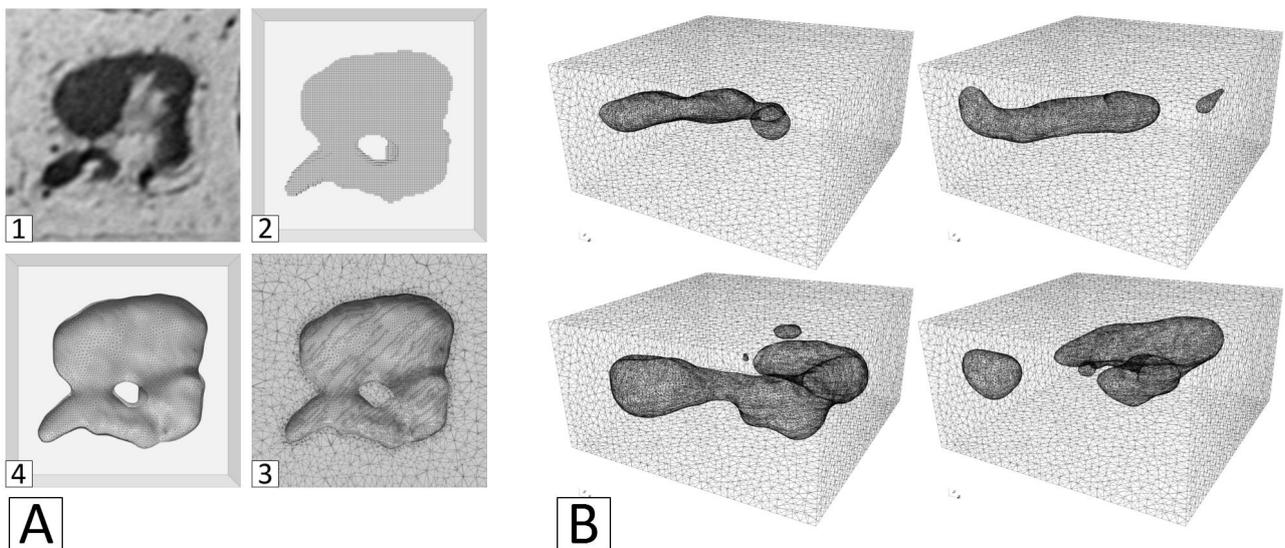


FIGURE 5.50 – Le modèle mésoscopique pour les octets de matrice. A : Les phases de construction du maillage depuis la tomographie. B : Quatre éléments parmi 200 de la base de données.

## Perspectives

**Approfondissement des modèles** Ces travaux de thèse ont permis de relier le comportement thermomécanique des constituants à l'échelle mésoscopique au comportement effectif à l'échelle macroscopique du 3D C/C. Diverses perspectives sont envisageables :

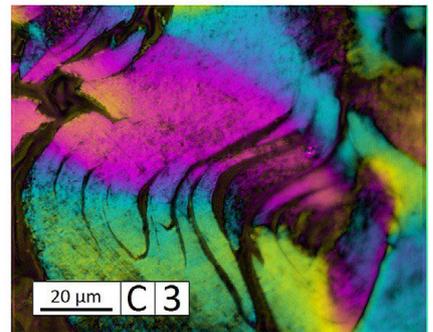
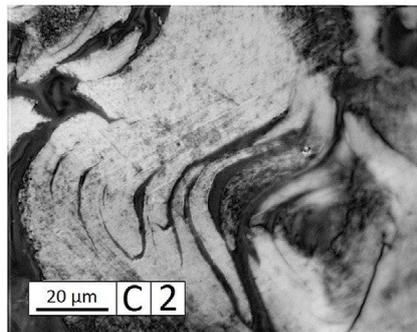
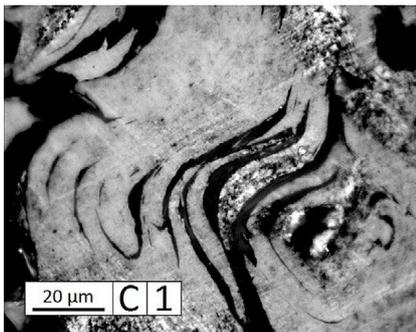
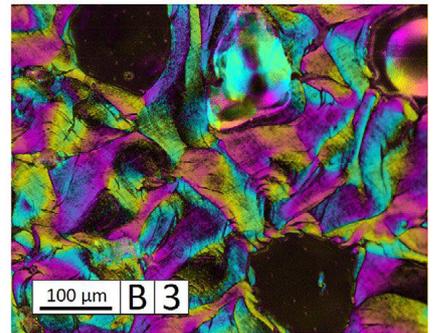
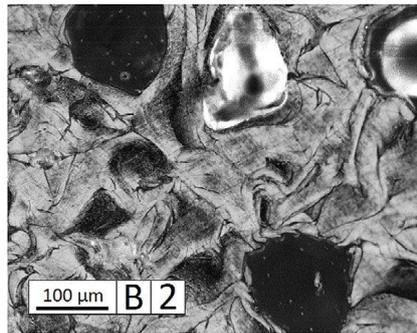
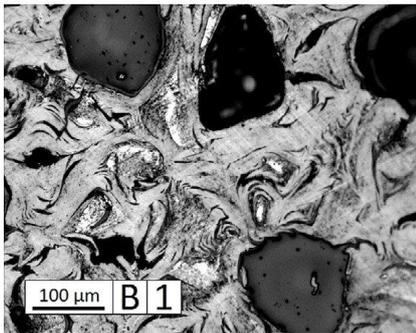
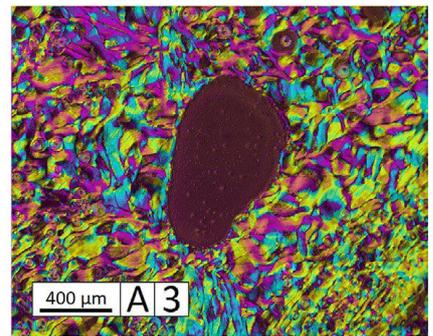
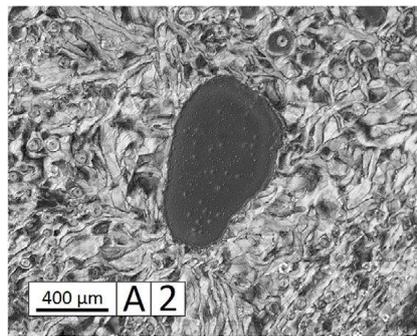
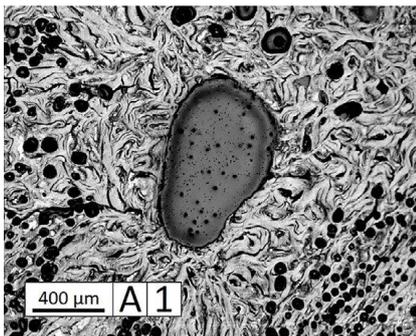
- La démarche peut tout d'abord être appliquée à l'échelle microscopique sur le 3D C/C. Les micro-interfaces ont déjà été caractérisées, il reste cependant beaucoup de zones d'ombre en ce qui concerne certaines propriétés mécaniques et l'expansion thermique des micro-constituants (fibres, matrice). Il s'agit par exemple du mécanisme permettant à la matrice d'absorber l'expansion thermique transverse des fibres. Des modèles et des maillages particulièrement proches de la morphologie sont proposés en annexe G (figure 5.49).
- Les méso-constituants présentent des structures complexes. Les octets de matrice, par exemple, contiennent des macropores avec des formes très dispersées et une matrice avec une texture particulièrement difficile à modéliser. Leurs propriétés mécaniques effectives et l'expansion thermique ont été supposées mais jamais réellement mesurées ou modélisées. Les baguettes présentent également une certaine complexité à cette échelle. Les essais de traction ont montré une sous-structure : un assemblage de quatre fils et d'une couche matricielle externe. Aussi, l'influence des fissurations initiales sur le comportement macroscopique reste à évaluer. Des modèles pour les méso-constituants sont proposés en annexe F (figure 5.50).
- Enfin, il est envisageable de complexifier le modèle macroscopique proposé. Il serait par exemple possible de s'intéresser aux propriétés thermiques (conduction, rayonnement) et ablatives pour se rapprocher des cas d'utilisation. Au niveau du comportement mécanique, il serait intéressant de rajouter certains phénomènes comme le micro-flambement des baguettes ou encore le fluage à haute température avec l'ajout de viscoplasticité dans les modèles.

**Extension à d'autres composites C/C** Les C/C possèdent une relation structure-propriétés complexe expliquant leur grande disparité, mais présentent néanmoins des mécanismes communs. Il existe diverses architectures, chacune orientant les propriétés suivant une ou plusieurs directions choisies, en fonction de l'utilisation finale du matériau. Il existe également différents types de fibres et diverses voies de densification. Les carbones graphitiques, outre l'oxydation dès 800°C, présentent des propriétés mécaniques inchangées jusqu'à 2000°C et encore intéressantes à 3000°C. Chaque constituant est marqué par une texture fortement anisotrope, reflétée sur les propriétés thermomécaniques. Les renforts présentent généralement un comportement relativement simple à l'ambiante, souvent caractérisé par une réponse élastique linéaire avec une rupture fragile. La faible expansion thermique axiale des renforts, couplée à leur grande rigidité, confère une faible dilatation au matériau et ainsi une grande résistance aux chocs thermiques. Cependant, les directions orthogonales aux renforts présentent une forte expansion thermique et de faibles propriétés mécaniques, favorisant la formation de décohésions pendant le refroidissement du matériau après les cycles de densification et de graphitisation. Aux endroits où le matériau n'a pu fissurer, il est également possible qu'une certaine quantité de contraintes thermiques résiduelles soit encore présente. Ces phénomènes peuvent fortement influencer le comportement effectif du matériau : un fort endommagement initial peut permettre d'importants glissements entre les renforts, les décohésions et les contraintes résiduelles peuvent absorber localement une grande partie de l'expansion thermique. Si ceci constitue le socle commun des mécanismes présents dans les C/C, il serait alors intéressant d'étendre la démarche présentée ici à d'autres architectures (tissés, stratifiés, etc.), des caractérisations à la modélisation, en passant par les essais aux interfaces. Des candidats potentiels seraient le tissé aiguilleté Sepcarb 2.5D<sup>®</sup> (Safran Herakles, cols de tuyère des boosters des fusées), le Sepcarb 4D<sup>®</sup> (Safran Herakles, diverses applications industrielles) ou encore le stratifié aiguilleté Novoltex<sup>®</sup> (Messier-Bugatti, disques de frein pour l'aéronautique), des éléments sont présentés en annexe E.



# Annexe A

## Techniques de caractérisation de la morphologie



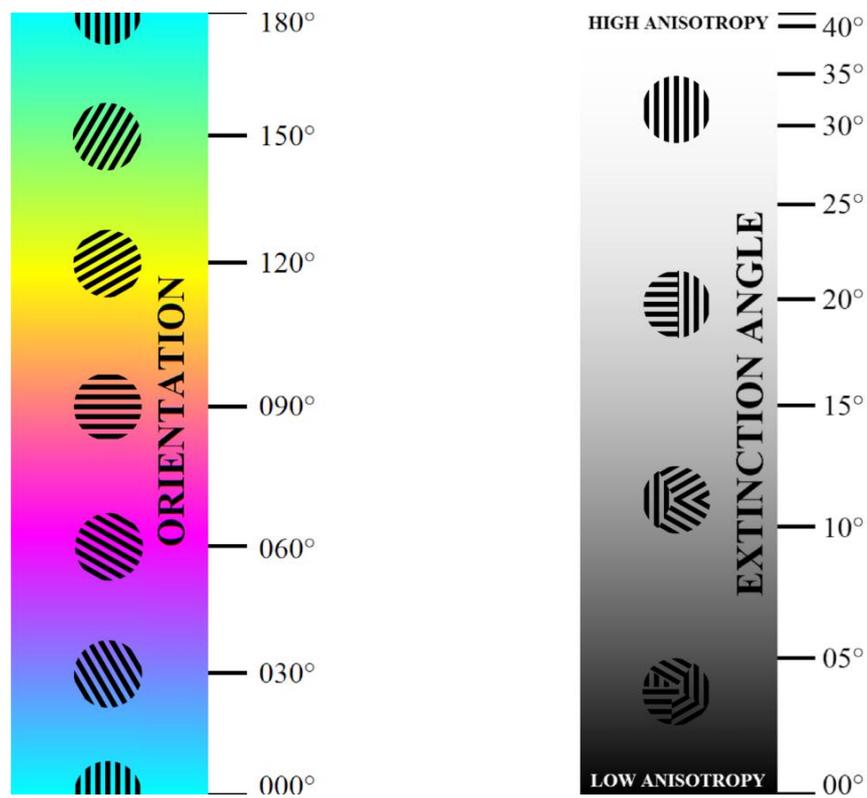


FIGURE A.1 – Légendes pour les cartographies issues de l'analyse par microscopie sous lumière polarisée [Gillard et al., 2015].

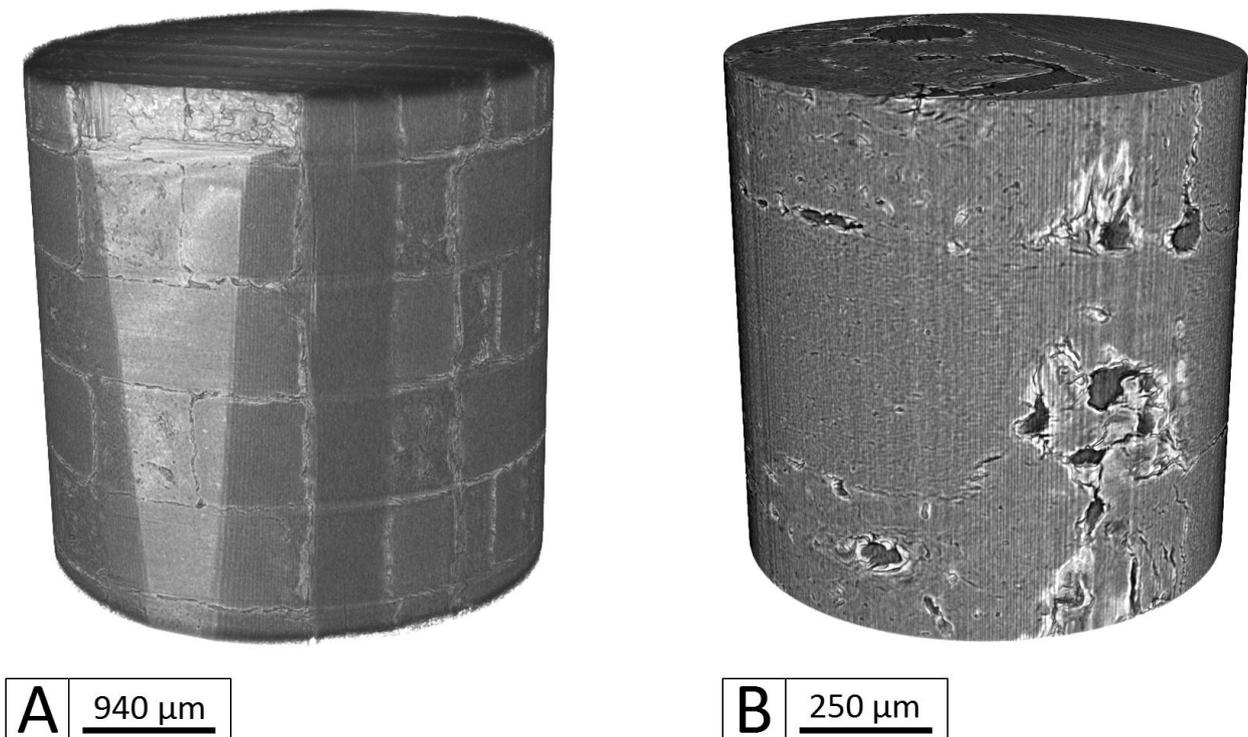


FIGURE A.2 – Micro-tomographies X du 3D C/C. A : Image 3D de 4.0μm de résolution après reconstruction. B : Image 3D de 1.0μm de résolution après reconstruction.

Diverses techniques de caractérisation ont été utilisées pour caractériser la morphologie du matériau aux différentes échelles. Le bref descriptif ci-dessous permet de donner les conditions d'obtention des images et décrit les options d'acquisition quand elles sont disponibles et utilisées.

**Microscopie optique** La microscopie optique permet d'observer des éléments allant de 5mm à 1 $\mu$ m à l'aide de lumière visible (blanche). Elle nécessite des échantillons polis de surface plane. Cette technique, très démocratisée, permet l'acquisition rapide d'images. Il est possible d'observer en réflexion ou en transmission ; le 3D C/C étant opaque, seule la microscopie en réflexion sera décrite ici.

**Microscopie optique sous lumière polarisée** Il est également possible de polariser la lumière incidente (projeter le champ électrique dans une direction) à l'aide d'un polariseur et d'un analyseur. Cette opération permet de faire ressortir la composition de certains matériaux observés ; les carbones sont notamment très sensibles à la lumière polarisée. Un outil basé sur la sensibilité des matériaux à la lumière polarisée a été développé dans le cadre de cette thèse [Gillard et al., 2015]. Il permet d'extraire de l'information supplémentaire à partir de séries de micrographies, telle l'orientation préférentielle locale et l'anisotropie optique en chaque pixel. Cet outil a été largement utilisé sur le 3D C/C, des résultats sont présentés dans ce chapitre, les légendes associées aux cartographies produites sont présentées en figure A.1.

**Microscopie électronique à balayage** La microscopie électronique à balayage (MEB) utilise un faisceau d'électrons (électrons primaires) pour éclairer des objets en surface. Cette technique permet d'observer jusqu'à 10nm, voire 0.4nm pour les plus puissants . Il existe une analogie avec un microscope classique, avec une profondeur de champ bien supérieure. Les électrons reçus par l'échantillon vont ré-émettre certaines particules, détectables par divers détecteurs. Les électrons secondaires (faible énergie) sont issus de l'excitation de la bande de conduction des atomes en surface de l'échantillon, révélant alors le relief. Les électrons rétro-diffusés proviennent du faisceaux primaire, mais sont déviés par les noyaux des atomes. Plus ces derniers sont lourds, plus la déviation est importante ; ces électrons permettent ainsi une analyse qualitative de la composition chimique d'un échantillon. Il existe d'autres particules émises (rayons X, électrons Auger), elles ne sont pas utilisées.

**Microscopie électronique en transmission** La microscopie électronique en transmission (MET) utilise un faisceau d'électrons (électrons primaires) traversant un échantillon aminci. Cette technique permet d'observer des éléments jusqu'à 0.08nm. Les images obtenues sont des clichés de diffraction, fonction de la composition chimique. La préparation des échantillons est fastidieuse, afin de former une lame mince. Les clichés de diffraction permettent d'étudier la structure cristalline du matériau. Le mode en champ clair permet de sélectionner seulement les électrons non diffractés, fonction de la densité locale du matériau. Le mode en champ sombre sélectionne au contraire les électrons diffractés, permettant d'observer des variations d'orientation. Seul le mode en champ clair a été utilisé dans ce chapitre.

**Micro-tomographie aux rayons X** Cette dernière technique permet de reconstruire des images 3D à partir d'une collection de balayages rayons X d'un matériau suivant plusieurs directions. Dans un premier temps, de nombreuses images 2D sont obtenues, puis une image 3D est reconstruite numériquement. L'image peut être un échantillon complet ou un volume à l'intérieur d'un échantillon. La figure A.2 présente les deux images 3D reconstruites utilisées dans ce chapitre, avec deux résolutions distinctes de 4.0 $\mu$ m et 1.0 $\mu$ m. Ces images contiennent énormément de données sur la morphologie du matériau. De nombreux traitements d'image sont envisageables (segmentation, convolution, etc.) afin d'en extraire des caractéristiques.



## Annexe B

### Dispositif de push-out à 25°C



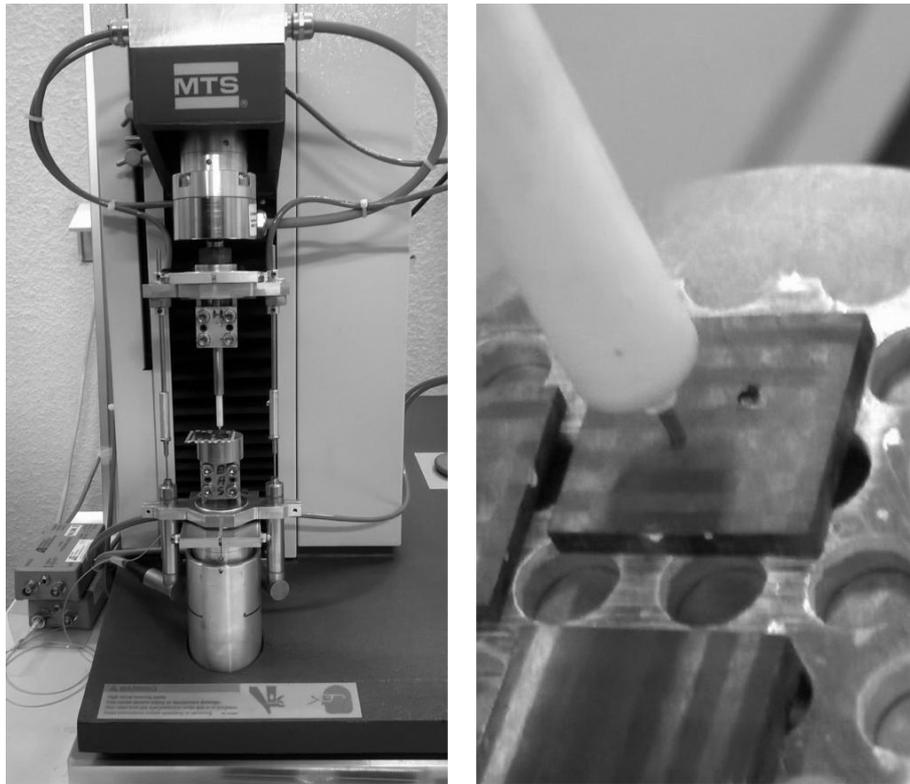


FIGURE B.1 – Montage expérimental utilisé pour le push-out à température ambiante, avec un essai de push-out sur baguettes Z en cours.

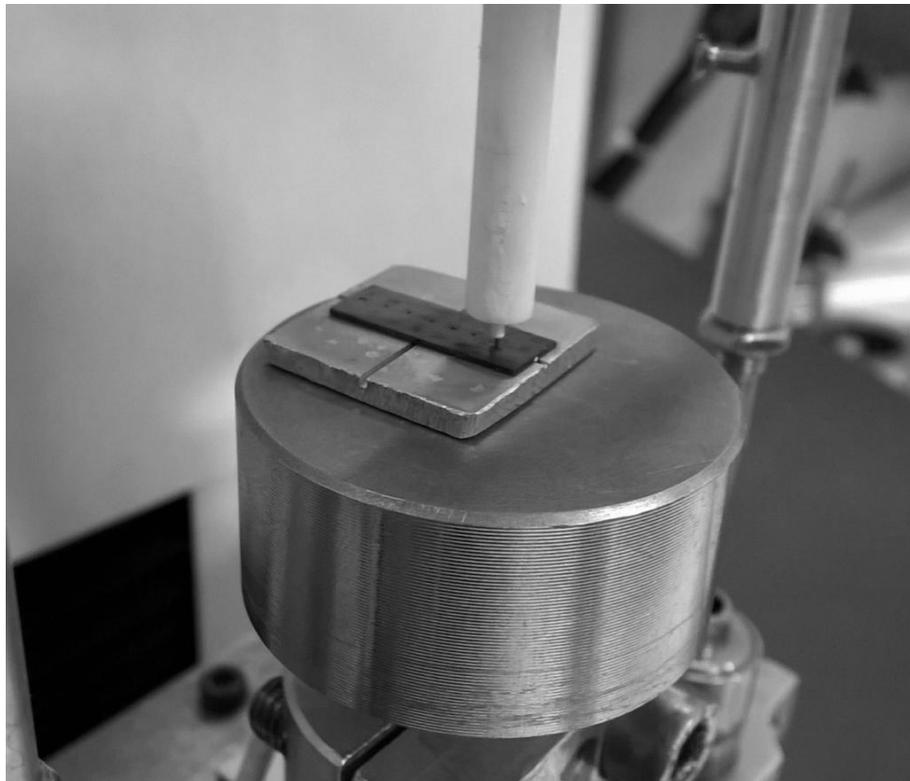


FIGURE B.2 – Aperçu du dispositif lors d'un essai de push-out sur un bundle de 200µm.

## Dispositif et outils complémentaires

**Besoins** Une outil de caractérisation des interfaces par push-out a été construit. Le principe est de pousser un élément en dehors d'un ensemble pour caractériser l'interface entre l'élément et l'ensemble. Cet outil opère dans les conditions ambiantes (sous air, 25°C). Il a été conçu pour être accessible et utilisé de façon simple. À terme, ces essais pourront réalisés à haute température sur un autre dispositif plus complexe, l'objectif de l'outil est de donner un aperçu du comportement à l'ambiante. Le dispositif répond aux besoins suivants :

- Effectuer des essais de push-out à différentes échelles (baguettes et bundles) ;
- Être compatible avec différentes gammes de pointes (500-100µm) ;
- Mesurer l'effort et le déplacement avec précision ( $\pm 0.01\text{N}$ ,  $\pm 1\mu\text{m}$ ) ;
- Mesurer et corriger la complaisance machine.

**Intégration** Un dispositif de traction/compression a été mis à disposition pour effectuer les essais de push-out. La figure B.1 présente le dispositif expérimental en cours d'essai, avec la machine de traction MTS et des mors adaptés permettant le fixation d'une pointe et d'un échantillon à caractériser. L'effort est directement mesuré par un capteur placé juste au dessus de la pointe. Le déplacement est mesuré à l'aide de deux capteurs latéraux, situés entre les traverses. Il est également possible de mesurer les émissions acoustiques afin de localiser plus précisément le moment où l'endommagement débute.

**Pointes et supports** Les pointes ont été conçues avec le dispositif avec les matériaux disponibles. Elles ont été réalisées en prévision du dispositif de caractérisation des interfaces à haute température. Elles sont composées d'une âme en tungstène, permettant d'appliquer des efforts mécaniques locaux et importants. Pour éviter le flambement et assurer une bonne isolation thermique, un assemblage de tubes d'alumine a été réalisé autour du cœur métallique. Cet assemblage est maintenu avec une colle thermo-résistante à base d'alumine. Ces pointes, dont la partie centrale est ajustée en fonction de l'essai réalisé, permet autant de pousser des baguettes (figure B.1) que des bundles (ou portions de baguettes, figure B.2). Elles peuvent également être réutilisées à haute température du fait de leur composition. Le support de l'échantillon est également un élément adapté à l'essai réalisé. Placé directement sous l'échantillon, il doit permettre le dégagement de l'élément poussé, tout en limitant la flexion locale. Il est composé d'une plaque en aluminium, percée ou rainurée suivant les moyens d'usinage disponibles. Ce matériau mou permet d'amortir les contacts éventuels avec la pointe en tungstène.

**Caractérisations post-essais** Des dispositifs de micrographies sont également disponibles afin de caractériser les échantillons et les pointes avant et après les essais. La figure B.3 présente l'outil privilégié pour les observations des échantillons : un microscope optique à visée orientable, multi-profondeur de champ équipé de puissants logiciels de traitement d'image (HDR, reconstruction 3D, etc.). Un MEB est aussi à disposition pour des investigations aux échelles plus fines, notamment au niveau des interfaces. Une dernière façon de retracer les mécanismes est de réaliser une vue en coupe transverse. Il s'agit d'une coupe passant par l'axe de l'élément dégagé, enrobée et polie mécaniquement, puis observé en microscopie optique. Cette coupe fournit des renseignements à cœur de matériau et renseigne bien plus fidèlement que de simples observations de surface (arrachements, blocages, etc.).

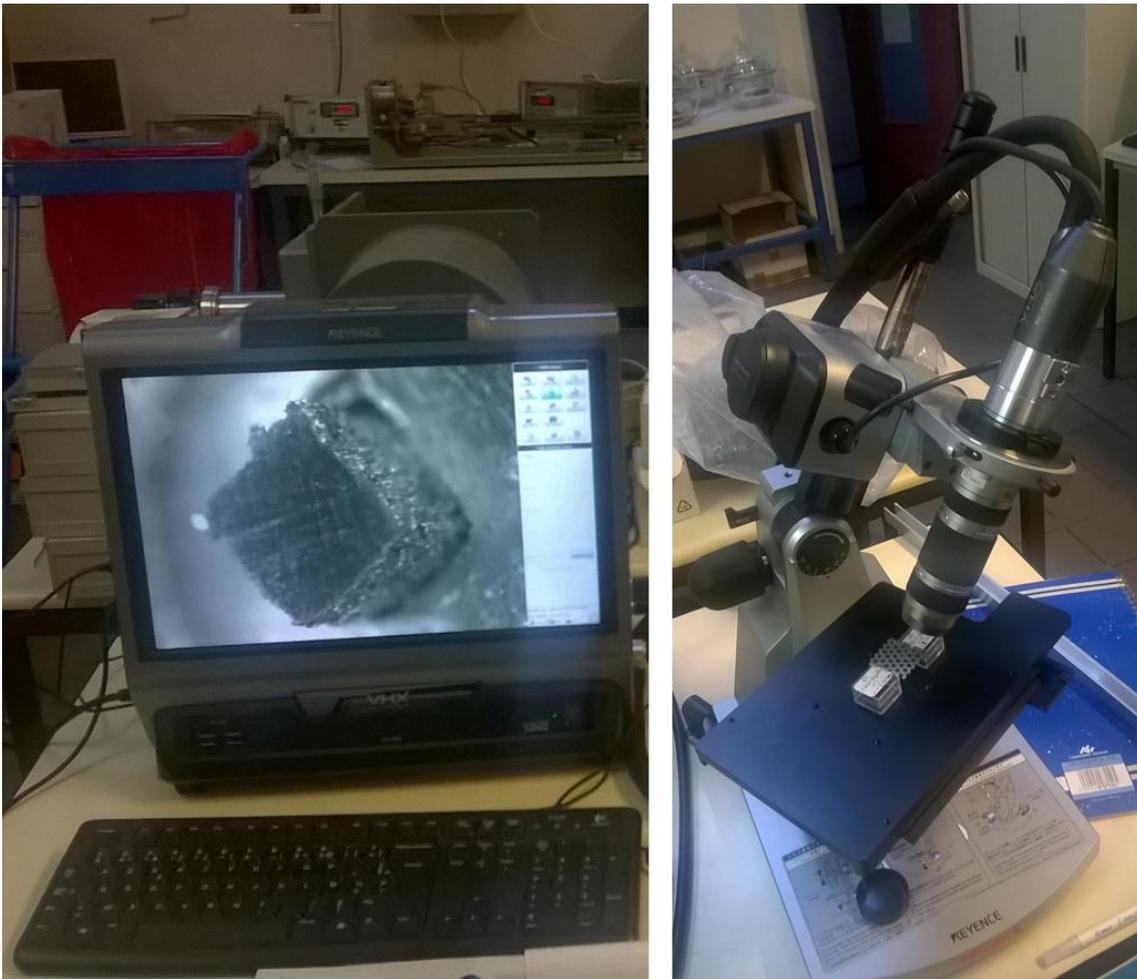


FIGURE B.3 – Microscope optique Keyence. À gauche, l'ordinateur associé équipé d'un logiciel d'acquisition et de traitement d'image. À droite, le microscope pivoté pour observer l'interface.

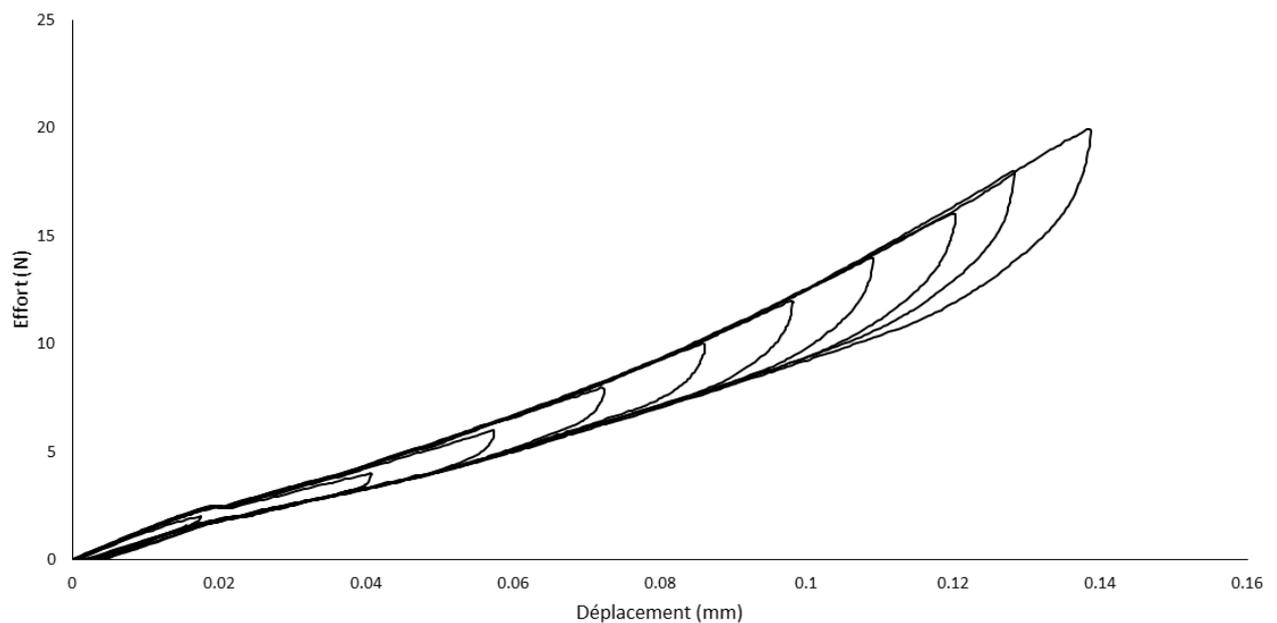


FIGURE B.4 – Essai de complaisance sur une pointe circulaire de 500 $\mu$ m.

## Essais et analyse

**Préparation des échantillons** L'échantillon est coupé sous forme de lamelle, avec les éléments à pousser placés dans le sens de l'épaisseur. L'épaisseur de l'échantillon est une variable de l'essai, suffisamment grande pour limiter la flexion, mais suffisamment petite pour éviter des effets de sur-contrainte en surface. Étudier l'influence de l'épaisseur peut mettre en avant certains mécanismes de la rupture de l'interface ou des éléments avoisinants. Un polissage sur les deux faces utiles (dessus et dessous) permet une meilleure visée, une plus grande stabilité de l'échantillon et un meilleur collage sur le support.

**Protocole expérimental** Voici une proposition de protocole à suivre afin de réaliser les essais :

- Coller une série d'échantillons sur des supports percés ou rainurés, adapté à la pointe utilisée et à l'élément à pousser.
- Placer et fixer la pointe dans la machine. D'éventuels ajustements de configuration sont à envisager pour permettre la mise en place des différents éléments tout en restant la course de la machine de traction/compression.
- Placer l'échantillon et son support sur le mors inférieur (avec un embout plat habituellement utilisé pour la compression).
- Régler la position de la machine afin de se placer dans la portée du capteur de position, et ajuster la position du mors inférieur afin que l'essai se déroule à l'intérieur de la course du capteur.
- Lancer l'essai. Un essai classique est d'appliquer un trapèze de déplacement sur la traverse supérieure. Avec un déplacement suffisamment important, la rupture et le glissement de l'interface peuvent être observés. Un essai plus complexe consiste à effectuer des cycles avec des trapèzes de déplacement toujours plus amples.
- Un post-traitement (détaillé plus loin) peut être nécessaire pour aider à l'analyse des résultats, corriger la complaisance machine, ou encore calculer des grandeurs caractéristiques (énergie de liaison, valeur du frottement, critère en contrainte), adimensionner les courbes, etc.
- Enfin des traitements statistiques peuvent être réalisés sur l'ensemble des essais pour tracer des moyennes, des écart-types, ou tout autre évolution d'un critère pertinent.

**Complaisance des pointes, complaisance machine** La figure B.4 présente la complaisance d'une pointe de 500 $\mu$ m utilisée pour pousser des baguettes Z au sein du composite. À cause de la colle thermo-résistante utilisée, la pointe présente un frottement interne entre les constituants qui s'avère non négligeable, formant les boucles visibles sur le graphe. Ceci est dû aux limitations liées à la conception pour résister à 1200°C. Les pointes doivent alors être rodées avant d'être utilisées, afin de propager la décohérence entre les constituants et limiter ainsi son évolution pendant les essais. Le comportement de la pointe est fixé tant que l'effort maximum de rodage n'est pas dépassé pendant les essais. Des post-traitements ont été conçus afin de corriger la complaisance machine-pointe, avec un modèle phénoménologique tenant compte de l'ouverture des boucles lors des cycles. Ces traitements ont besoin d'être calibrés par des essais en appui direct sur le support, pour obtenir la courbe présentée en figure B.4. Également, l'offset initial (pointe décalée de l'échantillon) et l'accommodation en surface du matériau peuvent être corrigés avant le traitement des courbes.

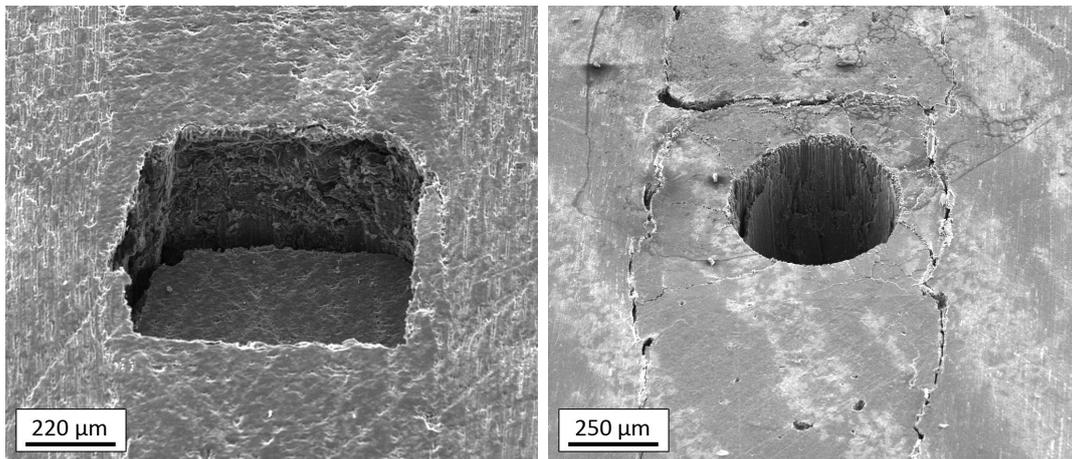


FIGURE B.5 – Micrographies MEB d'échantillons post-essai sur une baguette Z (à gauche) et un bundle de 500µm (à droite).

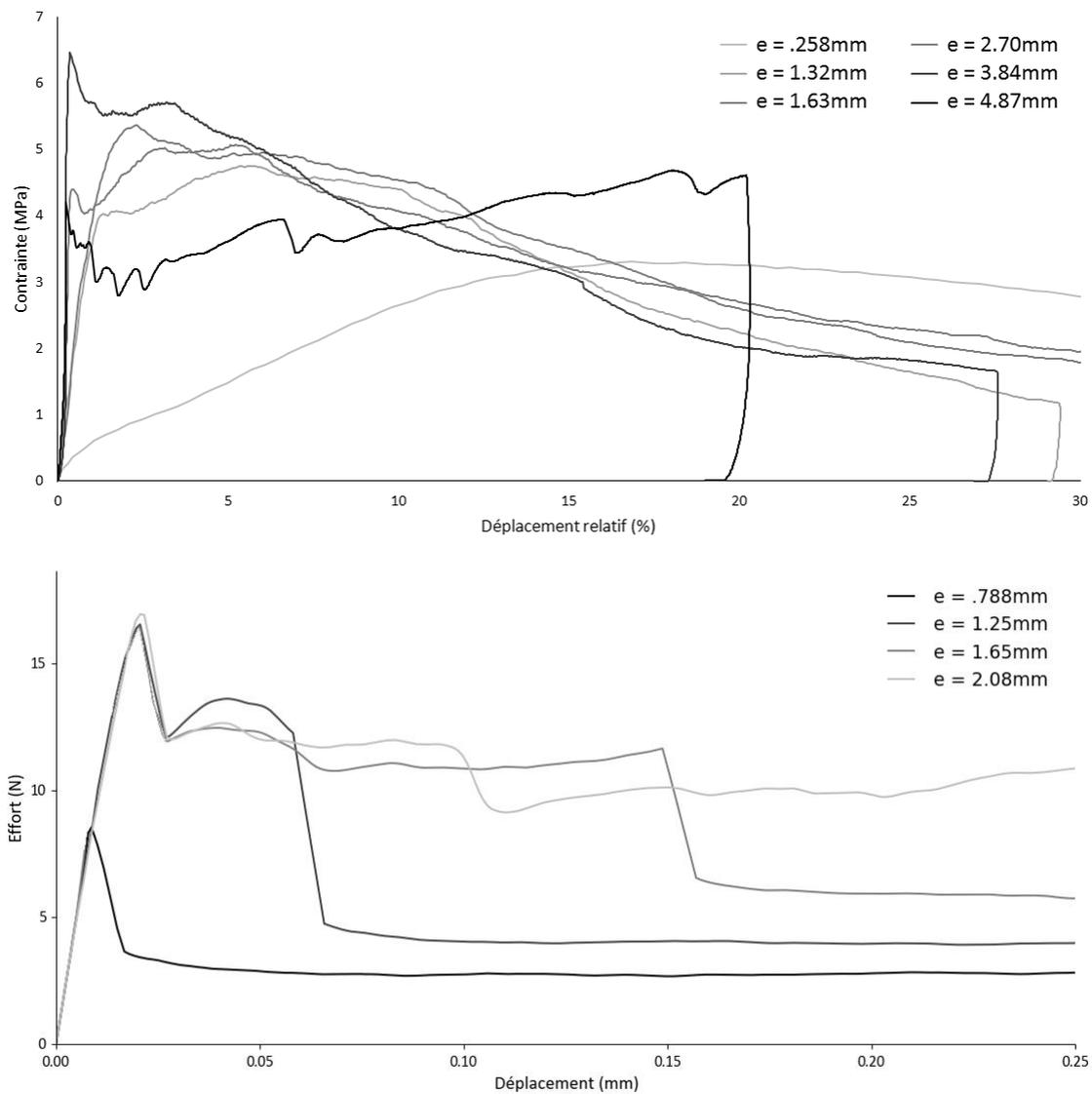


FIGURE B.6 – Résultats d'essais de push-out sur une baguette Z (en haut) et un bundle de 200µm (en bas).

## Informations pratiques

**Observations courantes** Les observations font partie intégrante de l'analyse des essais. La microscopie optique et la microscopie électronique à balayage sont les outils par excellence pour observer les échantillons après des essais (figure B.6). Les observations ont montré que les échantillons souffrent souvent de fissurations transverses lors d'essais de push-out sur bundles par exemple. Aussi, la section de éléments poussés peut varier entre la surface supérieure (face à la pointe) et celle inférieure, surtout pour les bundles. Ceci peut créer de la dispersion dans les essais.

**Normer les résultats** Après la correction de la complaisance machine-pointe et le recalage de l'origine, plusieurs traitement peuvent être effectués. Une façon efficace de normer les résultats est de diviser le déplacement par l'épaisseur et la force par le périmètre de la pointe multiplié par l'épaisseur (autrement dit par la surface de l'interface). C'est une façon efficace de superposer les courbes d'essais à différentes épaisseurs, pour ce qui concerne le frottement. Par contre, dans le cas d'une rupture, l'effort initial n'est pas lié à l'épaisseur mais davantage à un critère de propagation propre au matériau, ce qui constitue une limite à cette méthode. La figure B.6 illustre cela avec des essais à différentes épaisseurs sur baguettes Z (frottement uniquement) et des essais sur bundles (rupture puis glissement avec frottement).

**Réduction du bruit** Il est possible de lisser les courbes pour supprimer le bruit de mesure, ou les ressauts pendant les essais. Une méthode de type moyenne aurait tendance à introduire un biais. Une méthode de type régression polynomiale locale est utilisé pour lisser les valeurs tout en préservant les tendances. Cette méthode est basée sur l'algorithme de Savitzky-Golay. Les essais montrent une certaine dispersion, il convient de la faire apparaître dans les résultats.

**Calcul de grandeurs caractéristiques** Il existe des grandeurs physiques pour caractériser les interfaces. L'énergie de liaison, la valeur du critère en contrainte ou encore la valeur du frottement sont des éléments nécessaires pour quantifier la résistance d'une interface. Ces valeurs peuvent être estimées à partir d'essais de push-out, mais ne peuvent être mesurées directement. Il existe des modèles (Shear-Lag par exemple) qui intègrent l'ensemble des phénomènes et permettent d'utiliser le comportement effectif pour retrouver certains paramètres. Cependant, les mécanismes peuvent s'éloigner fortement des hypothèses fondamentales de ces modèles et les rendre moins intéressants.

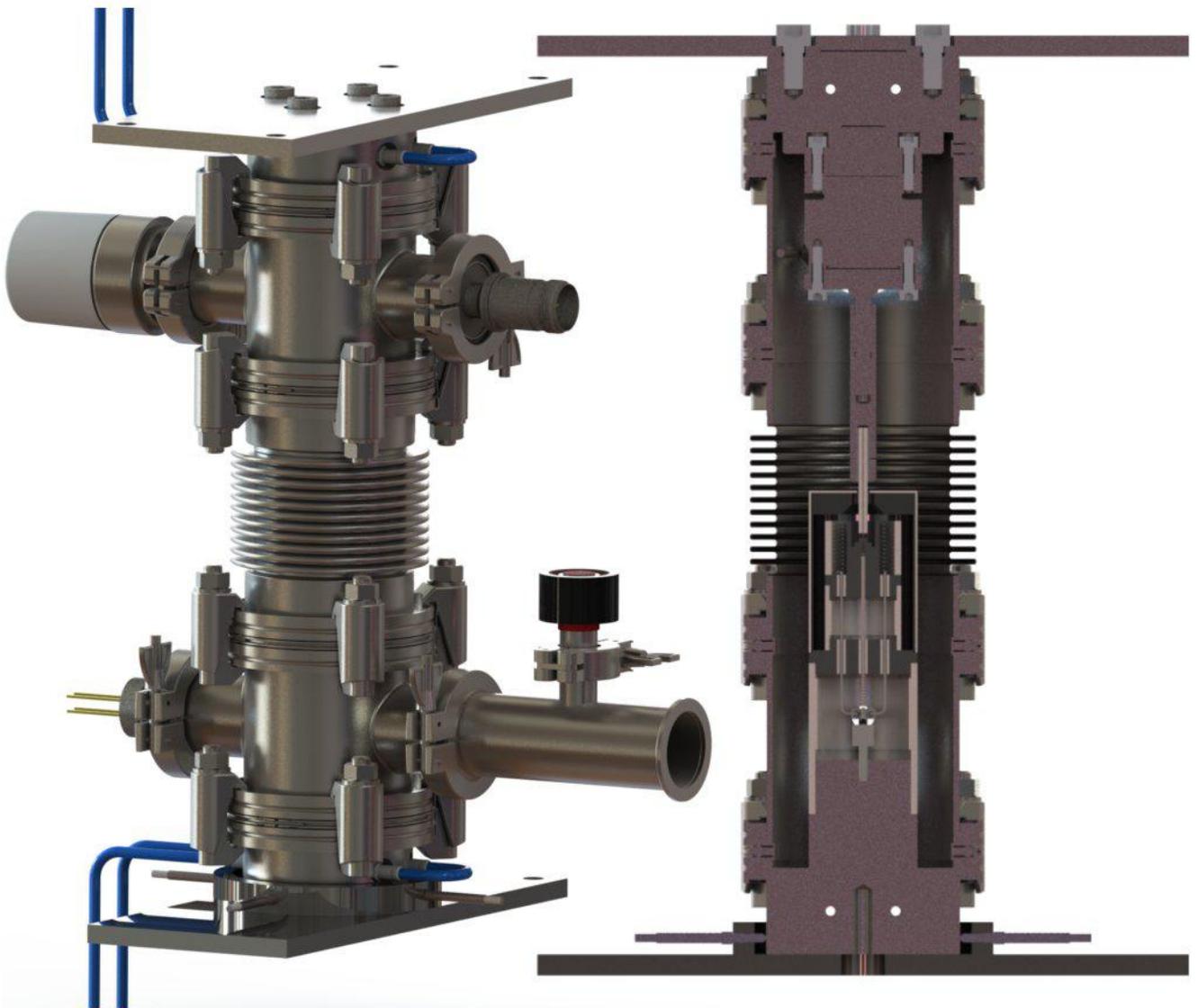
## Remerciements

Un grand merci à B. Humez pour le soutien technique lié à l'utilisation de la machine de traction/compression MTS.



## Annexe C

### Dispositif de push-out à haute température



## Besoins et solutions techniques

**Objectifs** Les travaux de caractérisation du comportement thermo-mécanique du 3D C/C ont amené à étudier le comportement des interfaces à haute température. Le composite possède des interfaces à différentes échelles. À l'échelle mésoscopique se trouvent les méso-interfaces, les interfaces entre les méso-constituants (baguettes et octets). À l'échelle microscopique au sein des baguettes se trouvent les micro-interfaces. Il s'agit du lien entre les fibres et la matrice. L'étude de l'influence de la température ( $>1000^{\circ}\text{C}$ ) sur le comportement des interfaces est un des enjeux majeurs du dispositif à concevoir. Pour éviter les problématiques liées à l'oxydation, l'atmosphère devra être neutralisée (vide secondaire). La technique du push-out a été retenue en vertu de sa simplicité de réalisation et d'exploitation des données. L'essai de push-out consiste à pousser un élément en dehors d'un ensemble à l'aide d'une pointe de forme adaptée. Cet essai sollicite alors l'interface autour de cet élément en mode II (cisaillement). Les données recueillies aident à comprendre les mécanismes d'endommagement et de rupture du matériau.

**Cahier des charges** Voici une liste exhaustive de besoin du dispositif :

- Réaliser des essais de push-out pilotés en déplacement comme en effort ;
- Supporter des efforts jusqu'à 100N et des déplacements de plusieurs millimètres ;
- Opérer à une température fixée, jusqu'à  $1200 \pm 10^{\circ}\text{C}$ , atteignable rapidement ( $<1\text{h}$ ) ;
- Établir un vide secondaire pour prévenir de l'oxydation des échantillons ;
- Pouvoir travailler aux deux échelles considérées (visée, résolution des capteurs, etc.) ;
- Suivre en temps réel les essais (effort, déplacement) et sauver les données.

| Fonctions objectifs   | Sous fonctions   | Solutions techniques   |
|---|--|--|
| FP.1 Effectuer un essai de push-out sur un bundle et sur une baguette | FS.1.1 Fixer l'échantillon (solution démontable)                   | Support + fixation échantillon   |
|   | FS.1.2 Générer effort (0 - 500 N)                                  | Machine de traction Instron 4505   |
|   | FS.1.3 Transmettre et localiser l'effort ( $\pm 50 \mu\text{m}$ )  | Axe de transmission  |
|   | FS.1.4 Mesurer l'effort ( $\pm 0.01 \text{ N}$ )                   | Cellule de force   |
| FP.2 Réaliser des essais à chaud ( $1200^{\circ}\text{C}$ )           | FS.2.1 Produire chaleur ( $25 - 1200^{\circ}\text{C}$ )            | Enroulement résistif, passage étanche                                    |
|   | FS.2.2 Mesure température échantillon ( $\pm 10^{\circ}\text{C}$ ) | Thermocouple collé sur support échantillon                               |
|   | FS.2.3 Protéger bâti du rayonnement (sous vide)                    | Panneaux thermiques  |
|   | FS.2.4 Protéger bâti de la conduction thermique                    | Etage d'isolation thermique en alumine                                   |
| FP.3 Réaliser des essais sous vide secondaire                         | FS.3.1 Isoler hermétiquement le bâti                               | Soudures, joints toriques  |
|   | FS.3.2 Permettre de déplacement du bâti en conservant l'étanchéité | Soufflet   |
|   | FS.3.3 Pomper l'air  | Groupe de pompage  |
|   | FS.3.4 Mesure la pression (vide secondaire)                        | Jauge pour vide secondaire   |
| FP.4 Suivre un essai en temps réel depuis une station de travail      | FS.4.1 Afficher et enregistrer les mesures en temps réel           | Software Instron 4505  |
|   | FS.4.2 Bloquer les mouvements pouvant endommager le dispositif     | Limite de déplacement, limite d'effort, limite de puissance de chauffage |
| FP.5 Pouvoir s'adapter à la machine de traction Instron 4505          | FS.5.1 Pouvoir s'insérer dans la machine                           | Respect du volume maxi/ respect des cotations                            |
|   | FS.5.2 Pouvoir se fixer  | Attaches compatibles   |

FIGURE C.1 – Cahier des charges du dispositif de push out à haute température.

**Solutions techniques retenues** La figure C.1 présente les solutions techniques envisagées. La conception a été réalisée avec l'aide de SolidWorks, un logiciel de conception assistée par ordinateur (CAO). La figure C.2 présente une vue d'ensemble du moyen d'essai. Le dispositif est conçu pour s'adapter entre les mors d'une machine de traction/compression INSTRON 4505 ( $P_{max}=10$ tonnes). Il est composé d'une enceinte étanche, d'un effecteur pour pousser les éléments, d'un four pour le chauffage et d'un groupe de pompage pour le vide. L'enceinte est capable de résister à la pression différentielle causée par un vide secondaire. Elle comporte une partie souple, permettant un déplacement relatif des parties supérieure et inférieure pour la réalisation des essais. Elle est traversée de passages étanches pour connecter les divers équipements internes (four, capteur de force, thermocouple). Elle permet également la connexion à un groupe de pompage pour la mise sous vide. La partie supérieure de l'enceinte est reliée à une pointe descendant jusqu'à l'intérieur du four, lui-même connecté à la partie inférieure de l'enceinte. L'échantillon est placé entre ces deux éléments, à la chaleur du four, au vide de l'enceinte et sous l'effort transmis par la pointe. Les bâtis supérieurs et inférieurs vont s'adapter sur la machine de traction/compression avec une liaison complète.

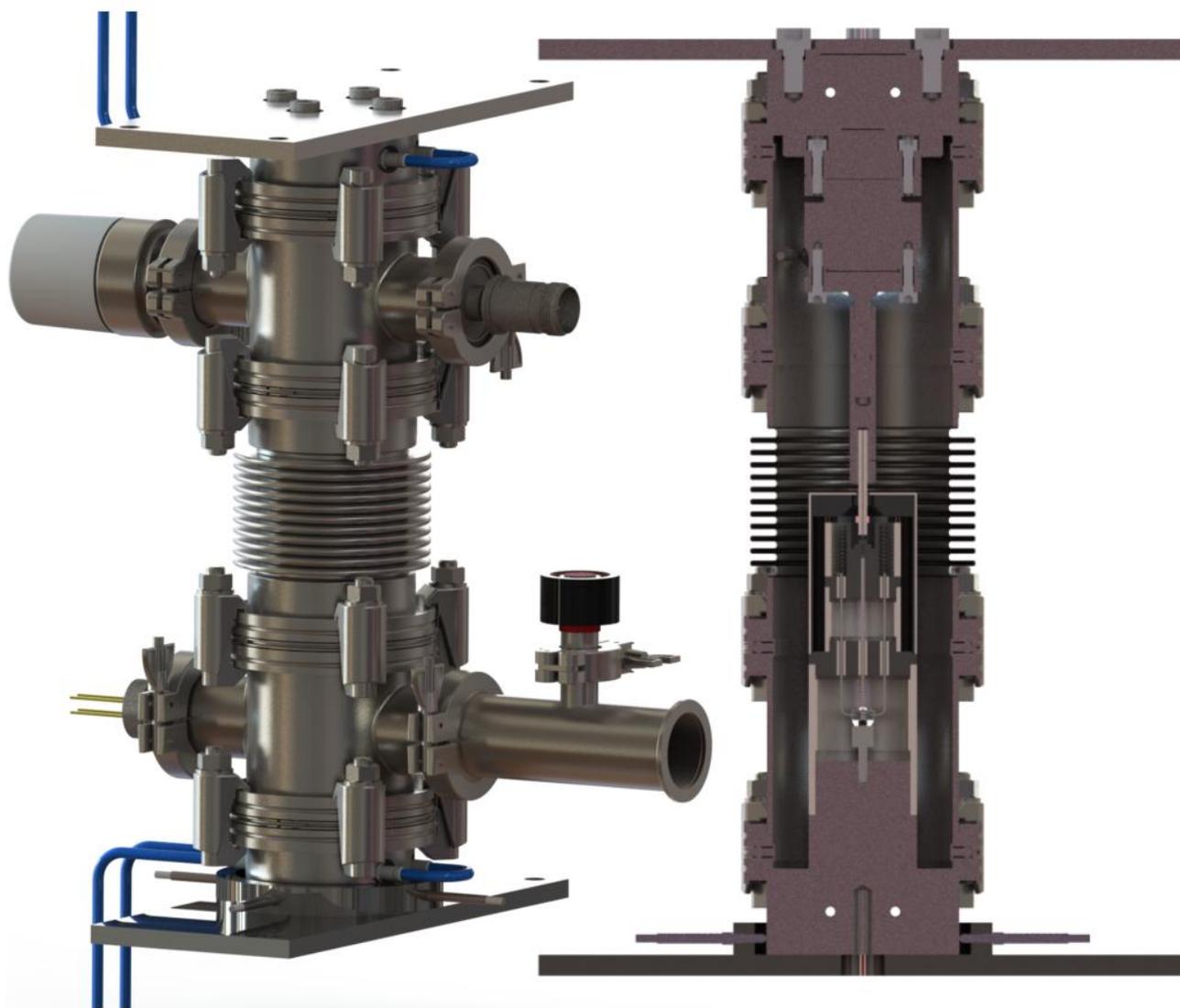


FIGURE C.2 – Vue d'ensemble du dispositif de push-out à haute température.

## Quelques éléments de conception

### Conception de l'enceinte

La figure C.3 présente une vue d'ensemble et une vue en coupe de l'enceinte. La figure C.4 présente un schéma pour identifier les différents constituants de l'enceinte. L'enceinte joue plusieurs rôles pour le fonctionnement du dispositif. Son étanchéité permet d'y établir un espace de travail sous vide secondaire. Elle est composée d'un assemblage de pièces standards et de pièces sur-mesures usinées. Le matériau choisi est globalement de l'acier inoxydable ordinaire. Les plaques supérieures et inférieures, appelés bâtis, ont été réalisées pour s'adapter sur les traverses de l'INSTRON 4505, une avec fixation par vissage. La plaque supérieure présente un système de centrage court. La plaque inférieure un système de réglage radial pour la mise en position avant les essais. Les défauts d'alignement entre les plaques, une fois l'ensemble assemblé, sont récupérés par la souplesse du soufflet. Les parties supérieure et inférieure de l'enceinte sont fixées sur les plaques. La partie supérieure est positionnée par centrage court et maintenue par vissage au travers de la plaque. Un centrage court ainsi que des trous taraudés sont présents du côté interne à l'enceinte.

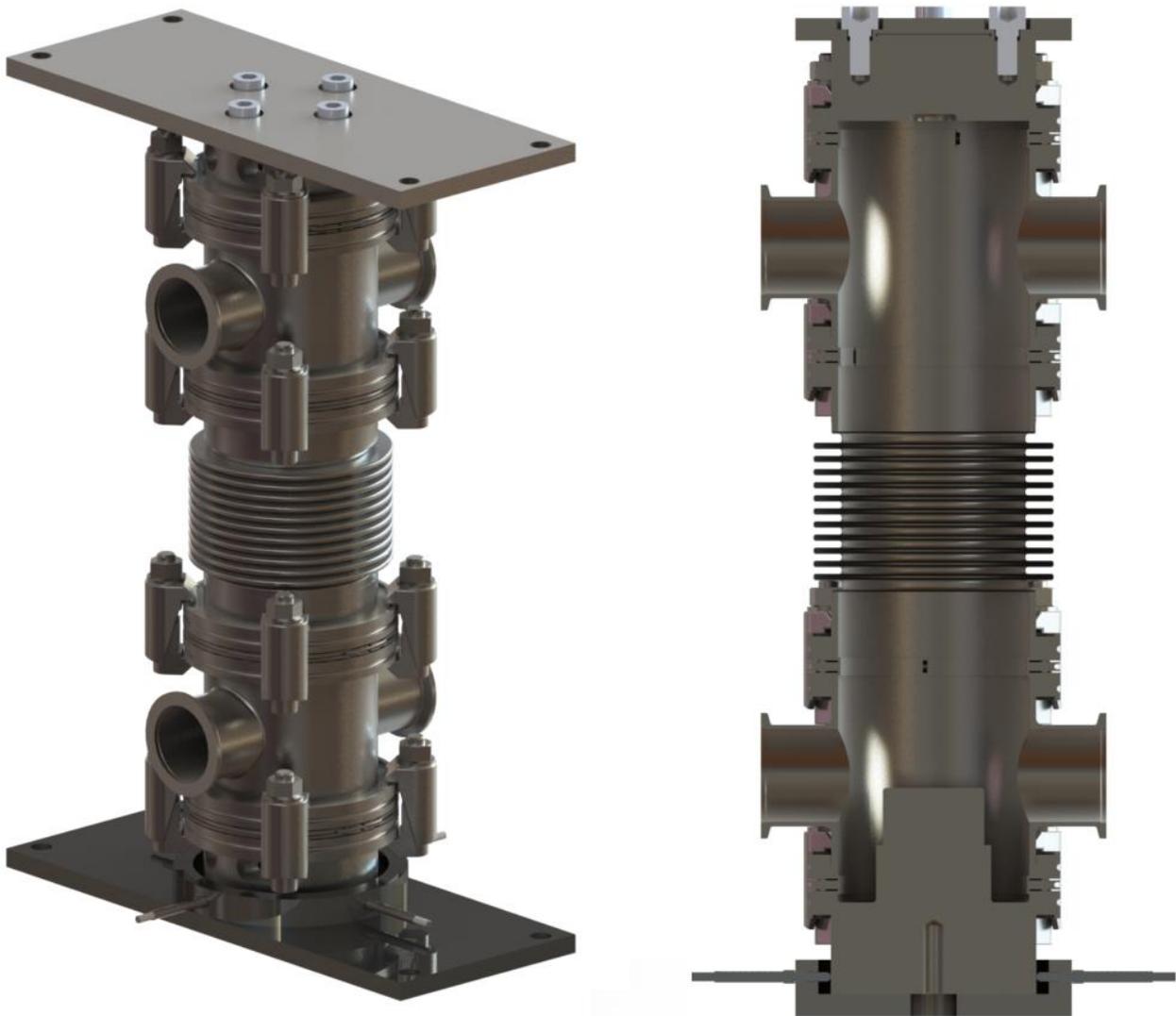


FIGURE C.3 – À gauche, une vue en perspective de l'enceinte. À droite, une vue en coupe de l'enceinte.

Ils permettent d'installer l'effecteur du système tout en garantissant le bon alignement de l'ensemble. La partie inférieure est simplement posée sur le bâti inférieur. La mise en position se fait à l'aide des 4 vis de pression permettant un réglage radial fin. Le maintien est réalisé avec une tige filetée vissée dans la base, passant de part et d'autre de la traverse inférieure de l'INSTRON 4505. En dessous de la traverse, un serrage permet de contrôler la pression de la partie inférieure sur la plaque pour permettre le réglage radial tout en bloquant tout glissement pendant les essais. Du côté interne à l'enceinte, la partie mâle d'une liaison par emmanchement permet l'installation du four, ce dernier est simplement maintenu par sous poids. L'enceinte relie les parties inférieure et supérieure avec des pièces standards de la technologie du vide. Il s'agit de deux croix DN80/ISO-K vers DN40/ISO-KF et d'un soufflet DN80/ISO-K/120mm. Les croix permettent l'ajout de passages étanches pour le capteur de force, le thermocouple et l'alimentation électrique du four. Elles permettent également de connecter la jauge de vide et le groupe de pompage pour le vide secondaire. Le soufflet apporte la souplesse à l'ensemble avec sa tolérance aux déplacements radial et axial. Ceci permet de supporter le jeu entre les parties supérieure et inférieure (installation et réglages de visée) et permet de rapprocher les traverses pour réaliser les essais. Également, des accessoires sont ajoutés pour le centrage, l'étanchéité et le maintien mécanique (anneaux de centrage, griffes).

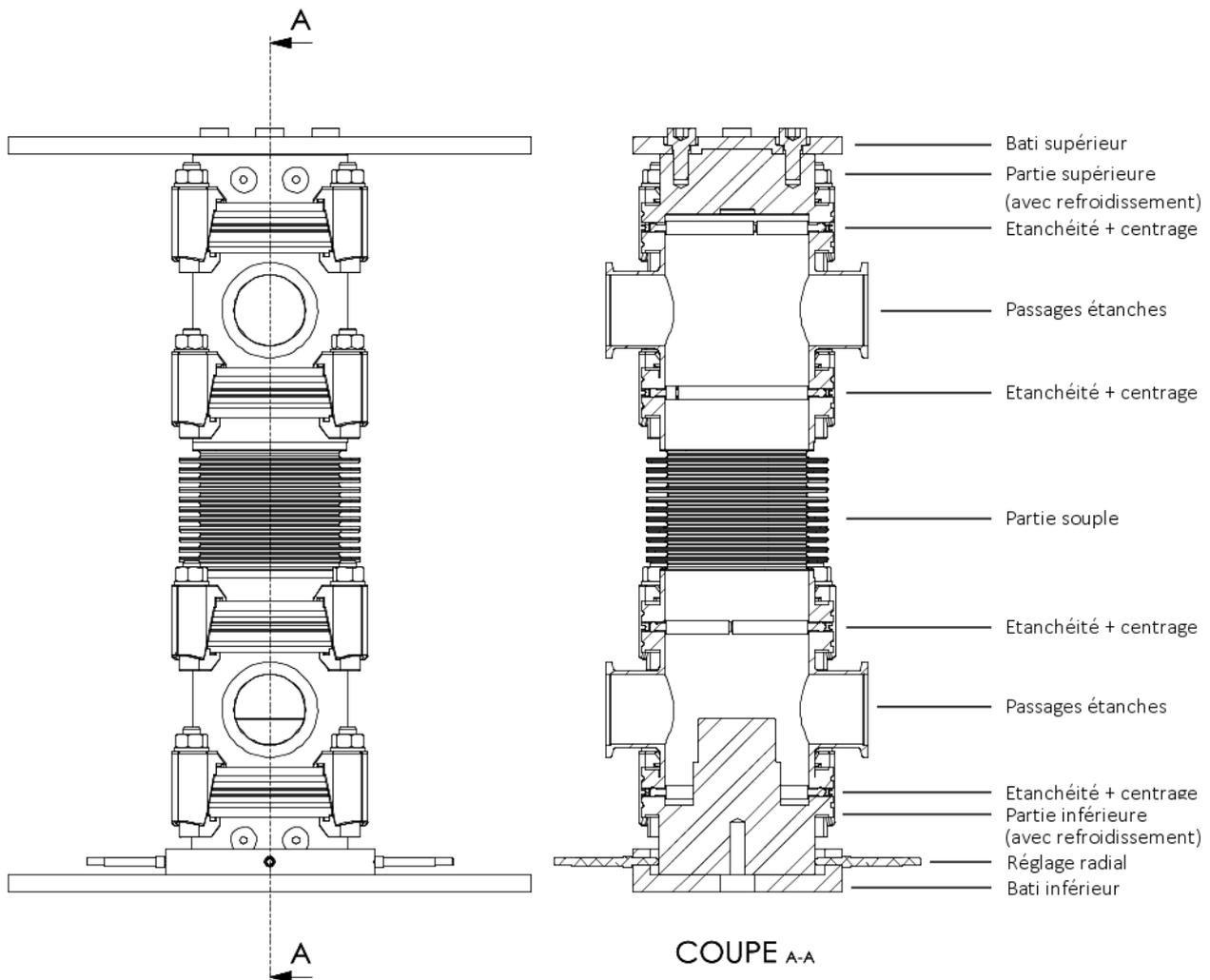


FIGURE C.4 – Vue en coupe de l'enceinte, annotée du nom de ses constituants.

## Conception du four

La figure C.5 présente une vue en perspective et une vue en coupe du four. La figure C.6 détaille les constituants du four au travers d'un schéma d'une coupe transverse. Le four tient divers rôles lors du déroulement d'un essai. Le push-out est réalisé en son cœur, il doit donc permettre le positionnement, éventuellement le collage et le retrait de l'échantillon. L'ensemble doit supporter les efforts liés aux essais et s'adapter sur la partie inférieure de l'enceinte. Il doit bien sûr porter l'échantillon à une température précise ( $\pm 10^{\circ}\text{C}$ ), et supporter les contraintes thermiques générées. En pratique, quatre générations de four se sont succédées avant de trouver une solution technique permettant un compromis entre sa conception et son utilisation. La chaleur est générée par un système résistif, un chauffage par effet Joule. La résistance est dimensionnée par rapport à l'alimentation disponible. La technologie utilisée pendant les essais repose sur un filament en Kanthal A1, résistant jusqu'à  $1200^{\circ}\text{C}$  grand maximum. En pratique, suite à de nombreuses fusions des fours de génération précédente et leur temps de construction, la température n'a pas été testée au delà de  $1000^{\circ}\text{C}$ . Ces générations précédentes sont basées sur différents éléments résistants (tungstène, acier, platine, platine rhodié, etc.), toutes présentant des forces et des faiblesses (tenue sous vide, réactions chimiques, fluage, ductilité, etc.).



FIGURE C.5 – À gauche, une vue en perspective du four. À droite, une vue en coupe du four.

Le four retenu opère à quelques dizaines de Volts pour quelques Ampères, soit une puissance inférieure à 100W pour atteindre 1000°C. La température étant inférieure à 1200°C, il a été choisi d'utiliser un thermocouple type K (chromel/alumel) pour la mesure de la température. Ce thermocouple est peu onéreux et efficace sur cette plage de température. Un PID permet de piloter l'alimentation avec une boucle de contrôle connectée au thermo-couple (Eurotherm). Un grand soin a été pris pour le choix des matériaux, avec des parties massives complexes en graphite dense (Mersen, jusqu'à 2000°C) et des tubes d'alumine (Degussit, jusqu'à 1500°C). Le graphite a l'avantage de peu dilater, possède des propriétés mécaniques intéressantes et s'usine très facilement. Il est également un très bon conducteur thermique et possède une grande émissivité. L'alumine possède des propriétés mécaniques intéressantes et est un bon isolant thermique (matériau réfractaire). Le four a été conçu autour d'un noyau thermique en graphite favorisant une température homogène autour de l'échantillon. Divers éléments d'isolation sont ajoutés autour pour limiter les pertes thermiques et donc la puissance nécessaire au chauffage. L'ensemble est placé dans une chambre de confinement, un creuset en alumine avec un fond percé. Il est renforcé à l'intérieur d'un panneau thermique (Papyex + Calcarb, Mersen). Le perçage permet le passage de l'effecteur pour atteindre l'échantillon au centre du four. Ce dernier est placé sur un support amovible percé en graphite, qui s'adapte au centre du noyau thermique. Le thermocouple est collé juste en dessous du support de l'échantillon, dans le noyau thermique, afin d'avoir une mesure de la température aussi exacte que possible.

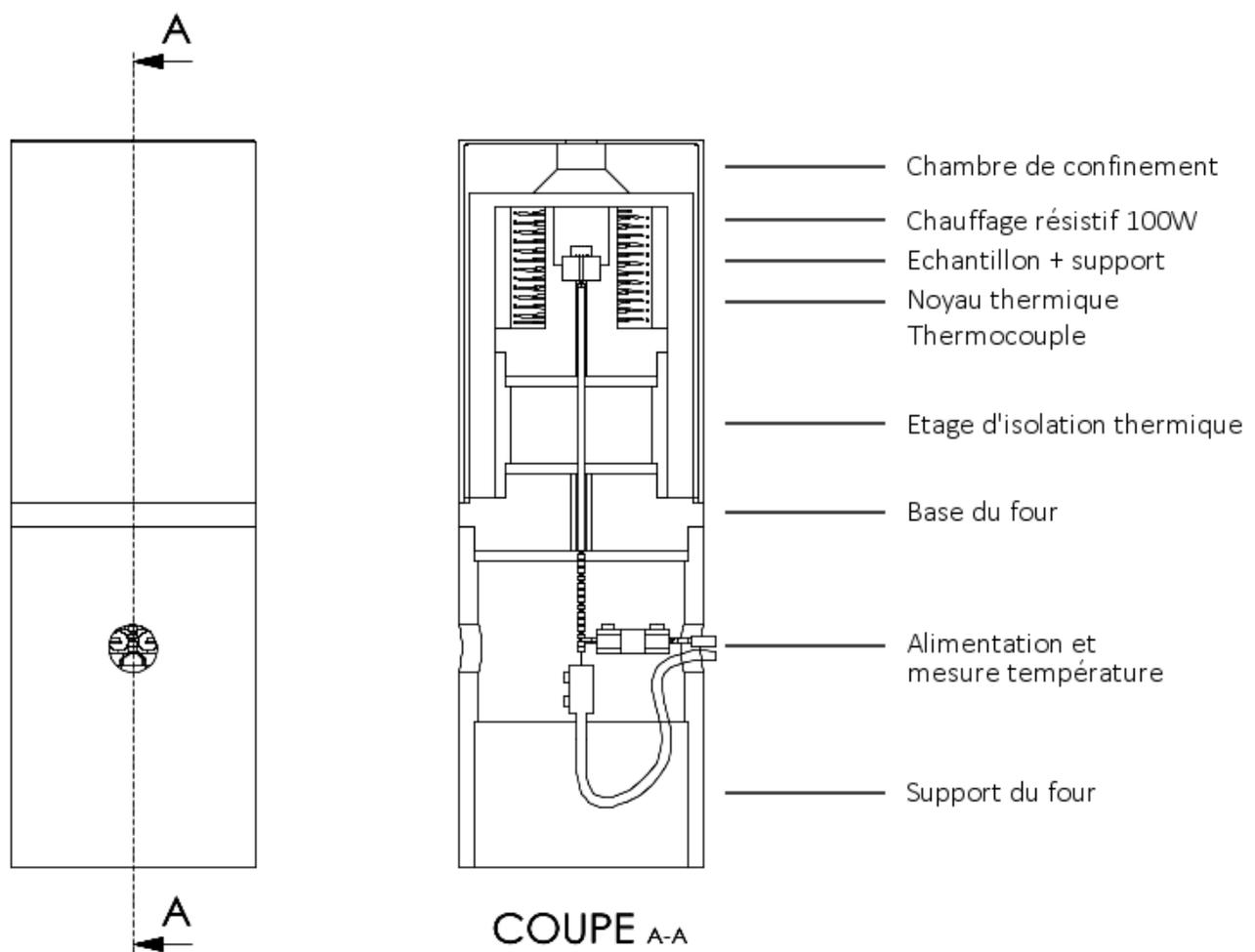


FIGURE C.6 – Vue en coupe du four, annotée du nom de ses constituants.

## Conception de la pointe

La figure C.7 présente une vue en perspective et une vue en coupe de la pointe. La figure C.8 présente les différents constituants de la pointe. L'effecteur permet de réaliser l'essai de push-out. Fixé à la partie supérieure de l'enceinte, il passe au travers du four pour atteindre la zone ciblée sur l'échantillon. Il est composé d'un assemblage d'éléments principalement en acier, avec une série de positionnements par centrage et de maintiens par vissage. Le capteur de force a été intégré à cet assemblage ; il n'est pas possible de mesurer l'effort de réaction depuis l'extérieur de l'enceinte à cause de la réaction du soufflet et des efforts liés au vide. Le support bâti s'adapte sur le centrage court de la partie supérieure de l'enceinte, avec un maintien par vissage. Le capteur de force est positionné entre le support bâti et le support pointe, également avec des centrages courts et des fixations par vissage. Ainsi, il est directement placé sur l'axe de l'indenteur. L'effecteur est fixé sur un système de positionnement et d'alignement connecté au support pointe. Il s'agit d'un pivot glissant ajusté pour garantir un alignement par centrage long. Le déplacement axial est réalisé par un système vis-écrou, le blocage avec un contre-écrou. Le réglage radial est réalisé avec 6 vis de pression à l'endroit de la fixation de l'effecteur. Ceci permet un réglage complet de l'effecteur pour aider à la visée.

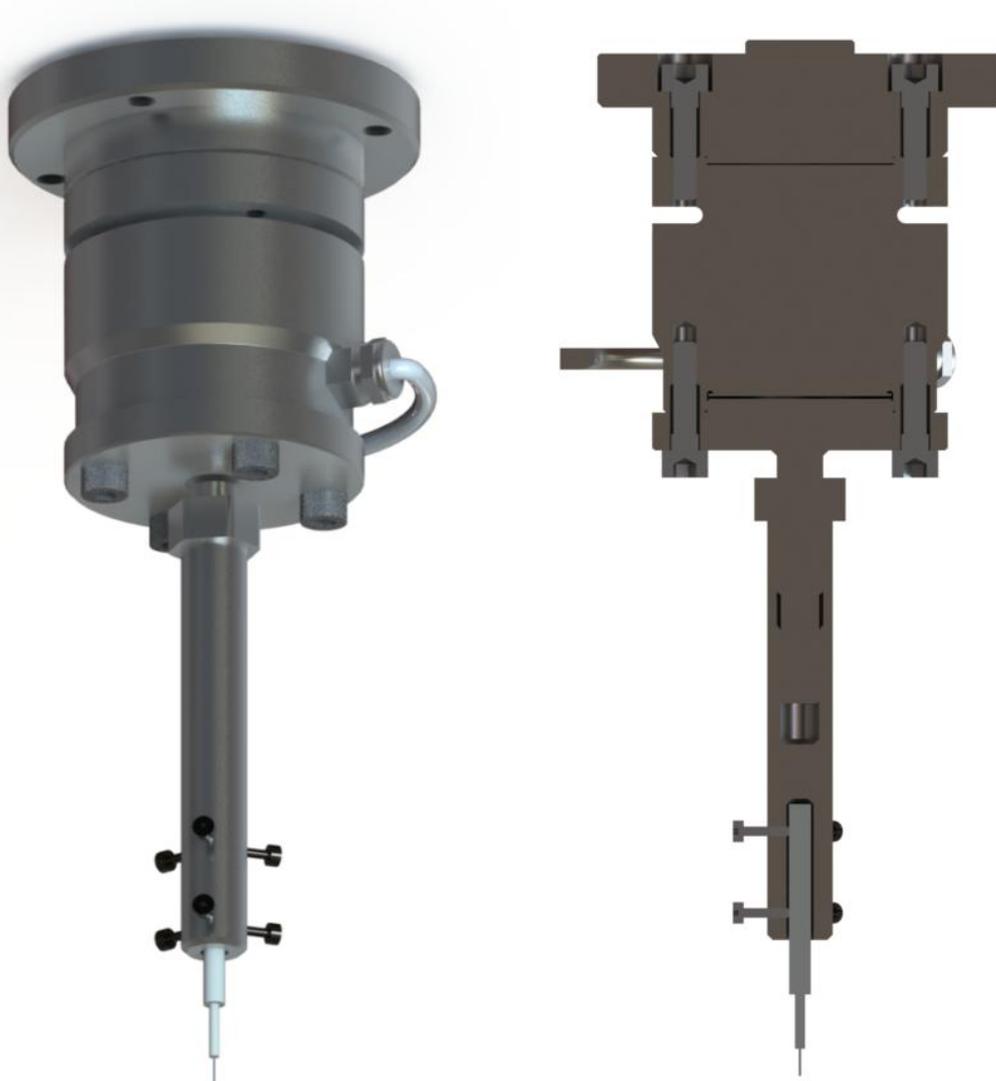


FIGURE C.7 – À gauche, une vue en perspective de la pointe. À droite, une vue en coupe de la pointe.

La pointe verra un flux thermique non négligeable lors des essais. L'effecteur est donc un assemblage de tubes d'alumine autour d'une âme rigide en tungstène. Le diamètre du fil de tungstène est adapté à l'élément à pousser. L'assemblage de tubes permet une isolation thermique efficace et prévient du flambement du fil. Par précaution, l'acier composant la partie basse de la pointe, dans laquelle est inséré l'effecteur, est un acier allié tungstène pour éviter toute altération chimique en température. La distance du capteur envers le four permet de le maintenir loin des hautes températures, ce dernier étant assez sensible au changement de condition environnementale. En pratique, un panneau thermique de forme circulaire est ajouté autour de l'effecteur pour limiter le rayonnement vertical.

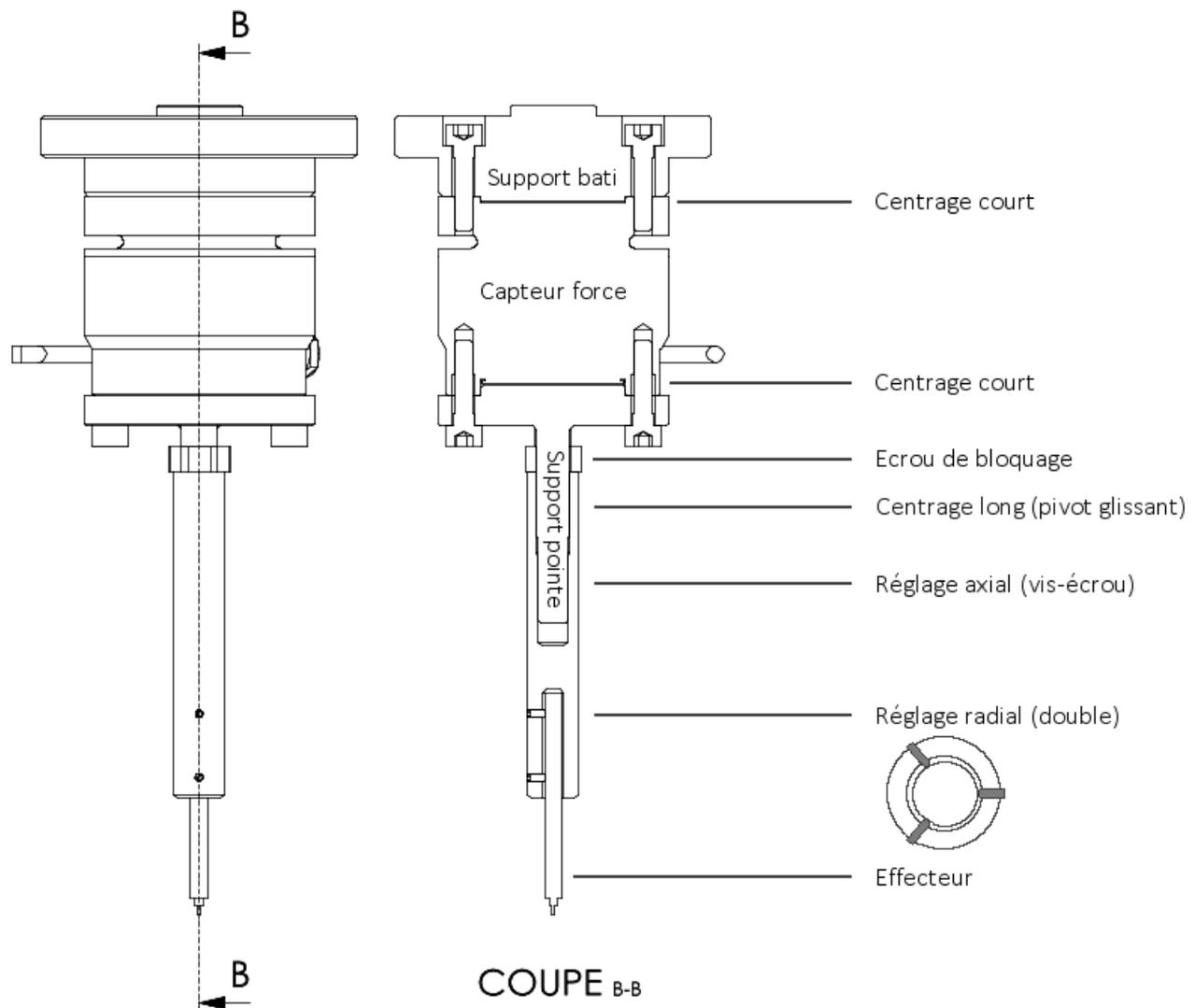


FIGURE C.8 – Vue en coupe de la pointe, annotée du nom de ses constituants.

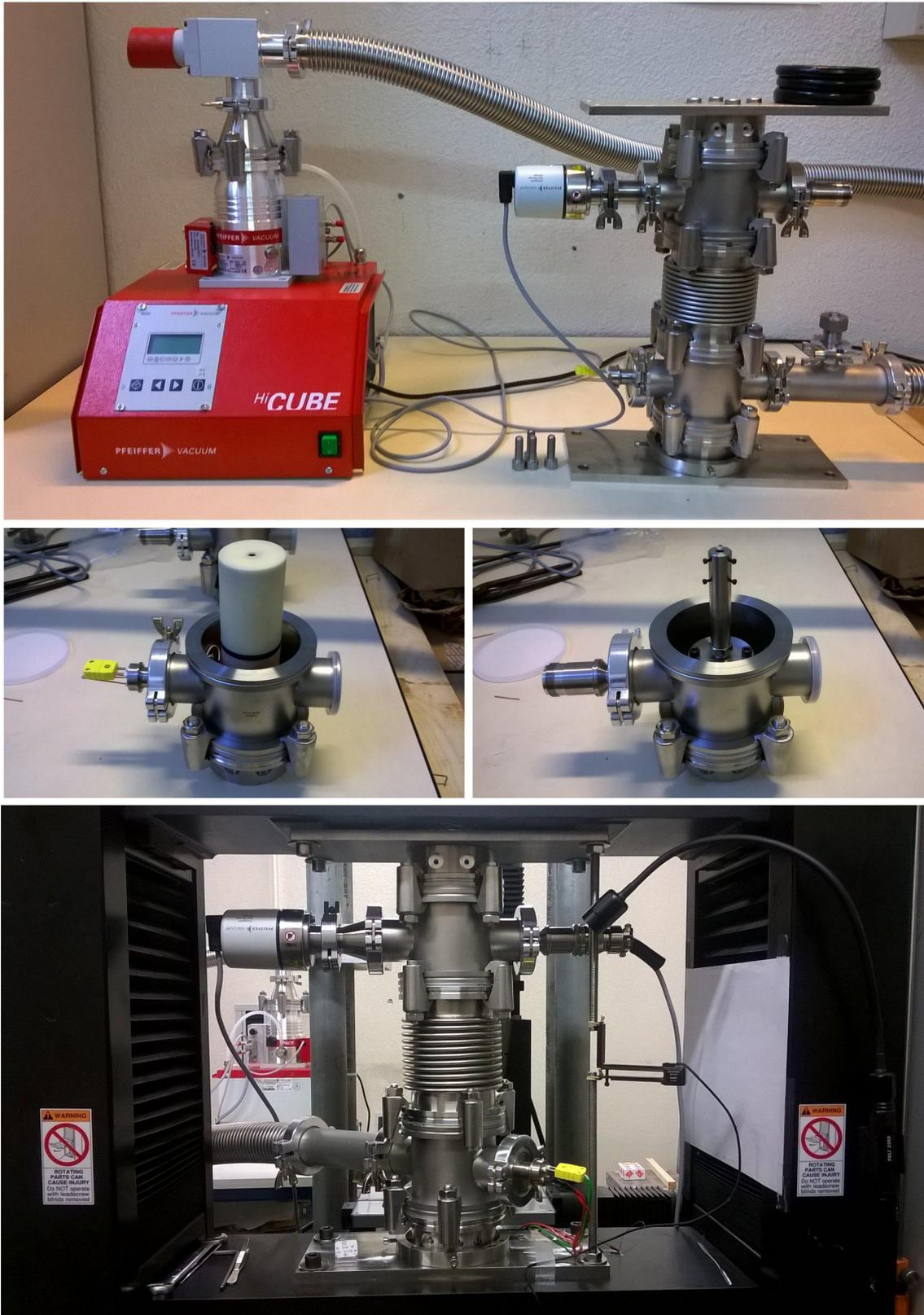


FIGURE C.9 – Intégration du dispositif de push out à haute température.

## Protocole expérimental

La figure C.9 présente le dispositif en cours d'assemblage et installé sur une INSTON 4505.

**Préparation des échantillons** Les échantillons sont de fines tranches de composite avec l'élément à pousser placé verticalement et au centre. L'épaisseur de la tranche est un des paramètres majeurs de l'essai. Plusieurs épaisseurs doivent être considérées lors des campagnes d'essai. Un polissage mécanique sur les faces supérieures et inférieures permet de mieux visualiser la zone ciblée et d'aider à la visée lors de l'essai.

**Mise en place** La traverse est initialement en position basse, le dispositif est séparé en deux parties (soufflet est retiré). La partie inférieure, avec le four et sa chambre de confinement ouverte, permet à ce stade d'y placer l'échantillon. Elle est fixée sur la traverse mobile de la 4505. La partie supérieure est fixée à la traverse fixe, et est équipée de l'effecteur de diamètre adapté à l'essai désiré. L'échantillon est placé sur son support avec l'élément à pousser juste au dessus du perçage (pour le laisser ressortir). Il est possible de le fixer avec une colle thermo-résistante. Ceci permet d'éviter un déplacement lors de la mise à vide ou de la chauffe, phénomène observé pour les essais dont la température dépasse 800°C.

**Alignement** Une fois l'échantillon placé, la traverse mobile est remontée pour mettre la pointe au quasi-contact. Ceci permet de profiter des différents réglages disponibles pour placer l'effecteur au dessus de la zone ciblée. Ceci permet également de relever la position de la traverse, un repère utile par la suite. La traverse est ensuite remise en position basse.

**Fermeture de l'enceinte** La chambre de confinement est refermée, le soufflet est remis en place et les éléments thermiques sont ajoutés. Ensuite la traverse est remontée pour lier la partie inférieure, le soufflet et la partie supérieure. Les éléments de serrage sont remis en place pour garantir l'étanchéité. La traverse est à ce stade remontée suffisamment pour refermer l'enceinte, mais en gardant une certaine distance entre l'effecteur et l'échantillon. Une distance d'environ 500µm avant la position de contact est recommandée pour compenser la flexion du bâti supérieur lors de la mise à vide (50µm environ), et l'expansion thermique du four lors du chauffage (plusieurs centaines de microns à 1000°C). Un extensomètre est placé sur l'enceinte afin de mesurer le déplacement de la pointe.

**Mise aux conditions d'essai** La phase suivante consiste à établir les conditions désirées. Le groupe de pompage est allumé, l'air est vidé de l'enceinte. Une fois un vide secondaire établi, le four est porté à la température désirée. Le contrôle de l'atmosphère permet aussi de dégazer les échantillons pour en étudier l'influence.

**Essai et post-essai** Une fois le four à la température désirée, les essais sont réalisés (monotones comme cyclés). Le système d'acquisition est relié à un ordinateur enregistrant effort et déplacement. Une fois l'essai terminé, le chauffage est coupé. Après refroidissement, le pompage est arrêté, la pompe est isolée et l'air est progressivement réintroduit. Ensuite l'enceinte est ouverte et l'échantillon est extrait. Les observations réalisées par la suite sur l'échantillon sont des données complémentaires précieuses.

## Remerciements

Il convient de remercier tous les acteurs qui ont permis de concevoir ce dispositif de push-out à haute température, élément clé au centre des travaux de thèse. Merci tout d'abord au CEA pour sa confiance, directement concrétisée au travers de l'investissement fourni ayant permis l'achat des différentes pièces. Des remerciements sont également à adresser à Olivier Caty, Maître de Conférences à l'Université de Bordeaux, ainsi qu'à Pierre Bordenave, alors Technicien et maintenant Ingénieur d'Étude, pour leurs conseils au niveau de la conception mécanique. Un grand merci à Georges Chollon, chargé de recherche au CNRS, pour ses mille-et-unes idées pour concevoir un four, ce qui fut loin d'être chose aisée. Ensuite et surtout, pour son soutien technique, l'apport en précieux conseils et matériels divers (et parfois également précieux), Bruno Humez, Assistant Ingénieur au CNRS. Enfin, pour l'idée originale, point de départ de la conception de ce dispositif, Guillaume Couégnat, Ingénieur de Recherches au CNRS et encadrant direct de cette thèse. Merci encore.

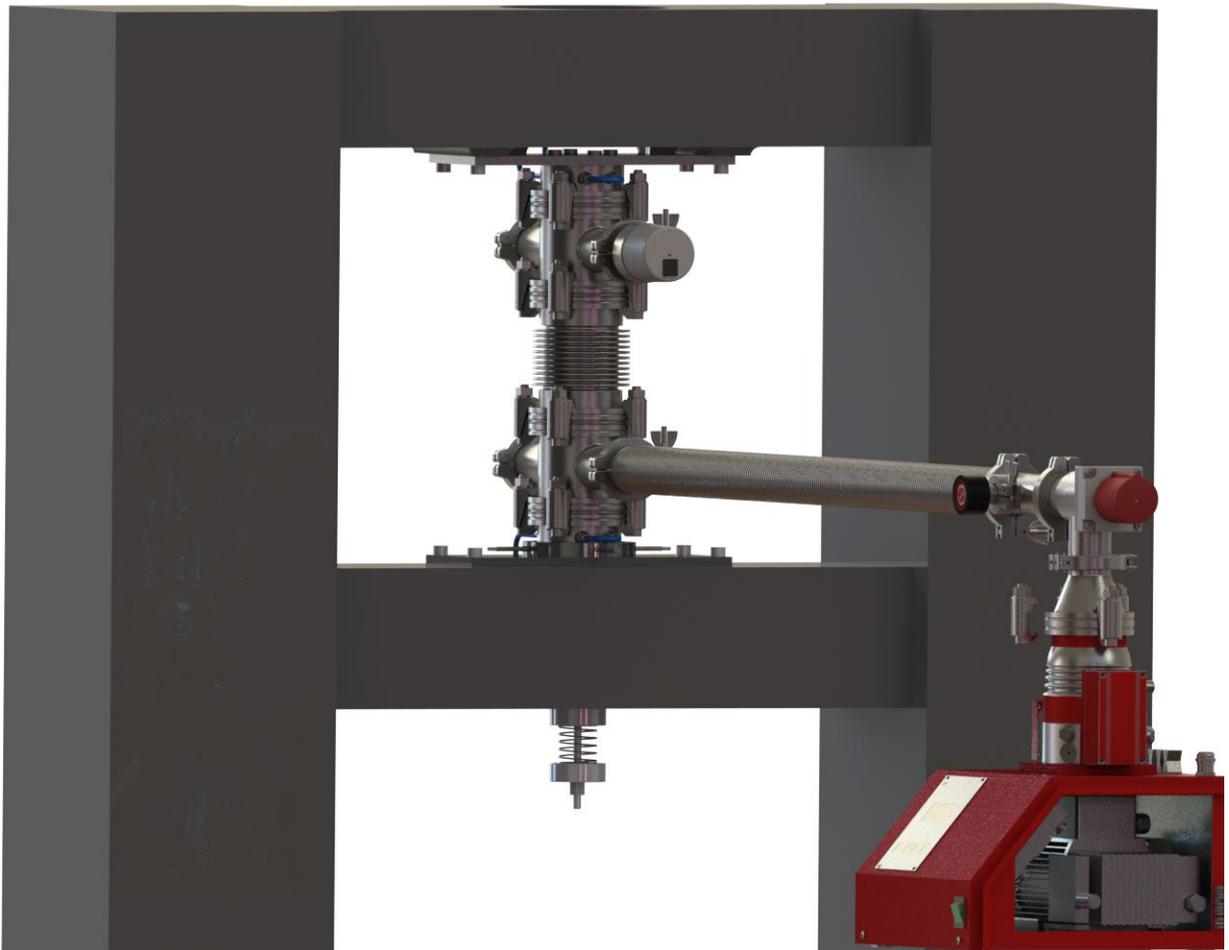


FIGURE C.10 – Rendu réaliste du dispositif de push out à haute température intégré sur l'INSTRON 4505.

## Annexe D

### Dispositif de dilatométrie 1200°C



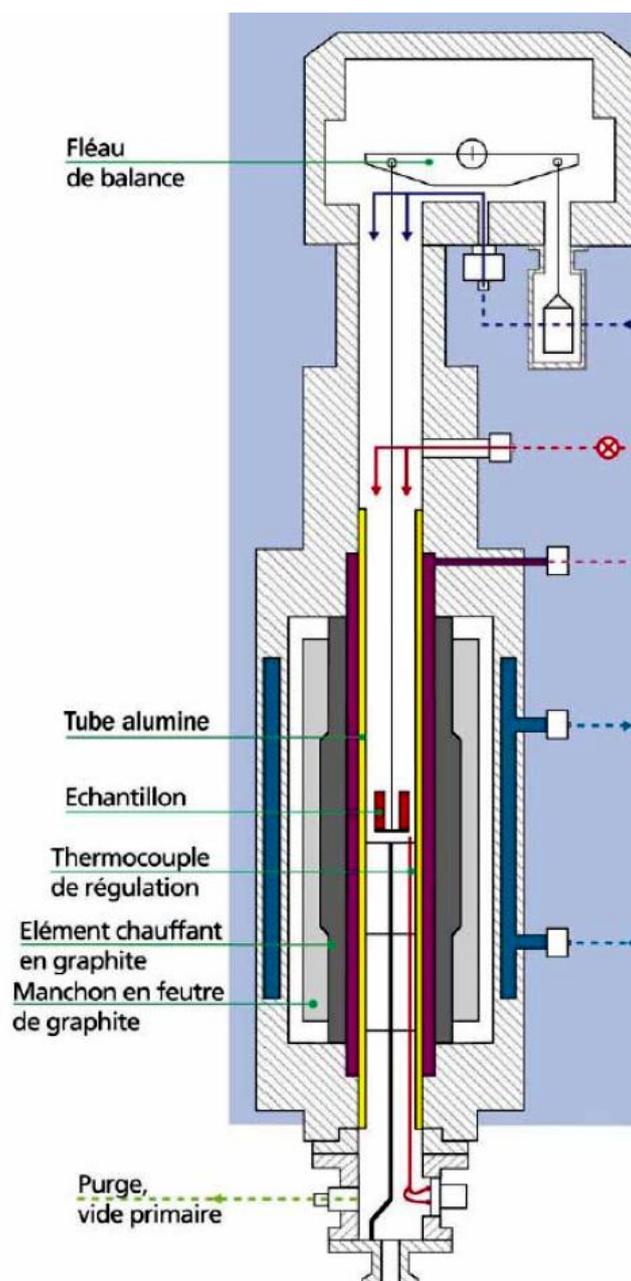


FIGURE D.1 – Le dispositif Setsys 2400 permettant de mesurer la dilatation d'échantillons.

# Description du dispositif

## Objectifs

Parmi les différents essais de caractérisation thermo-mécanique requis, la mesure de l'expansion thermique du 3D C/C et de ses constituants est un des plus importants. Un dispositif de caractérisation à haut température, SETSYS2400 (fabriqué par SETARAM), est disponible au LCTS. Un schéma du dispositif est présenté en figure D.1.

## Fonctionnalités du SETSYS2400

Le dispositif SETSYS2400 permet la caractérisation de matériaux à haute température. Certains matériaux subissent des changements structuraux lors d'un chauffage/refroidissement : changement de structure cristalline, changement de phase, changement de comportement/résistance mécanique, variation de la composition, etc. Le dispositif permet, au travers de différents essais, d'identifier ces changements. Il est capable d'effectuer les analyses thermiques suivantes :

- TGA : analyse thermo-gravimétrique. La masse d'un échantillon est mesurée en faisant varier la température. L'essai est réalisé sous atmosphère contrôlée. La masse peut varier par évaporation, dégazage, fixation de gaz, oxydation, etc.
- DTA/DSC : analyse thermique différentielle/analyse enthalpique différentielle. Permet la détection d'une transition sans variation de masse (fusion, cristallisation, transition vitreuse). Pour la DTA, la température de l'échantillon est comparée à celle d'une référence lors d'une chauffe ou d'un refroidissement. Un changement fera varier la température. Pour la DSC, c'est la variation de flux thermique qui est comparée. Un changement provoquera une variation de flux due à un échange de chaleur. Cet essai quantifie la température et la chaleur nécessaire au changement. Les essais sont réalisés sous atmosphère contrôlée.
- TMA : analyse thermo-mécanique. La déformation d'un échantillon sous contrainte est mesurée en fonction de la température. La contrainte peut correspondre à une compression, une traction ou une flexion.

L'appareil fonctionne sous gaz porteur avec un débit entre 0.24L/h et 12L/h. La température maximale de fonctionnement est de 2400°C. Les analyses peuvent être couplées dans certains cas. Les matériaux utilisés peuvent être très divers : polymères, matériaux organiques, métaux, céramiques, verres, médicaments, bétons, argiles, minéraux, nourriture, etc.

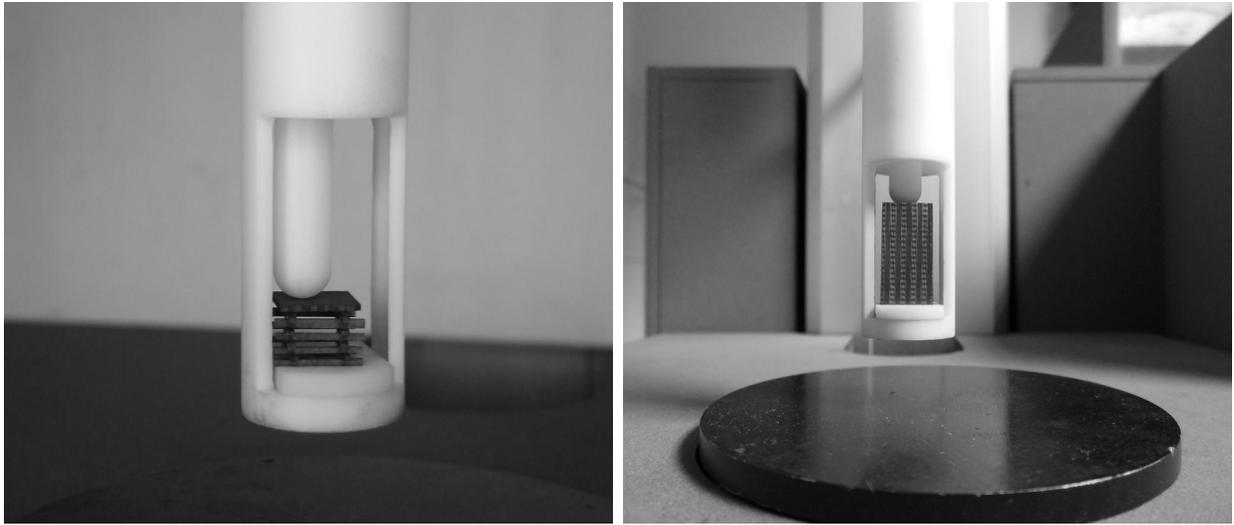


FIGURE D.2 – Protocole de mesure pour la dilatométrie sur composite.

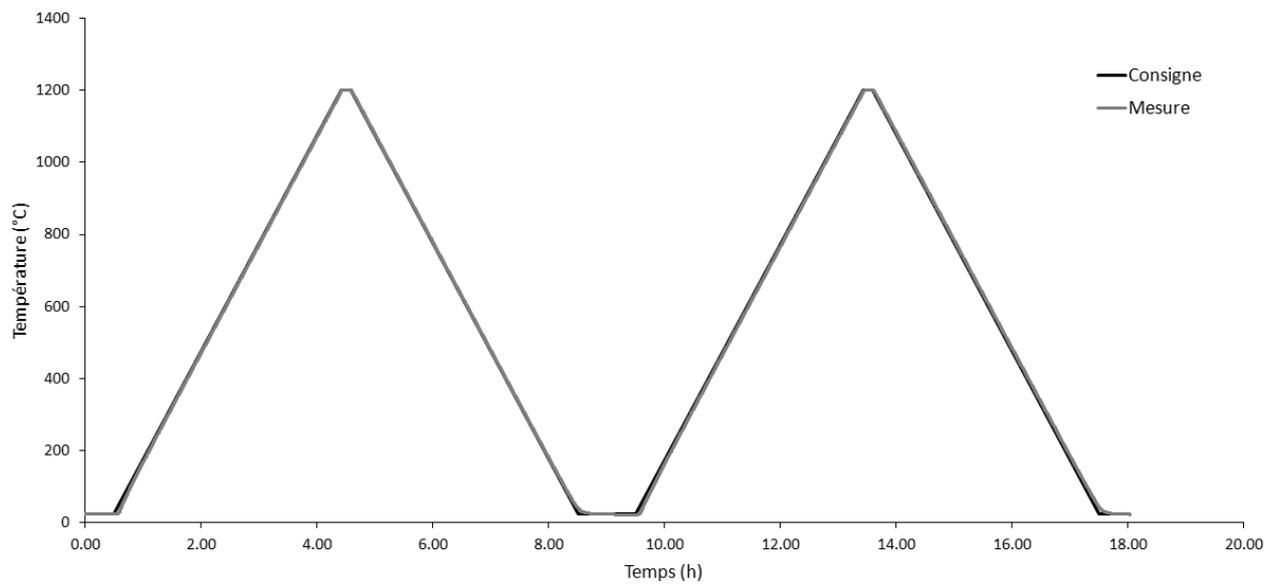


FIGURE D.3 – Protocole de mesure pour la dilatométrie sur composite.

## Protocole et mesures

### Protocole

C'est la fonctionnalité TMA du SETSYS2400 qui est utilisée pour mesurer l'expansion thermique d'un échantillon. Les échantillons sont découpés en pavés droits respectant les dimensions maximales (hauteur maximale : 15mm, largeur maximale : 8mm), et suivant les principales directions d'anisotropie (dans le cas de matériaux isotropes transverses ou orthotropes) pour simplifier les analyses. La mesure se fait suivant la hauteur de l'échantillon avec un palpeur. La figure D.2 présente un échantillon placé sous le palpeur, et sur son socle. L'essai est réalisé sous Argon pour prévenir de l'oxydation du carbone graphitique. Dans ce cas, l'effort sous le palpeur est très faible, de l'ordre de 5g. Ainsi, il va simplement suivre la déformation de l'échantillon. L'ensemble est descendu dans le four et la température y est mesurée à l'aide d'un thermocouple. L'échantillon subit des cycles en température (figure D.3) allant jusqu'à 1200°C avec des montées/descentes entre 3°C/min et 5°C/min. Entre-temps, le déplacement du palpeur est mesuré.

### Traitement des données

**Essais** Les essais peuvent être répétés suivant différentes directions de découpe pour révéler une éventuelle anisotropie. Les essais peuvent être aussi reproduits sur différents échantillons pour vérifier la répétabilité. Enfin, des essais cyclés peuvent être réalisés pour quantifier certains phénomènes irréversibles comme l'endommagement.

**Complaisance** Le premier point à traiter est la complaisance machine, l'expansion thermique des composants de la machine chacun soumis à une température localement inconnue. Avec une forte variation du champ thermique avec la géométrie de l'échantillon, la vitesse de chauffe ou encore la température maximale, la complaisance doit donc être calculée systématiquement. Pour se faire, un blanc est réalisé sur un bloc de matériau dont les propriétés sont connues, avec des dimensions similaires à l'échantillon à caractériser. Ici le matériau est un graphite dense (POCO), de composition "proche" de celle du 3D C/C. En retranchant l'expansion thermique connue du bloc seul à celle mesurée, la complaisance du dispositif est obtenue. Lors des essais sur les échantillons, il suffit alors de retrancher cette valeur pour obtenir les expansions effectives.

**Traitement des données** En ce qui concerne le traitement des données, le déplacement du palpeur peut être ramené à la hauteur de l'échantillon pour obtenir la déformation. En divisant à nouveau par l'écart de température, c'est le coefficient de dilatation thermique (CTE) qui est obtenu.

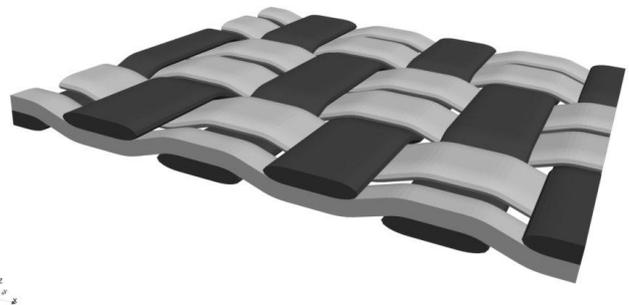
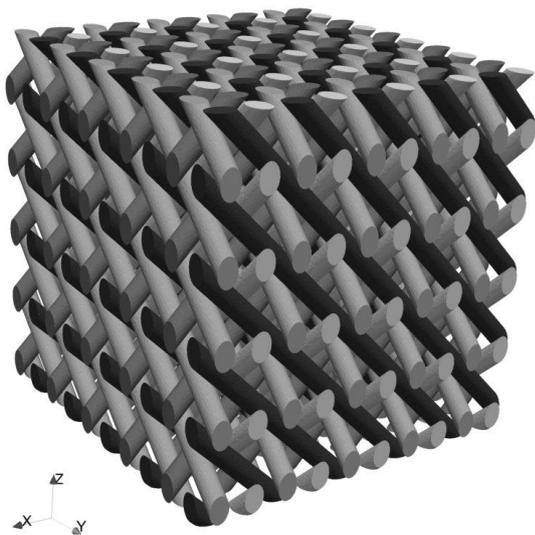
## Remerciements

Merci à Laurine Lapuyade pour la réalisation des nombreux essais de dilatométrie sur le composite et sur ses constituants. Merci également à Georges Chollon pour son expertise en la matière.



# Annexe E

## Éléments de modélisation à l'échelle macroscopique



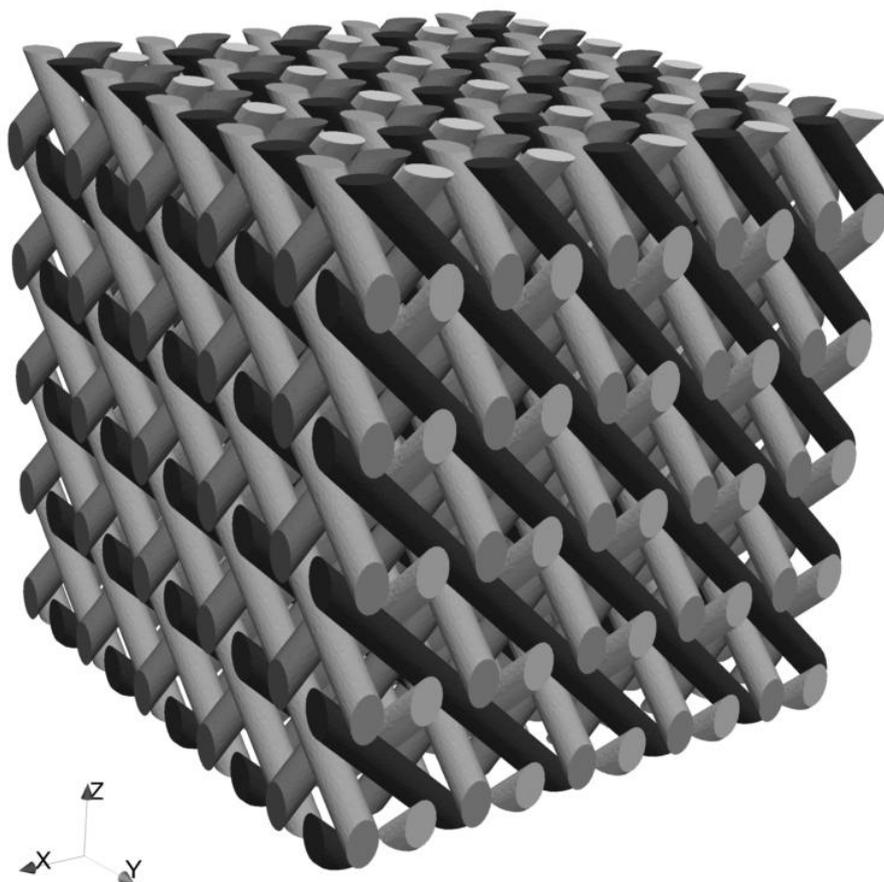


FIGURE E.1 – Maillage des renforts (baguettes) du modèle EF macroscopique pour le composite 4D C/C.

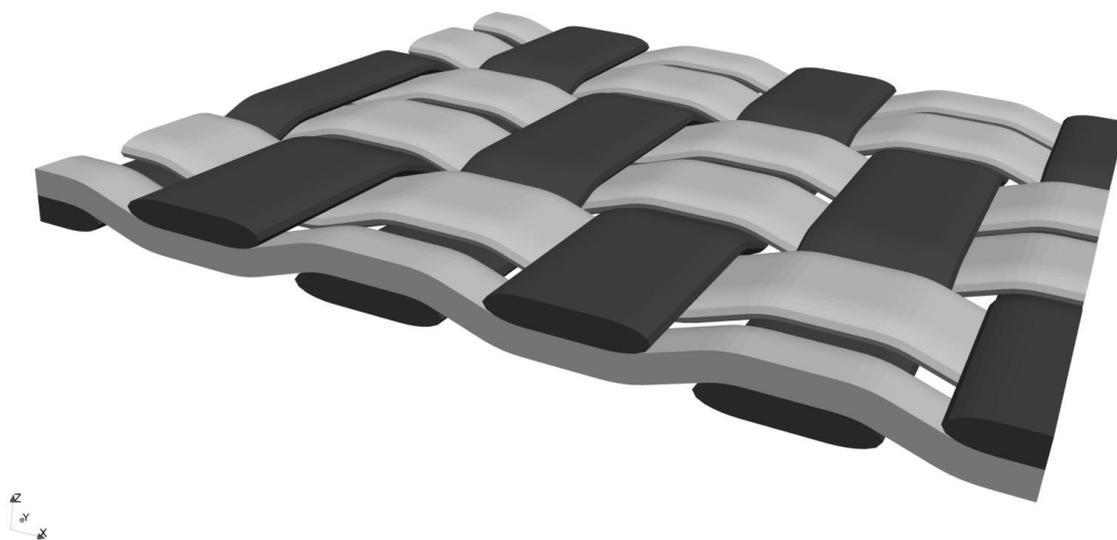


FIGURE E.2 – Modèle macroscopique pour un composite tissé 2D.

## Contexte

La démarche de caractérisation et de modélisation du comportement thermo-mécanique du 3D C/C s'est avérée fructueuse. Les mécanismes d'endommagement par glissements aux interfaces ont été identifiés et implémentés avec succès dans des modèles EF. Ces modèles ont permis de reproduire fidèlement en simulation l'endommagement observé dans les essais ainsi que le renforcement des propriétés hors-axe en température. Des phénomènes locaux comme l'absorption de l'expansion thermique transverse des renforts ont été retrouvés. Il existe de nombreuses autres architectures pour les C/C, chacune avec un comportement thermo-mécanique singulier, mais toutes candidates potentielles à une modélisation similaire à celle présentée ici. En effet, l'anisotropie des renforts forme souvent de larges décohésions, amenant des problématiques semblables vis-à-vis comportement thermo-mécanique.

## Application sur un tissage 4D

La figure E.1 présente un maillage d'un composite 4D C/C. L'architecture est organisée autour des baguettes, positionnées périodiquement suivant 4 directions. Les essais mécaniques réalisés sur ce composite [Ladevèze et al., 2000] ont mis en avant les glissements aux interfaces autour des baguettes. Là où les caractérisations mécaniques sur le 3D C/C suivant les axes de tissage sollicitent relativement peu les interfaces, les essais hors-axe les mettent fortement à contribution. Dans le cas du 4D C/C, il n'existe pas d'essai mécanique où les interfaces ne sont pas sollicitées, quelque soit la direction de chargement. La modélisation réalisée sur le 3D C/C peut être aisément transposée à ce genre de matériau. Ceci permettra probablement de reproduire efficacement les essais mécaniques. De plus, les essais de caractérisation de type push-out à hautes températures sont tout à fait réalisables sur ce type de matériau. Ces derniers permettraient d'introduire des valeurs expérimentales directement dans les modèles.

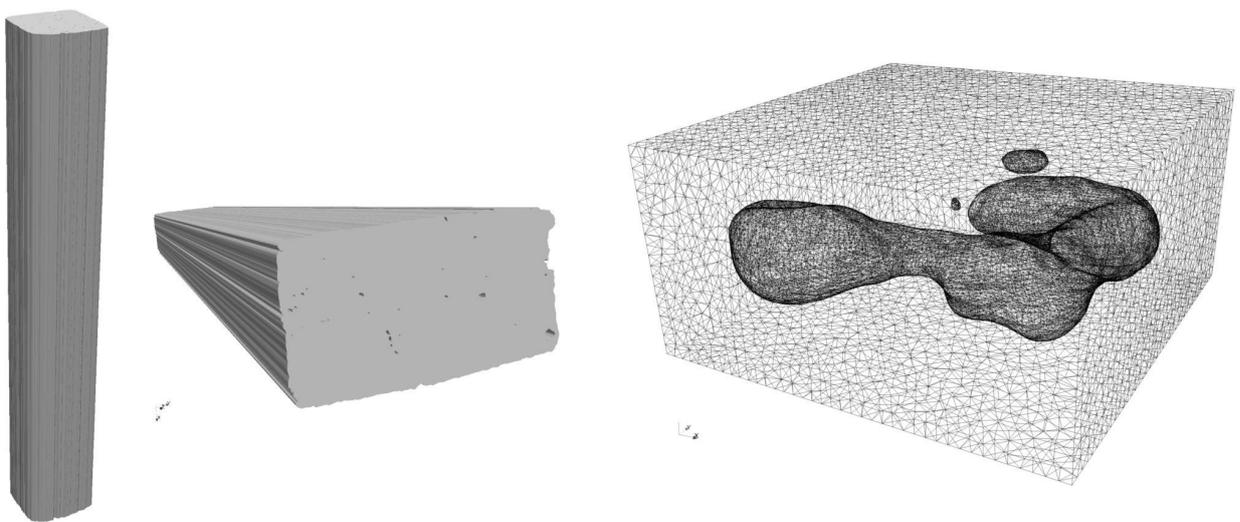
## Application sur un tissage satin

Il existe un autre type de composite C/C, de tissage plus complexe, sur lequel une telle implémentation serait intéressante. La figure E.2 présente le maillage d'un tissage 2D de type satin, que l'on peut imaginer enveloppé d'une certaine quantité de matrice. Les intersections entre fils sont soumises à de fortes contraintes de cisaillement lors de sollicitations mécaniques ou simplement lors de montées en température. Au niveau de leur surface de contact, il y a probablement une décohésion laissant un certain degré de liberté. Cette décohésion peut absorber l'expansion thermique, permettre des glissements, et ainsi grandement influencer sur le comportement macroscopique du matériau en dehors de ses axes de renfort. Il est envisageable d'avoir une approche similaire à celle utilisée pour le 3D C/C, en insérant des éléments cohésifs adaptés. Par contre, il semble difficile de réaliser des essais mécaniques de type push-out pour caractériser les interfaces avec une telle architecture. Il est possible d'avoir une approche itérative et d'optimiser les paramètres des lois de comportement à l'aide de calculs de propriétés effectives et de simulations d'essais.



# Annexe F

## Éléments de modélisation à l'échelle mésoscopique



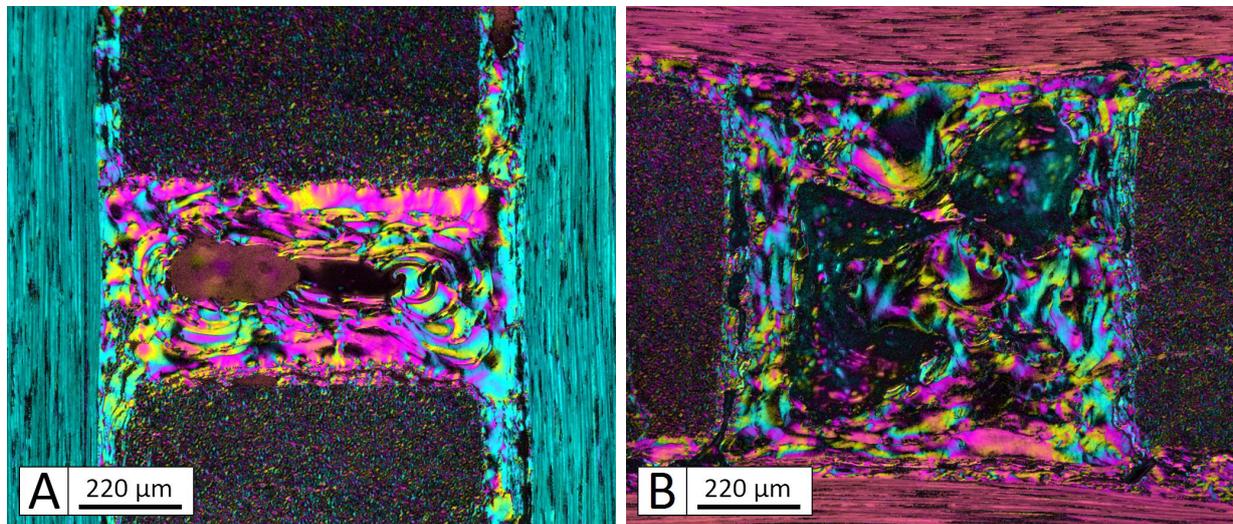


FIGURE F.1 – Cartographies d’anisotropie et d’orientation issues d’analyses sous lumière polarisée sur des octets de matrice. A : Coupe de normale X. B : Coupe de normale Z. Des légendes sont fournies en annexe A.

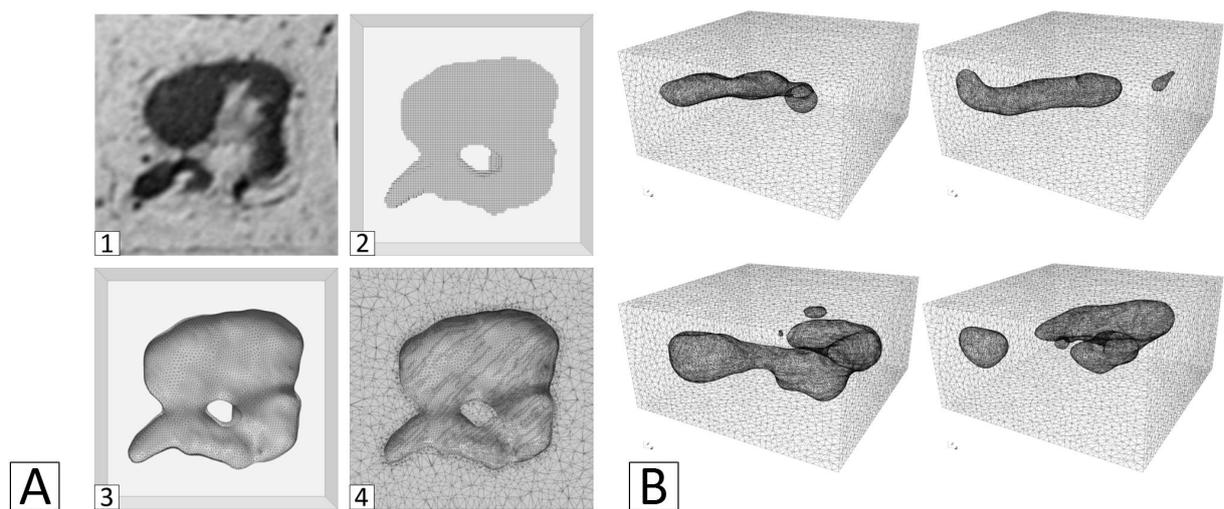


FIGURE F.2 – Modèle mésoscopique pour les octets de matrice. A : Les différentes phases de construction du maillage. B : Quelques éléments de la base de données. Davantage d’informations sont fournies en annexe A.

## Modélisation des octets de matrice

**Morphologie** Les octets de matrice sont formés lors de la densification par l'accumulation de brai dans les vides laissés par l'architecture tri-orthogonale. La forme théorique, fonction du pas de tissage, est un pavé droit de  $0.8\text{mm} \times 0.8\text{mm} \times 0.4\text{mm}$ . Les observations en microscopie ont montré la présence d'un macropore de volume non-négligeable et de forme complexe, placé approximativement au centre de chaque octet. Le volume relatif des macropores a été estimé à  $5.07 \pm 1.13\%$  du volume théorique de l'octet, à l'aide de segmentation de micro-tomographies X (chapitre 1). La texture de la matrice est très complexe, avec une forte micro-porosit  et une texture stratifi e, marqu e par les diff erentes passes de densification. Les orientations pr eferentielles sont tout aussi complexes (figure F.1), autour des baguettes sur les faces des octets, et align ees sur la surface du macropore vers de le centre.

**Enjeux** Les essais m ecaniques ont souvent mis en avant la faible r esistance m ecanique des octets de matrice. Cependant, les caract erisations interfaciales ont mis en lumi ere l'ancrage qu'ils procurent aux baguettes X/Y. Les calculs d'homog enisation   l' echelle macroscopique ont  galement montr e le r ole important qu'ils tiennent dans la tenue en cisaillement du mat eriel. Jusque l a, des propri et es thermo- elastiques sont suppos ees isotrope 3D, tr es hypoth etiquement et sans r eelle connaissance de leur comportement. Il est possible que par une forte expansion thermique, ils provoquent un effet de renforcement au cisaillement significatif   l' echelle du mat eriel. C'est ce genre d'hypoth ese qu'il faut v erifier au travers de mod eles num eriques. Malheureusement, aucun essai m ecanique direct ne peut  tre r ealis e sur ce m eso-constituant.  galement, les propri et es de la matrice sont des inconnues majeurs et requi erent une mod elisation additionnelle   l' echelle microscopique.

**Mod ele propos e** La premi ere phase de la mod elisation EF est la discr etisation de la morphologie avec la construction du maillage. Le mod ele tient compte de la g eom etrie complexe de la macro-porosit . En contrepartie, la matrice sera consid er e comme homog ene, ses propri et es tiendront compte de la micro-porosit . Une base de donn ees de maillages a d ej a  t e construite, la figure F.2-A en pr esente les diff erents phases de construction, depuis une micro-tomographie X reconstruite du 3D C/C. La premi ere  tape consiste   extraire les octets de l'image 3D (1). Ensuite, un simple seuillage est effectu e pour isoler les macropores vox elis es (2). Avec un code de marching cube, la surface des macropores est maill ee, puis simplifi ee par d ecimation (3). Enfin, les faces des octets sont rajout ees et le maillage 3D est extrud e (4). Pr es de 200 octets ont  t e ainsi extraits, pour former une base de donn ees cons equente (figure F.2-B). Au niveau des lois de comportement, aucune donn ee n'a pu  tre trouv ee. Il est possible d'orienter la matrice d'une fa on proche des observations pour repr esenter l'anisotropie locale.

**Perspectives** Le principal probl eme de ce mod ele est li e aux propri et es de la matrice. Les propri et es des octets de matrice du mod ele macroscopique sont largement hypoth etiques. Il n'est ainsi pas possible d'approcher it erative en estimant les propri et es locales par optimisation des propri et es effectives. Cette "matrice ex-brai m esoscopique" est une  tape interm ediaire dans la simulation multi- echelle, qui requiert de calculer les propri et es effectives d'une "matrice ex-brai microscopique" avec toute sa complexit . Cependant, d'autres  tudes peuvent  tre men ees avec ce mod ele. Il est possible d' valuer l'effet du macropore sur les propri et es effectives, et peut- tre de trouver une macro-porosit  de forme plus simple (ellipso ide, type inclusion d'Eschelby) mais d'influence  quivalente. Des travaux similaires ont d ej a  t e r ealis es [Drach et al., 2011]. Ceci permettrait, si le macropore doit  tre repr esent e, d'int egrer une forme simple  quivalente (peu c outeuse pour le poids du maillage) dans le mod ele macroscopique.

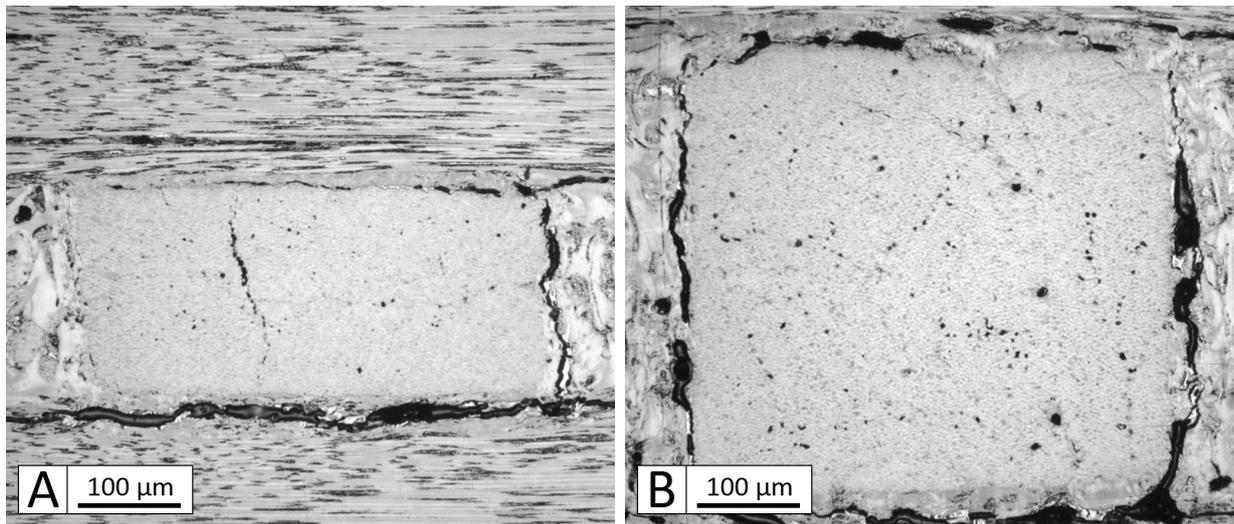


FIGURE F.3 – Microscopies optiques transverses des baguettes X/Y (A) et Z (B).

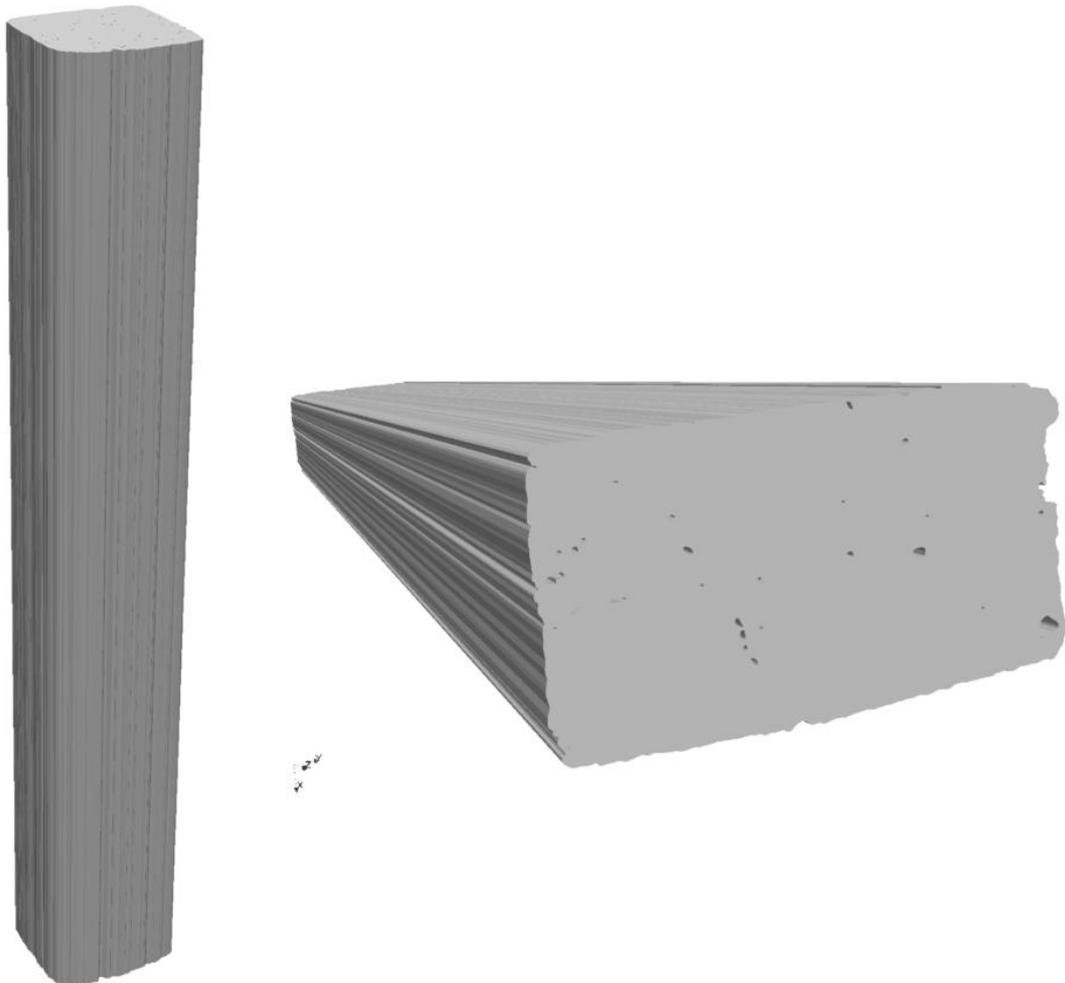


FIGURE F.4 – Section fibreuse du modèle mésoscopique des baguettes X/Y et Z.

## Modélisation des baguettes X/Y et Z

**Morphologie** Les baguettes X/Y et Z sont les renforts du composite, garantissant la rigidité lors des sollicitations du matériau suivant ses axes de tissage. Formées de  $1.27 \pm 0.10\%$  de micro-porosité, de  $37.4 \pm 0.1\%$  de matrice et de  $61.3 \pm 0.1\%$  de fibres (en volumique), elles sont individuellement fortement décohérées (figure F.3). Les baguettes Z, de section théorique de  $0.8\text{mm} \times 0.8\text{mm}$ , comptent 12000 fibres et les baguettes X/Y, de section  $0.8\text{mm} \times 0.4\text{mm}$ , en comptent 6000. La portion fibreuse de la section des baguettes est environ  $10\%$  inférieure à la section totale. Les baguettes Z présentent quelques fissurations dans les angles, les baguettes X/Y présentent des fissurations transverses. Également, les baguettes X/Y ont une section variable, tantôt écrasée dans une direction et expansée dans une autre, puis inversement. Les micro-porosités ont une forme fine et étendue le long des fibres. Elles semblent correspondre à des fibres rompues, laissant des vides finissant par être pincés après une certaine longueur.

**Contexte et objectifs** Certaines baguettes ont pu être extraites du matériau et des essais mécaniques ont été réalisées, en complément des travaux de la littérature. Les propriétés axiales sont élevée ( $\approx 400\text{GPa}$  de module,  $\approx 1.0\text{GPa}$  de contrainte à rupture. Les essais montrent un comportement rigoureusement linéaire élastique fragile en traction et légèrement endommageable en compression, probablement par micro-flambement des fibres. Les essais de traction montrent également une sous-structure, une couche de matrice en surface et un assemblage de 4 fil (procédé de tissage). L'objectif de ce modèle est d'évaluer l'influence de ces paramètres sur le comportement des baguettes. Si certains phénomènes apparaissent intéressants, ils doivent alors être intégrés à l'échelle macroscopique. Par exemple, la fissuration peut jouer un rôle dans l'absorption de l'expansion thermique et peut causer un comportement mécanique non linéaire dans les directions transverses. Ce modèle permet d'avoir une discussion sur l'impact de ce phénomène afin d'intégrer soit la fissuration, soit une nouvelle loi de comportement homogène équivalente dans les baguettes à l'échelle macroscopique. Il est également possible d'étudier des effets croisés, comme l'endommagement en compression et la fissuration initiale. Cette modélisation des baguettes à l'échelle mésoscopique permet simplement d'ajouter une étape intermédiaire dans la modélisation.

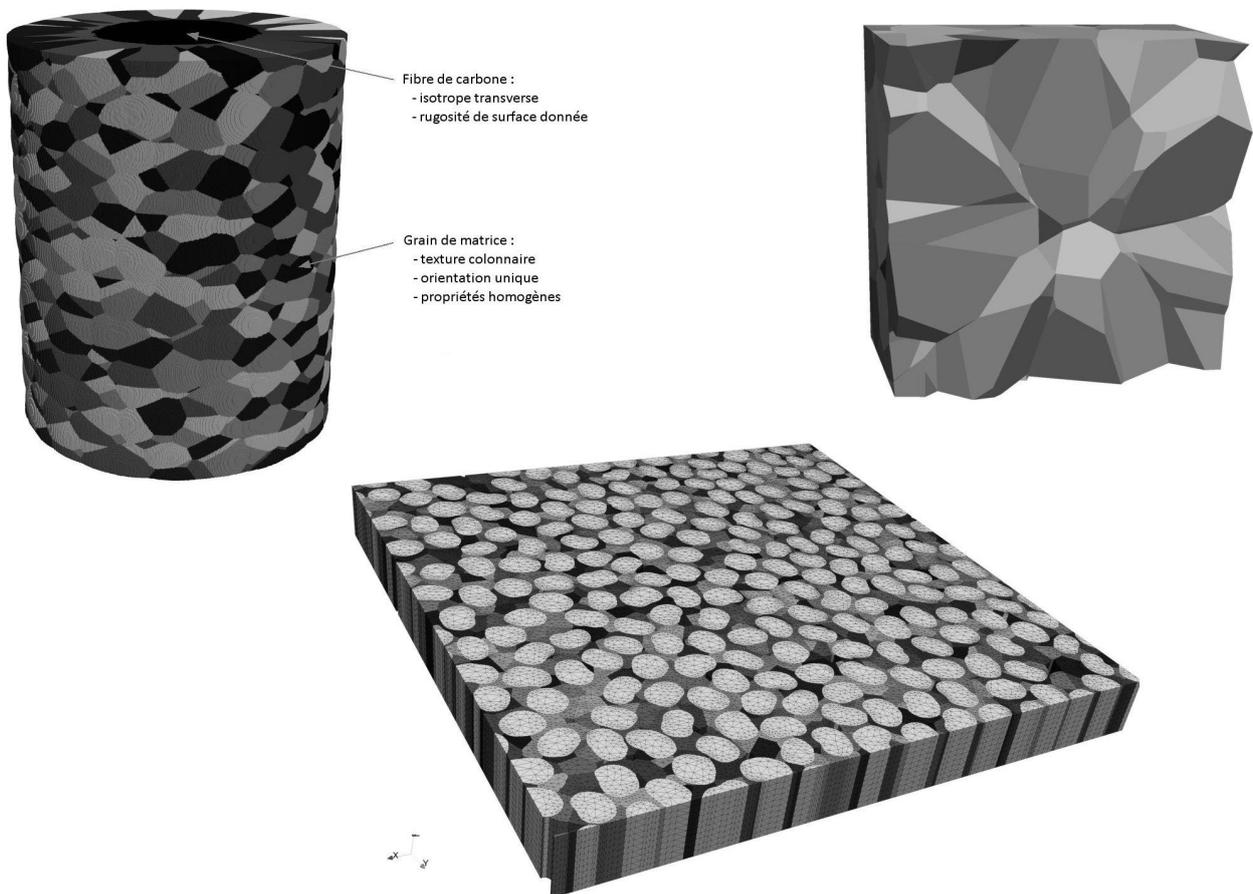
**Modèle proposé** La figure F.4 présente les maillages des modèles des baguettes X/Y et Z. Tout d'abord, les fibres et la matrice n'apparaissent pas à cette échelle, il s'agit d'un matériau "fibres M40/matrice ex-brai" avec des propriétés homogènes. Ces propriétés peuvent provenir d'une simulation à l'échelle microscopique représentant les micro-constituants. Les contours et les micro-porosités ont été obtenus par seuillage de micrographies des baguettes. Il a été jugé important d'avoir les sections fibreuses (sans la couche matricielle externe) des baguettes pour la simulation des essais mécaniques. Le passage 2D vers 3D est une simple extrusion, négligeant dans un premier temps l'état de surface et la forme ondulée des baguettes X/Y. Des simulations d'essai ont été implémentées, telles la dilatométrie, la flexion 3 points ou encore la traction/compression. À ce point, le modèle n'intègre ni fissuration, ni endommagement.

**Perspectives** Il serait intéressant d'améliorer la morphologie des maillages en intégrant certains aspects constatés plus en aval de la thèse. Les micro-porosités ne traversent pas les baguettes mais ont une longueur finie. L'état de surface et la forme ondulée, peuvent jouer un rôle sur le comportement mécanique, le module élastique comme la rupture. La fissuration peut également jouer un rôle majeur, elle doit être intégrée à terme, avec des éléments cohésifs par exemple. Enfin, les lois de comportement doivent être augmentées avec les mécanismes de la rupture. Le micro-flambage peut être modélisé, de même que la rupture fragile en traction.



# Annexe G

## Éléments de modélisation à l'échelle microscopique



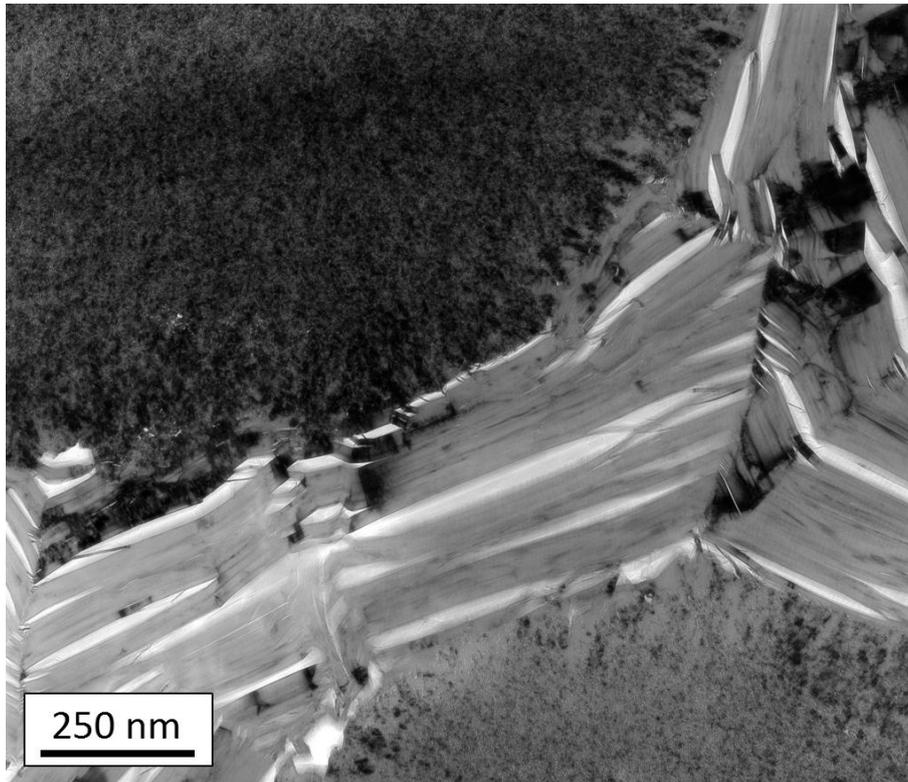


FIGURE G.1 – Observation au MET de l'interface fibre/matrice.

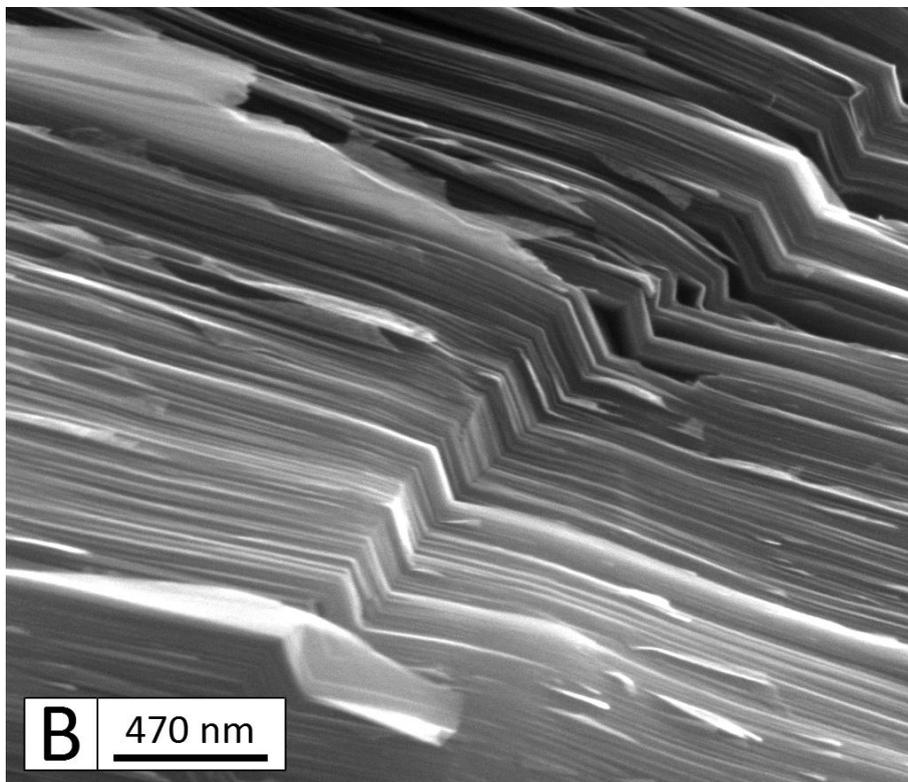


FIGURE G.2 – Observation au MEB d'une cassure dans la matrice.

## Modélisation des micro-interfaces

**Carbones graphitiques et micro-interfaces** Le 3D C/C est composé à l'échelle microscopique de différents constituants : les fibres M40 et la matrice ex-braï déposée lors des passes de densification. La figure G.1 montre un cliché MET révélant la différence micro-texturale au sein des baguettes. Dans ce cas ci, il est concevable de placer un interface entre ces deux micro-constituants pour représenter leur cohésion. Le cliché présente aussi la complexité de la matrice, avec de brusques changements d'orientation entre des régions plutôt homogènes. La texture du carbone graphitique est très complexe, il existe de nombreuses variétés entre le carbone amorphe et la structure parfaite du graphite. Plus la texture est graphitée, plus des domaines cohérents se dessinent, et plus la notion de joint de grain apparaît pertinente. Il s'agit du lien à la frontière entre ces domaines cohérents, appelés grains par analogie avec les métaux. Ces points de faiblesse dans la texture sont en réalité des défauts structuraux, supposés surfaciques et entourant les domaines cohérents, mais avec des propriétés singulières. La figure G.2 présente une cassure dans la matrice. La notion de grain est ici visible avec cet empilement de feuillets parallèles, cet ensemble peut être supposé homogène à l'échelle microscopique.

**Enjeux** Afin de représenter finement les mécanismes de rupture et de glissement, les modèles doivent prendre en compte la notion d'interface. Les interfaces dans les composites C/C sont matérialisées par l'interface fibre/matrice et par l'interface entre les grains au sein de la matrice. Les campagnes de caractérisation ont apporté de nombreuses données sur le comportement thermo-mécanique des micro-interfaces du 3D C/C, avec l'influence de la température. Cependant, les essais n'ont permis de discriminer les différentes micro-interfaces (interface fibre/matrice, interface entre les grains de matrice). Il ressort des caractérisations une interface très forte, comme prédit par les observations des faciès de rupture à l'échelle microscopique. Dans les modèles éléments finis proposés, l'interface est représentée géométriquement avec des éléments d'interface. Les éléments volumiques étant des tétraèdres, les éléments d'interfaces surfacique sont des prismes d'épaisseur nulle, donc des triangles d'apparence. Le modèle cohésif, la loi de comportement régissant ces éléments, doit être adapté aux données issues de la caractérisation. La littérature présente divers modèles originaux.

**Les modèles cohésifs** Les interfaces entre les grains de matrice et entre les grains et les fibres seront modélisées avec des lois spécifiques au sein des éléments cohésifs. Les éléments cohésifs sont intégrés nativement dans le maillage. Les lois de comportement associées sont implémentées directement dans Abaqus. Ce type de modélisation des interfaces permet de gérer le comportement mécanique, de la rupture au glissement avec frottement, aussi localement que nécessaire. L'idée d'éléments cohésifs remonte à Barrenblatt [Barenblatt, 1959] et Dugdale [Dugdale, 1960], qui ont décrit les mécanismes de la rupture au voisinage d'une fissure et le concept de rupture cohésive. Ces éléments jouent un rôle considérable dans le comportement mécanique endommageable des modèles éléments finis [Hillerborg et al., 1976]. De nombreux modèles ont été construits pour répondre aux besoins de la modélisation thermo-mécanique. Les premiers modèles sont focalisés sur la gestion du mode I, c'est-à-dire sur l'ouverture/fermeture des fissures. Ainsi, Tvergaard et Hutchinson [Tvergaard and Hutchinson, 1992] ont proposé une loi de traction/séparation pour étudier la propagation de fissures en dynamique. Needleman [Needleman, 1997] a proposé un modèle de type exponentiel, appliqué en dynamique sur des solides élastiques et visco-plastiques. Il a permis de reproduire avec succès l'endommagement du matériau. Des modèles plus complexes ont été construits par la suite, intégrant l'endommagement en cisaillement (mode II), le glissement avec frottement et le couplage entre les modes. C'est dans ce cadre que Chaboche, Girard et Schaff [Chaboche et al., 1997] ont développé un modèle 2D de type polynomial.

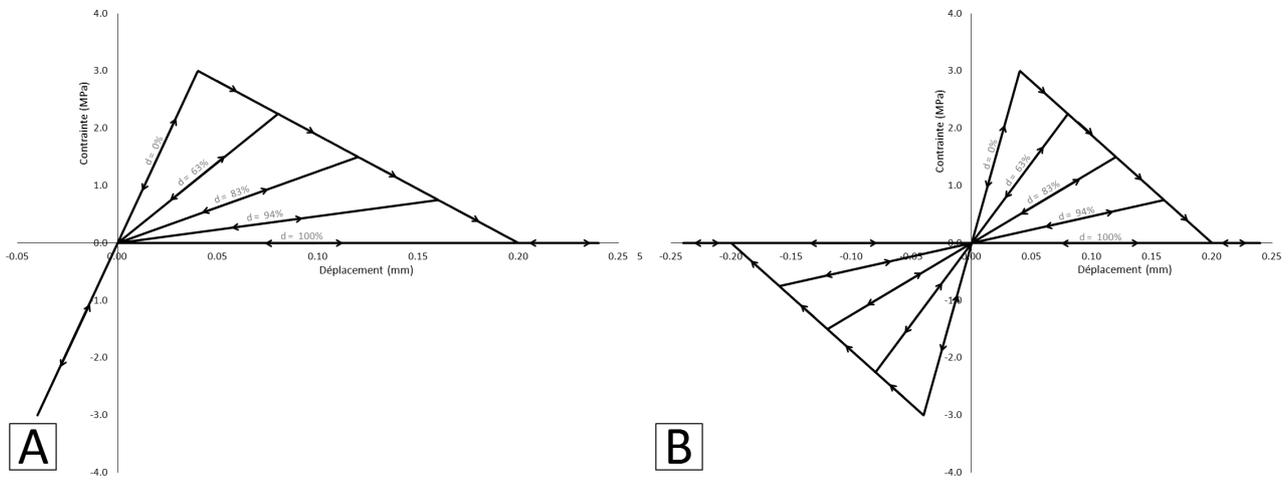


FIGURE G.3 – Comportement endommageable du modèle cohésif en modes I (A) et II (B) purs.

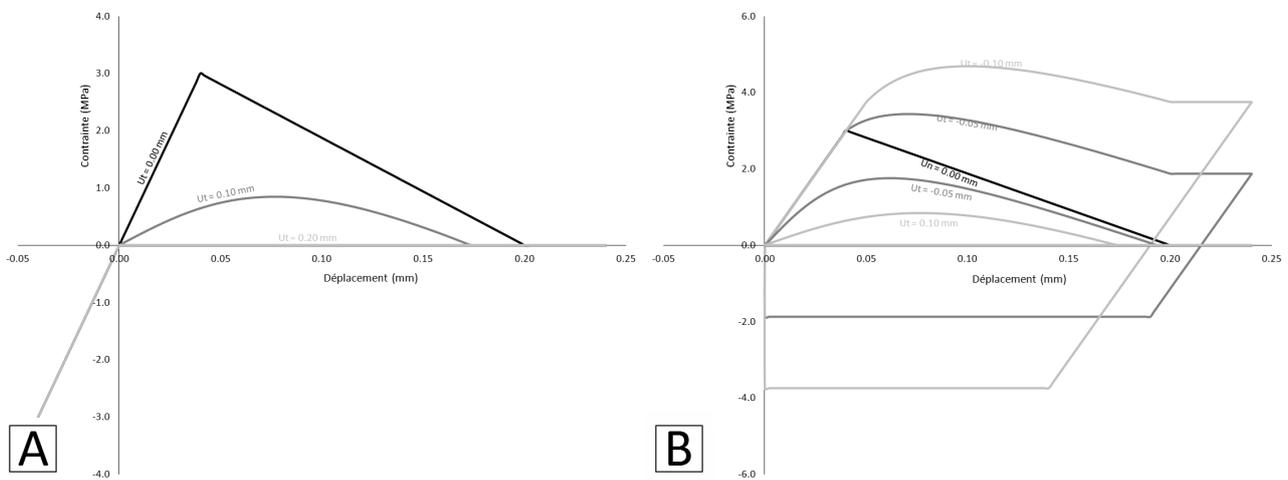


FIGURE G.4 – Effet du couplage sur le comportement du modèle cohésif en modes I (A) et II (B).

Le couplage est réalisé au travers de l'endommagement global et du frottement avec la loi de Coulomb. De plus, le modèle dérive d'un potentiel thermo-dynamique. Il autorise cependant l'interpénétration en compression, mais dispose d'un système de pénalité (grande rigidité). Un modèle similaire, basé sur un loi de type "bilinéaire" a également été proposée par Geubelle [Geubelle and Baylor, 1998] pour la modélisation de d'impacts faible vitesse sur composites graphite/résine epoxy stratifiés. Cependant, aucun frottement n'y est considéré. Abaqus contient son propre modèle cohésif, développé par Camanho et Dávila [Camanho and Davila, 2002]. Il supporte les modes I et II couplés. Diverses lois d'endommagement sont proposées pour se rapprocher au maximum du comportement du matériau utilisé. De nombreuses comparaisons ont été proposées, mettant en avant l'efficacité du modèle pour reproduire des essais types (DCB, ENF, MMB). Néanmoins, le frottement n'est pas intégré dans le modèle. Un modèle de contact a été ajouté en complément dans Abaqus, rendant l'utilisation de ce modèle plus complexe. Alfano et Sacco [Alfano et al., 2006] ont proposé un modèle 2D reposant sur une décomposition entre une surface endommagée et une surface non endommagée à l'intérieur d'un élément. Le modèle est inspiré des travaux de Geubelle [Geubelle and Baylor, 1998]. Alors, l'énergie de rupture est reliée à la partie non endommagée et le frottement (type Coulomb) à celle endommagée. Serpieri, Sacco, et Alfano ont par la suite restreint le modèle pour le rendre thermo-dynamiquement consistant [Serpieri et al., 2015b]. Le modèle a su trouver diverses applications, sur des renforts en béton par exemple [Serpieri et al., 2014]. Le modèle a finalement été généralisé en 3D dans les travaux d'Albarella, Serpieri, Alfano et Sacco [Serpieri et al., 2015a]. Cette version, dont les paramètres seront adaptées, sera implémentée au sein d'Abaqus et utilisée dans les simulations. Ce choix s'explique par sa simplicité d'utilisation et de résolution. Le modèle d'Abaqus doit être utilisé avec des lois de contact, un gain de complexité jugé trop couteux. Par contre, pour de grandes déformations ce choix devient alors discutable.

**Proposition de modèle** Le comportement de l'interface est une fonction du déplacement relatif entre les deux surfaces. Ce comportement dépend également de l'histoire de cette interface, comme l'endommagement cumulé ou encore le sens du glissement pour la loi de coulomb. La figure G.3 présente le comportement de l'interface en modes purs. Le mode I est marqué par un comportement asymétrique en traction/compression. Le comportement en compression reste le même, l'interpénétration est possible mais est fortement pénalisée. En traction, la pente élastique est dégradée avec l'endommagement jusqu'à son annulation. Le comportement en cisaillement est similaire à celui en traction. Le module diminue avec l'endommagement de façon symétrique, jusqu'à s'annuler. La figure G.4 présente le couplage entre les modes. Au niveau du comportement en mode I, la dépendance se fait au travers de l'endommagement global. Le comportement en compression reste non endommageable. Le comportement en traction dépend du déplacement dans le plan de cisaillement. Pour le comportement en mode II, il y a une plus forte dépendance. Le lien avec l'endommagement global se manifeste de façon similaire aux observations en traction. Cependant, il faut ajouter le frottement dans le cas où l'interface est en compression. Dans le cas d'une interface en compression et entièrement endommagée, le respect de la loi de Coulomb est marqué par la forte pente lors du changement de sens de cisaillement. Il faut également noter que le modèle est implémenté en 3D. Les paramètres du modèle sont l'énergie de cohésion, la contrainte maximale et le coefficient de frottement. L'endommagement initial peut également être ajusté. La pente élastique, idéalement infinie, peut être également ajustée. Cependant, des valeurs trop élevée peuvent influencer la convergence des calculs sur Abaqus. Il existe des modèles intégrant des mécanismes complexes comme la dilatance [Parrinello et al., 2009] pour modéliser les phénomènes de blocage. Ces modèles sont plus complexes, donc plus difficiles à adapter à une interface spécifique. Enfin, le modèle ne tient pas compte du frottement dû à la rugosité de l'interface. La loi de frottement peut être modifiée en ce sens.

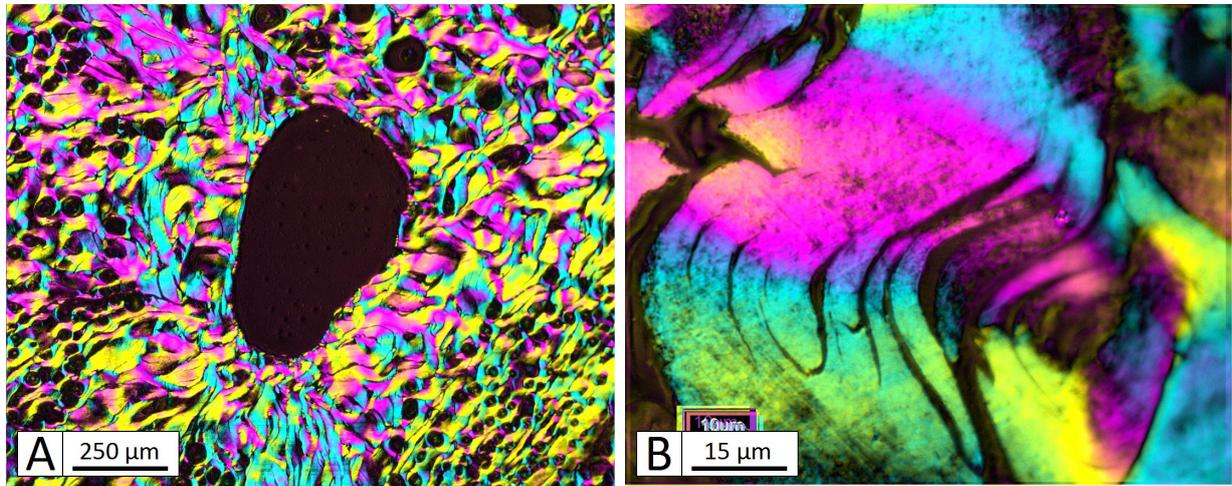


FIGURE G.5 – Cartographies d'anisotropie et d'orientation issues d'analyses sous lumière polarisée de la matrice ex-brai à faible (A) et fort (B) grossissement. Des légendes sont fournies en annexe A.

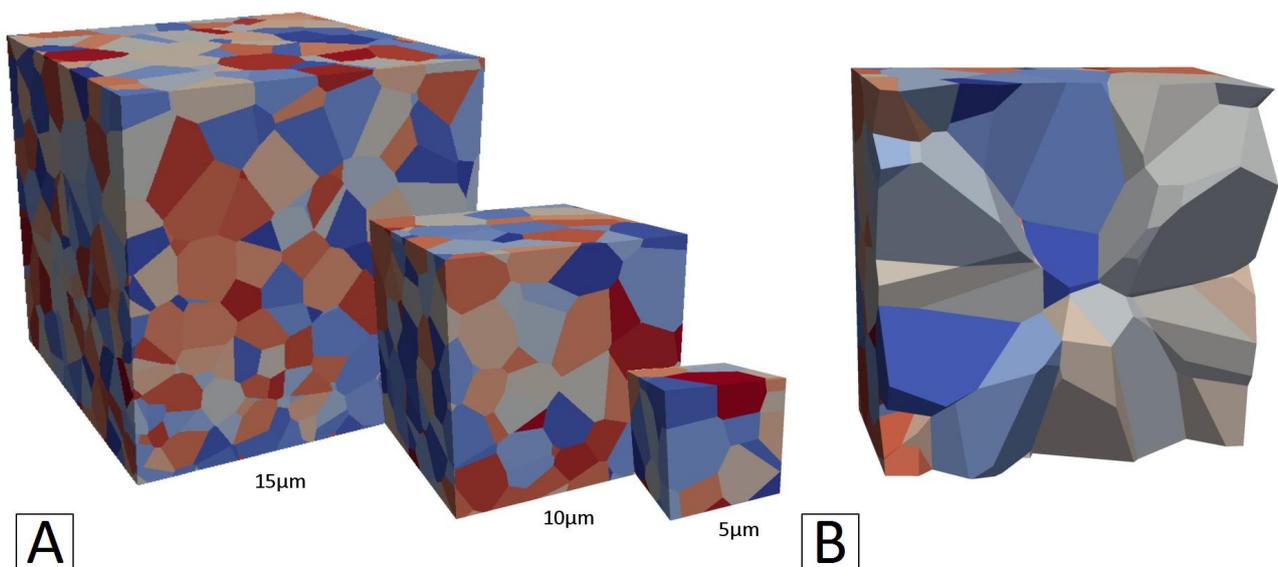


FIGURE G.6 – Proposition de maillages représentant de la morphologie de la matrice ex-brai. A : Différentes tailles de maillages. B : Vue brisée présentant les grains.

## Modélisation de la matrice ex-brai

**Morphologie** La matrice ex-brai présente dans le 3D C/C est déposée lors des différentes passes de densification, elle subit également une phase de graphitisation. La matrice composant les octets est différente de celle entre les fibres dans les baguettes. Dans les octets, elle remplit progressivement le volume des bords jusqu'à l'occlusion finale (le macropore). Ceci influence fortement la texture, avec l'aspect stratifié, l'orientation des couches, jusqu'à la forme des micro-porosités. Dans les baguettes, les fibres ont fortement influencé la matrice lors de son dépôt, favorisant son orientation autour de ces dernières. À l'échelle microscopique, des analyses sur micrographies optiques sous lumière polarisée ont révélé la texture de la matrice dans une mousse de carbone ex-brai ayant subi un traitement thermique similaire à celui du 3D C/C (figure G.5). Cette mousse possède une texture similaire à celle observée dans les octets de matrice. Les points communs sont l'aspect granulaire marqué par des domaines cohérents, eux-mêmes composés d'une structure lamellaire.

**Enjeux** Le principal problème de la matrice ex-brai réside dans sa morphologie complexe avec sa forte anisotropie/hétérogénéité locale avec des propriétés très difficiles à mesurer. Parvenir à reproduire finement la morphologie au travers d'un maillage, à intégrer des modèles de comportement proches des mécanismes réels et à simuler son comportement est un des enjeux majeurs de la modélisation du 3D C/C à l'échelle microscopique. Les outils de caractérisation de la morphologie permettent de produire des maillages reproduisant fidèlement la texture de la matrice. Des essais de caractérisation peuvent être réalisés pour estimer les propriétés effectives. Par contre, trouver les bons mécanismes et les bons modèles localement reste très difficile. Par exemple, la structure lamellaire des domaines cohérents provoque un comportement très différent en traction et en compression à cause du flambement. Ces mêmes lamelles, probablement formées lors du refroidissement du matériau, ont la capacité d'absorber fortement l'expansion thermique. Dans le cas de la matrice au sein des baguettes, la fibre dilate transversalement fortement plus que les baguettes. Aucune loi de mélange ne peut expliquer ce comportement sans considérer une expansion thermique très négative pour la matrice. Cette expansion thermique très négative révèle un phénomène de structure, impactant également les propriétés mécaniques et devant être représenté soit dans la morphologie, soit des lois de comportement. Cet exemple parmi tant d'autres met en avant les difficultés liées à la modélisation de la matrice à l'échelle microscopique. Pour être rigoureux, il faudrait également un modèle sub-microscopique représentant l'aspect lamellaire, et ainsi de suite jusqu'aux simulations atomistiques. Ceci constitue un des grands challenges de la compréhension du comportement du carbone aux différentes échelles.

**Modèle proposé et perspectives d'études** La figure G.6 présente une ébauche de maillage pour la matrice ex-brai des octets. Il s'agit simplement de la résolution d'un diagramme de Voronoi 3D contraint dans une boîte cubique. L'intelligence de ce modèle repose uniquement dans la distribution arbitraire des centres des grains. Afin de simplifier le problème, les grains seront supposés anisotropes mais homogènes avec des lois de comportement tenant compte des échelles inférieures. Entre chaque grain, des éléments cohésifs peuvent être ajoutés pour modéliser les micro-interfaces. Ce modèle est extrêmement sommaire et loin de la texture réelle de la matrice ex-brai. Il peut par contre être considéré comme un premier pas, avec un maillage géométriquement très simple pour effectuer les premières simulations et obtenir quelques tendances. Il y a de nombreuses voies d'amélioration. Le maillage peut être affiné, par exemple avec des déformations géométriques pour donner une forme plus réaliste aux grains. Les lois de comportement aux interfaces, proposées précédemment, doivent être adaptées. Les lois de comportement des grains de matrice restent à établir et à optimiser au travers de simulations d'essais.

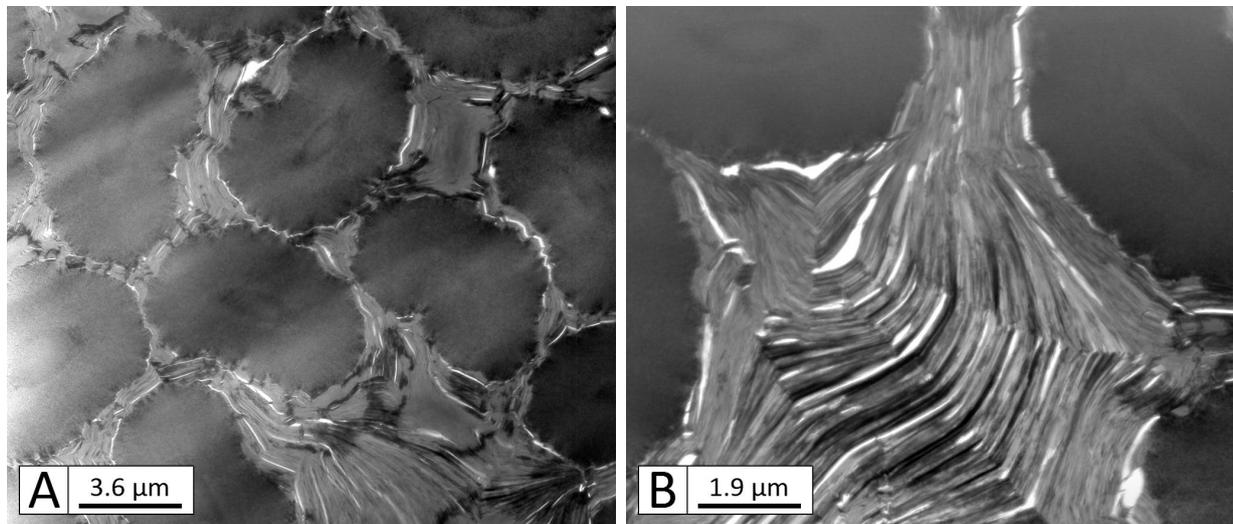


FIGURE G.7 – Images MET des baguettes montrant la texture des fibres et de la matrice [Lachaud, 2006], à faible (A) et fort (B) grossissement.

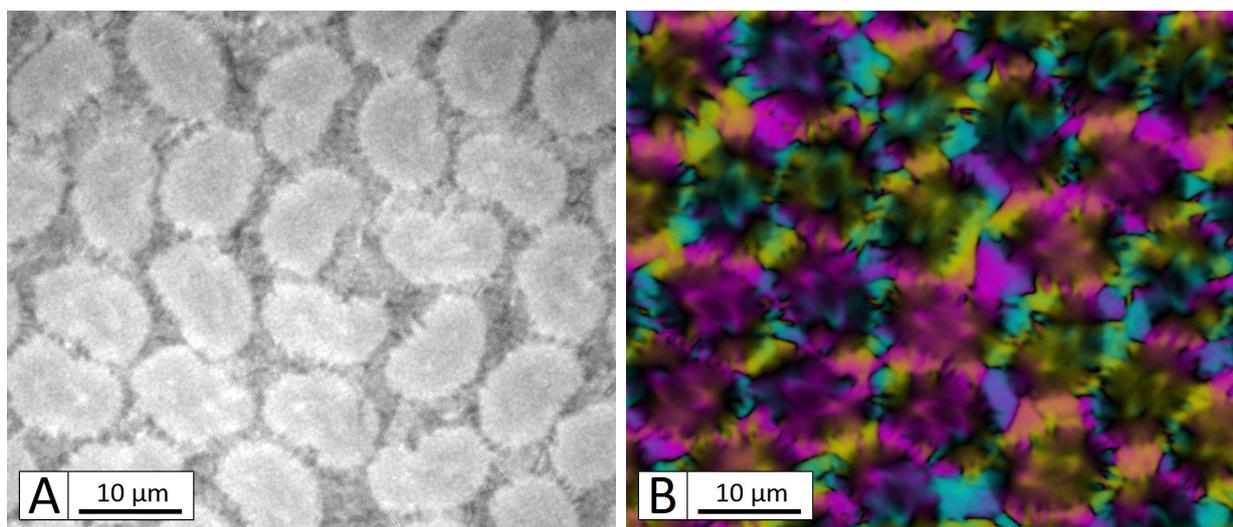


FIGURE G.8 – Micrographie (A) et cartographie d'anisotropie et d'orientation (B) issues d'analyses sous lumière polarisée des fibres et de la matrice au sein des baguettes. Des légendes sont fournies en annexe A.

# Modélisation du système fibres M40/matrice exbrai

## Contexte et objectifs

**Morphologie** Les baguettes contiennent 6000 à 12000 fibres de carbone M40 densifiées par pyrolyse de brai, et sont graphitées à près de 3000°C. Elles constituent le renfort du 3D C/C, et pilotent directement le comportement mécanique lors d'essais suivant les axes. La figure G.7 présente des clichés issus de microscopie électronique à transmission [Lachaud, 2006]. En complément, la figure G.8 présente des clichés de microscopie optique avec analyse sous lumière polarisée. Les fibres M40 ont une section en forme de "haricot" et un cœur texturé. La matrice présente une structure granulaire lamellaire, avec des domaines cohérents (ou grains) avec une longueur caractéristique de quelques microns. La matrice est orientée préférentiellement autour des fibres les plus proches. Les micro-porosités sont fines et étendues dans la direction des fibres.

**Enjeux** Malgré une composition très dense, les baguettes présentent des particularités en ce qui concerne leur comportement thermo-mécanique. Les essais de flexion sur baguettes ont permis d'estimer un module élastique de 484GPa et une rupture à 1.2GPa. En utilisant les données de traction sur le 3D C/C et en supposant que tout l'effort est repris par les baguettes, le module élastique est autour de 400GPa et la contrainte à rupture vers 900MPa. Lors de ces deux essais le comportement est quasi-élastique linéaire fragile. Par contre, en compression les baguettes ont un comportement plus endommageable, causé par de probables micro-flambements au sein des fibres. Il n'est possible d'étudier ce mécanisme d'endommagement qu'avec un modèle représentant les fibres à l'échelle microscopique. Il a également été observé que la fibre dilate transversalement plus fortement que les baguettes. Une explication issue des caractérisations, mais encore hypothétique, suppose que les lamelles se sont formées par fissuration dans la direction faible des grains (orthogonale aux plan basaux) lors du refroidissement après la densification. Les fibres, de texture plus fine, résistent mieux à la contrainte thermique résiduelle. Tous ces mécanismes, complexes à implémenter dans un modèle éléments finis, peuvent apporter beaucoup à la compréhension du comportement des baguettes à l'échelle microscopique.

## Géométrie et maillage

**Base de données morphologiques des fibres** L'étude de la morphologie des baguettes à l'échelle microscopique a mis en avant la forme complexe de la fibre M40. Sa section en "haricot" et son cœur texturé poussent à simplifier son modèle. Pour ce qui est de sa composition, elle sera supposée transversalement homogène. Par contre sa forme sera préservée dans les modèles pour diverses raisons. Elle permet une plus grande surface en contact avec la matrice par rapport à une fibre de section circulaire, ce qui a des conséquences sur le comportement mécanique endommageable (la surface est directement reliée à la quantité d'interfaces dans le matériau). La modélisation de la morphologie des fibres présentée ici est basée sur les travaux de J. Genée [Genée, 2013], précédant ceux présentés dans ce mémoire. Pouvoir quantifier, numériser et reconstruire la forme est possible par l'utilisation de descripteurs [Blott and Pye, 2008]. Ici, ce sont les descripteurs de Fourier qui ont été retenus [Soga et al., 2001, Nivedita, 2007, Mollon and Zhao, 2012]. Certaines transformations sont nécessaires afin de pouvoir obtenir ces descripteurs. Les contours des sections sont extraits de micrographies segmentées. Les points des contours sont écrits en coordonnées polaires autour du centre de masse, avec un rayon en fonction d'un angle. Puis, en faisant l'hypothèse d'ensembles étoilés, les contours sont ré-échantillonnés de façon à avoir un écart angulaire constant et une transformée de Fourier discrète est appliquée.

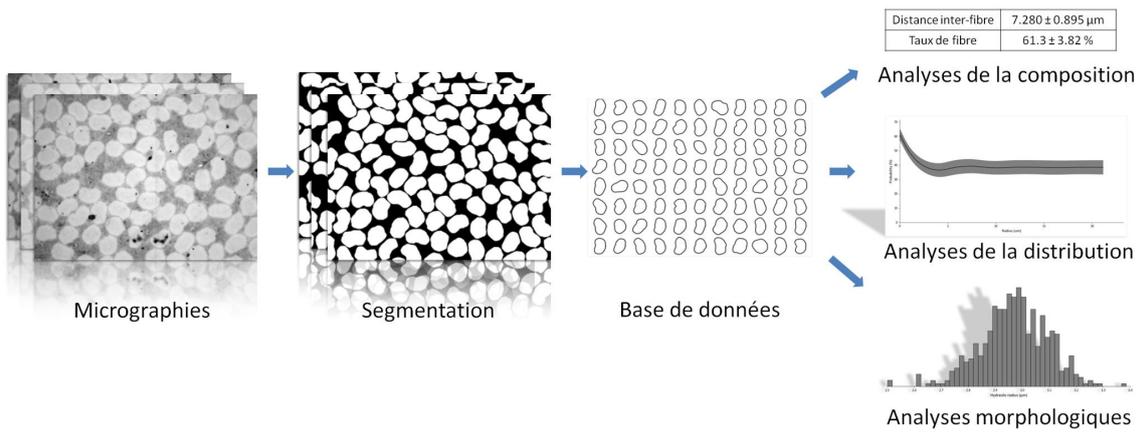


FIGURE G.9 – Construction d'une base de données de fibres. Analyses de la composition, de la distribution et de la morphologie des fibres.

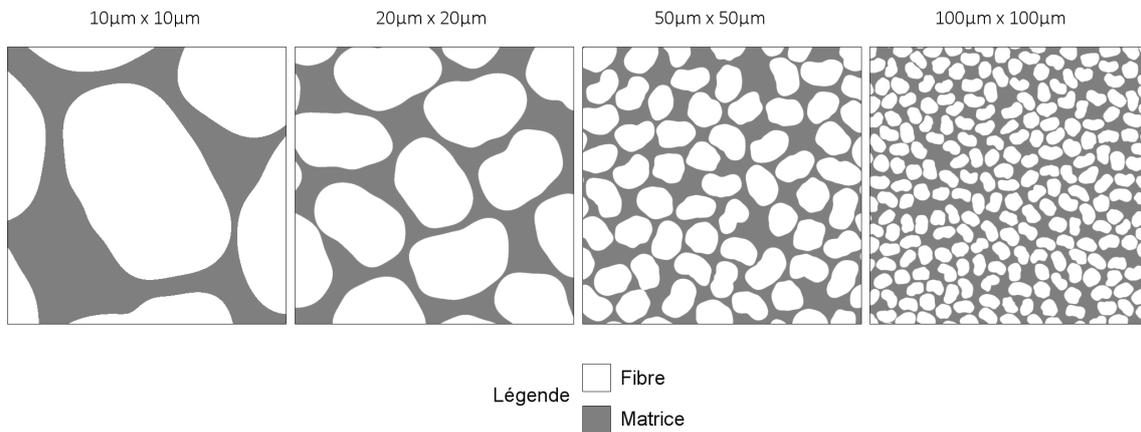


FIGURE G.10 – Génération de distributions de fibres sur supports de différentes tailles.

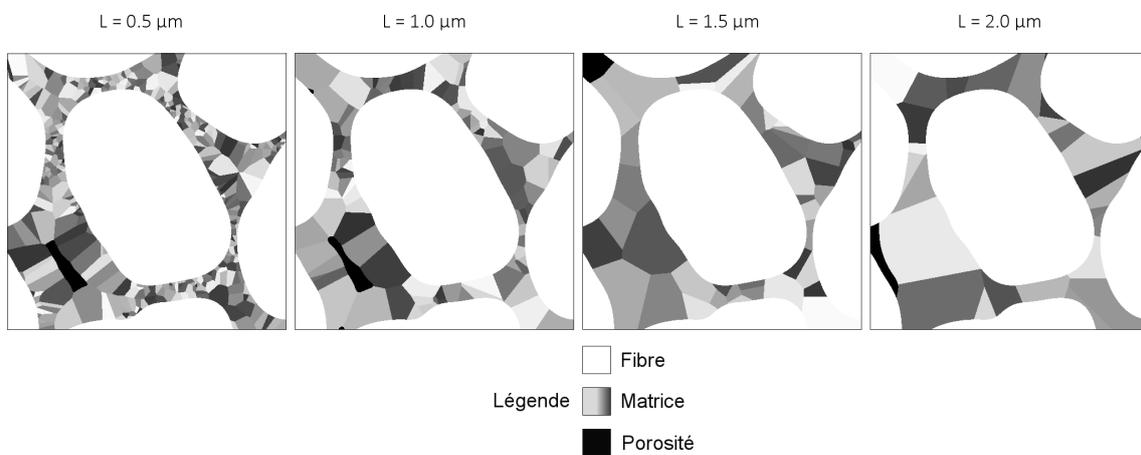


FIGURE G.11 – Génération de la texture de la matrice et de la forme des porosités.

L'objectif est de décrire la forme de la fibre avec un ordre faible, c'est à dire peu d'harmoniques. La figure G.9 illustre l'utilisation des descripteurs pour la construction d'une base de données. Plus l'ordre des descripteurs est élevé, mieux la forme est décrite. Finalement, un ordre de 10 a été jugé suffisant pour décrire la forme des fibres. Un fragment de la base de données est présenté sur la figure G.9. Au total, plus de 1000 fibres ont été recensées et intégrées dans cette base de données.

**Génération de distributions de fibres** À partir de la base de données, il est possible de retracer des fibres sur des images. L'étude de micrographies a également permis de déterminer certaines grandeurs caractéristiques. Le taux de fibres est de  $59.6 \pm 1.0\%$ , l'écart moyen de centre à centre entre deux fibres est de  $8.00 \pm 0.882 \mu\text{m}$ , ou encore le rayon hydraulique (rayon du disque de surface équivalente) moyen des fibres est de  $2.93 \mu\text{m}$ . Un algorithme inspiré des travaux de J. Genée [Genée, 2013] a permis de générer des images correspondant aux micrographies segmentées. Les sections de fibres sont réparties de façon homogène sur un plan de dimensions choisies. Ensuite une méthode de relaxation est utilisée afin d'optimiser la position/rotation des fibres, en maximisant les distances de bord-à-bord. La figure G.10 présente différentes images ainsi créées, pour différentes dimensions (de  $10 \mu\text{m}$  à  $100 \mu\text{m}$ ).

**Formation de la matrice** Les images contiennent des sections de fibres, il reste encore à ajouter la texture de la matrice et la porosité. La première étape consiste à générer l'aspect granulaire de la matrice. À l'aide de distributions aléatoires, il est possible de générer des grains par leurs centres, tout en contraignant leurs tailles en fonction de leur environnement. En effet, comme observé dans l'étude de la morphologie, les grains sont plus petits et plus nombreux dans les régions restreintes entre deux fibres, et sont au contraire plus grands dans les espaces laissés vides. En pratique, la taille des grains est réglée qualitativement en fonction d'une longueur caractéristique, comme le montre la figure G.11. La taille caractéristique choisie correspond à  $2.0 \mu\text{m}$ . La micro-porosité est placée au plus loin des centres des grains à l'aide d'un algorithme spécifique dont le contenu ne sera pas détaillé. Le taux de porosité final correspond aux observations, soit autour de  $0.86\%$ . Les grains présentent une forte anisotropie du fait de leur forte graphitisation. Il est ainsi nécessaire de définir leurs orientations locales. Le choix le plus évident est d'orienter chaque grain par rapport au bord de fibre le plus proche, comme observé lors des analyses sous lumière polarisée. La figure G.12 présente la distribution d'orientations.

**Construction des maillages** La composition des modèles est définie, ainsi que les propriétés liées à la morphologie des constituants. Il est maintenant possible de construire les maillages basés sur des éléments finis intégrant toutes ces données. La première étape consiste à générer un maillage 2D constitué de triangles. Pour cela, un algorithme conçu pour l'occasion, permettant de détourner des éléments et d'en générer un maillage de contours. Ensuite, ces contours sont maillés en triangles à l'aide de l'outil Triangle. Les orientations et marqueurs de composition sont alors intégrés dans ce maillage 2D. Puis, le maillage et ses propriétés morphologiques sont extrudées en 3D dans la direction des fibres, selon l'hypothèse d'une morphologie invariante dans cette direction. Le maillage est alors constitué de tétraèdres. Enfin des éléments cohésifs sont intégrés entre les constituants afin de représenter les micro-interfaces. Un des maillages générés est présenté en figure G.13, avec les différents constituants et les propriétés morphologiques associées.

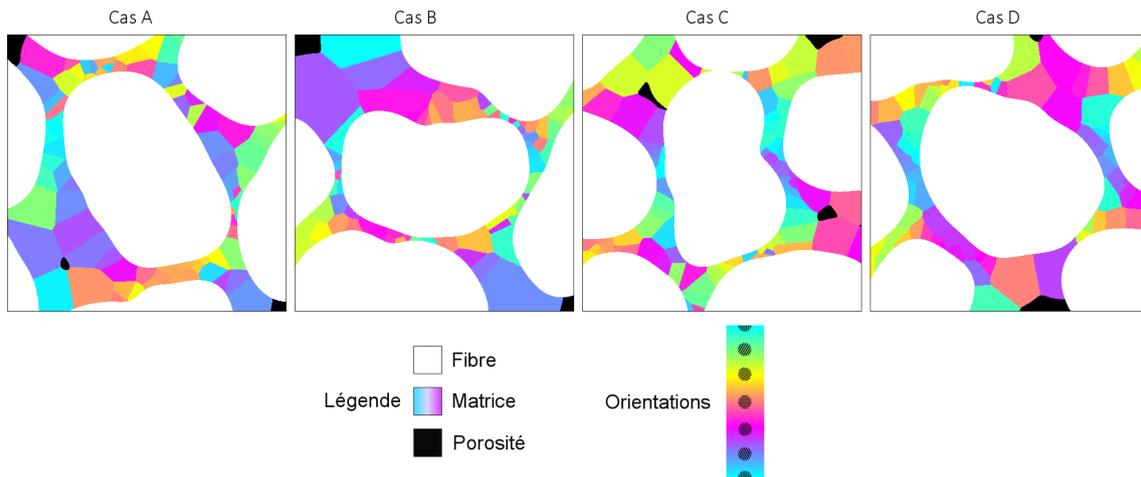


FIGURE G.12 – Génération des orientations des grains de la matrice.

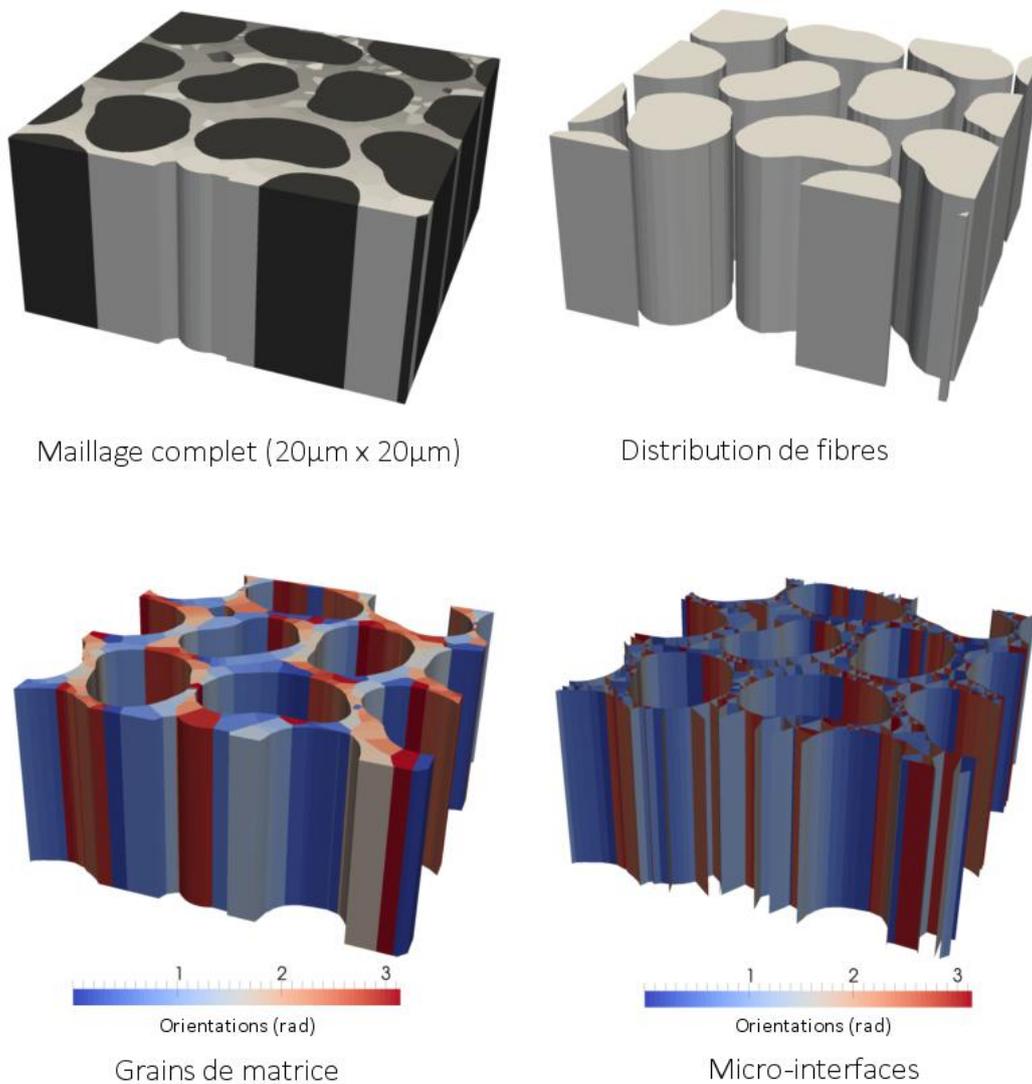


FIGURE G.13 – Composition d'un maillage du modèle microscopique des baguettes.

## Implémentation

**Modèle initial** Les lois de comportement implémentées jusque-là sont rudimentaires. Au niveau du comportement mécanique, un modèle élastique linéaire et isotrope transverse est appliqué pour les fibres et la matrice. Il s'agit d'un modèle tensoriel d'ordre 4. Pour le comportement à haute température, un scalaire multiplicatif permet de dégrader le tenseur de rigidité. Il faut noter qu'une dégradation significative des propriétés mécaniques n'est visible qu'à partir de 2000°C. Pour ce qui est de l'endommagement et de la rupture, le comportement sera supposé élastique fragile. Par simplification, la visco-plasticité est ignorée à haute température. Le modèle cohésif dans les éléments d'interface est une version modifiée du modèle proposé par Alfano et Sacco [Alfano et al., 2006]. Pour les expansions thermiques, un modèle tensoriel d'ordre 2 est utilisé, avec des propriétés évoluant avec la température. Les propriétés des grains dépendent de leurs orientations individuelles. Les propriétés des fibres et des grains sont largement hypothétiques à ce point. Les fibres, ayant suivi un traitement thermique très difficile à reproduire, leurs propriétés sont supposées et sont à optimiser aux travers des simulations. Il en va de même pour les grains de matrice, dont la caractérisation n'est pas envisageable.

**Perspectives** Le maillage est proche de la morphologie observée, les perspectives vont dans les sens de la complexification des lois de comportement. Les grains de matrice et les fibres ont un comportement bien plus complexe que les modèles élastiques linéaires implémentés. Les fibres doivent intégrer la rupture en traction ainsi que celle par flambement en compression. Au delà de 2000°C, non seulement leurs rigidités sont réduites mais des phénomènes de visco-élasticités sont également présents, causant le fluage. Il en va probablement de même pour la matrice. La prise en compte dans les modèles de la structure lamellaire de cette dernière est cruciale pour la reproduction des mécanismes. Cette structure doit fortement réduire les propriétés des grains en compression à cause du flambement et le comportement en traction est probablement tout aussi complexe. Son expansion thermique est également un point important, absorbant l'expansion thermique transverse des fibres. Enfin, la structure lamellaire se refermant à chaud, les propriétés mécaniques des grains sont probablement croissantes jusqu'à 2000°C. Il y a encore beaucoup de travail à réaliser dans l'implémentation du comportement. Très peu d'essais mécaniques peuvent apporter des données pour les micro-constituants. Les micro-interfaces ont été caractérisées, c'est la seule donnée obtenue jusque là. Par contre, les propriétés des baguettes sont plutôt bien connues. Des simulations d'essais et des calculs de propriétés effectives peuvent permettre une approche itérative, en optimisant les inconnues dans les propriétés des micro-constituants. Certaines simulations ont été réalisées, mais n'ont pas été présentées par manque de temps. La rupture aux interfaces en traction transverse, le push-out sur bundles, les glissements aux interfaces à haute température et des calculs d'homogénéisation ont pu être reproduits avec succès.

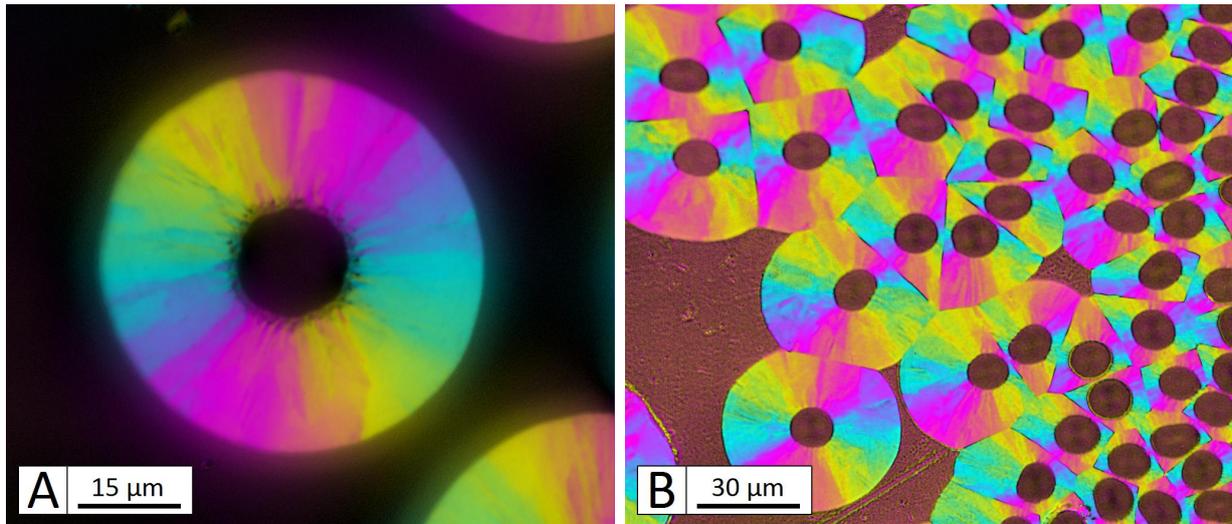


FIGURE G.14 – Cartographies d'anisotropie et d'orientation issues d'analyses sous lumière polarisée d'un dépôt CVI de pyrocarbone laminaire rugueux sur préforme tissée de fibres de carbone, à fort (A) et à faible (B) grossissement. Des légendes sont fournies en annexe A.

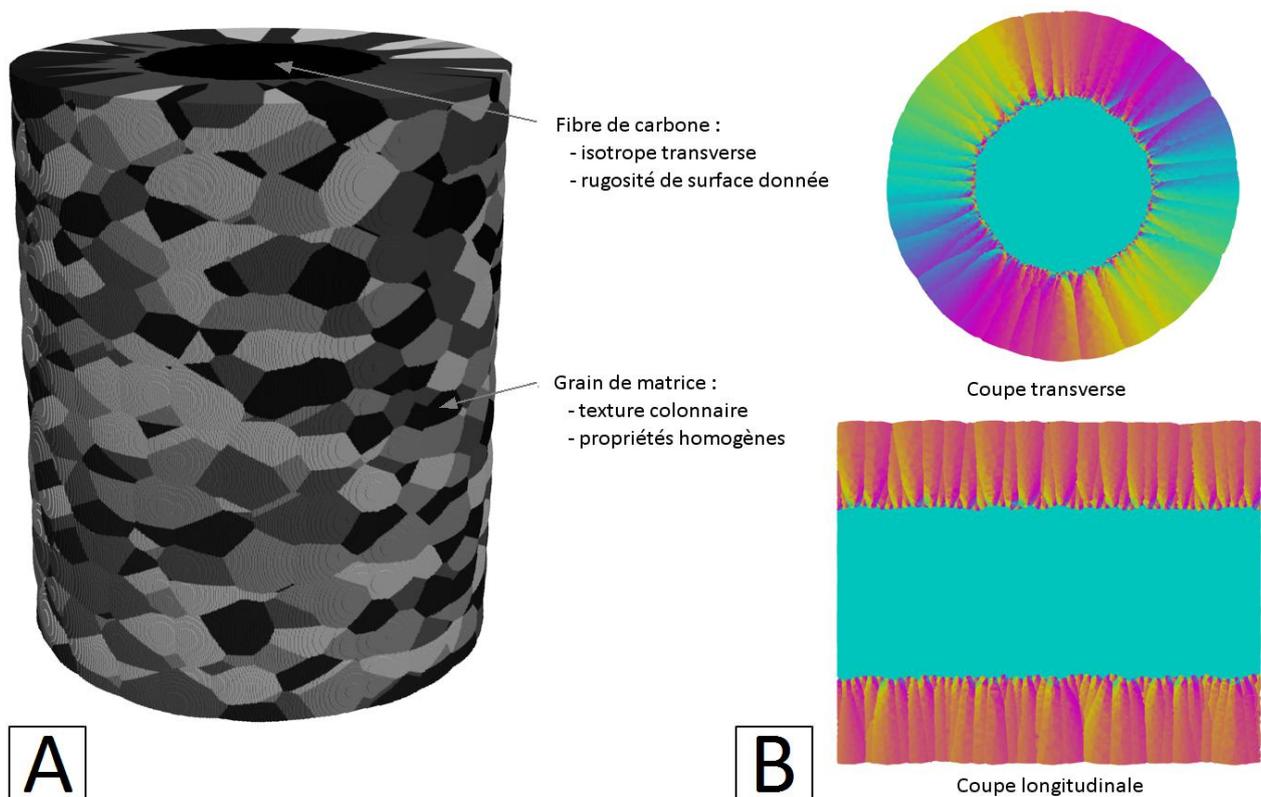


FIGURE G.15 – Proposition d'un modèle 3D pour un dépôt de matrice de pyrocarbone laminaire rugueux sur une fibre de carbone rugueuse.

## Modélisation de la texture d'un pyrocarbone

**Morphologie** Il existe différentes voies de densification pour les composites C/C. Le 3D C/C est composé d'une matrice ex-braï graphitée obtenue par pyrolyse (PIP, voie liquide). Il existe également la voie gazeuse, appelée CVI (Chemical Vapor Infiltration). La figure G.14 présente deux cartographies d'anisotropie/orientation issues d'analyses sous lumière polarisée. La matrice déposée est dans ce cas un pyrocarbone laminaire rugueux, autour d'une préforme composée de fibres longues haut module en carbone. Le dépôt se fait régulièrement depuis la surface des fibres, donnant une croissance très régulière. Cependant, la texture de la matrice est plus complexe avec la formation de colonnes. Ce sont des domaines cohérents marqués par une forte anisotropie et une orientation préférentielle.

**Enjeux** Les propriétés thermo-mécaniques (mécanique + expansion thermique) dépendent fortement de la nature du pyrocarbone, elles-mêmes tributaires des conditions de dépôt. Ainsi, il existe divers pyrocarbones, balayant une large gamme de propriétés thermo-mécaniques. Il y a aussi une dépendance envers la préforme, le type de fibre, l'état de surface des fibres, etc. Tout ces paramètres ne sont pas forcément maîtrisés, la modélisation peut apporter un complément d'information à l'échelle microscopique, remplissant potentiellement certaines lacunes. Cependant, la texture des pyrocarbones peut être assez complexe comme montré en figure G.14. Reproduire cette texture de façon discrétisée dans un modèle EF est un travail laborieux. Il est encore plus difficile d'établir un critère de ressemblance entre la distribution générée et les réalités du matériau. Au delà de la construction d'un modèle proche, l'enjeu majeur est en réalité d'établir le lien entre les propriétés des domaines cohérents pris séparément et les propriétés effectives d'un dépôt sur une préforme. Cette transition d'échelle requiert de passer par une étape intermédiaire, qui est un dépôt sur une fibre. C'est dans ce sens qu'un premier modèle a été construit.

**Modèle proposé** La figure G.15 présente un maillage représentant une matrice de type pyrocarbone laminaire rugueux, déposée autour d'une fibre de carbone à l'état de surface rugueux. Dans ce modèle, les colonnes (ou domaines cohérents, figure G.15-A) sont en réalité une conséquence de nucléation et de l'aspect de surface des fibres. Plus la fibre est rugueuse, plus les colonnes seront marquées. Il est possible de donner une orientation aux colonnes afin de pouvoir comparer aux analyses sous lumière polarisée. Dans ce cas, les grains possèdent une distribution d'orientation par rapport à la base de la colonne. Il est tout aussi envisageable de donner une orientation unique à chaque colonne. Dans tous les cas, l'image en figure G.15-B montre des ressemblances avec la micrographie figure G.14-A. Il reste cependant beaucoup de travail pour reproduire la texture complexe de ce pyrocarbone. Ce modèle à l'avantage d'illustrer une méthode simple mais efficace, un premier pas vers la modélisation de ce type de matériau. Pour le moment, seuls les aspects morphologiques ont été considérés, il reste encore tout à faire dans la modélisation du comportement thermo-mécanique et dans la simulation d'essais.

**Perspectives** Un premier modèle a été proposé avec un maillage imitant la morphologie d'un dépôt de pyrocarbone sur une fibre de carbone avec un certain état de surface. Il existe divers types de pyrocarbones et de nombreuses variétés de fibres de carbone. Il serait intéressant de proposer un modèle représentatif pour chaque combinaison afin de couvrir les situations rencontrées dans les composites C/C. Il y a également beaucoup de travail dans la caractérisation des propriétés thermo-mécaniques des fibres et des matrices de pyrocarbone. Il faut tenir compte d'éventuels traitements thermiques infligés, des contraintes thermiques résiduelles, des décohérences, etc. Des lois de comportement adaptées doivent être intégrées dans les domaines cohérents et dans les fibres. L'interface entre la fibre et la matrice, et celles entre les domaines cohérents,

requièrent probablement d'être intégrées dans le maillage EF pour gérer les mécanismes de la rupture. Le modèle proposé s'intéresse à un dépôt sur une fibre unique, appelé micro-composite. Il est également possible de modéliser un mini-composite, un dépôt sur un fil de carbone, composé de nombreuses fibres. Ainsi, les essais classiques de caractérisation (traction, dilatométrie) peuvent être reproduits en simulation à titre comparatif.

# Bibliographie

- [Alfano et al., 2006] Alfano, G., Marfia, S., and Sacco, E. (2006). A cohesive damage-friction interface model accounting for water pressure on crack propagation. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 196(1-3) :192–209.
- [Aoki et al., 2007a] Aoki, T., Goto, K., Ogasawara, T., and Hatta, H. (2007a). Measurements of fiber/matrix interfacial properties of a UD-C/C composite up to 2273K. In S. Sugimoto and T. Ogasawara, E. K. K. T. I. N. T. M. H., editor, *Procs. 16th International Conference on Composite Materials*, pages 1–9. K. Kageyama, T. Ishikawa, N. Takeda, M. Hojo, S. Sugimoto and T. Ogasawara, Eds. JSCM, Tokyo, (2007), ref. WeHM1-06.
- [Aoki et al., 2007b] Aoki, T., Yamane, Y., Ogasawara, T., Ogawa, T., Sugimoto, S., and Ishikawa, T. (2007b). Measurements of fiber bundle interfacial properties of three-dimensionally reinforced carbon/carbon composites up to 2273 K. *Carbon*, 45(2) :459–467.
- [Aubard et al., 2000] Aubard, X., Cluzel, C., Guitard, L., and Ladevèze, P. (2000). Damage modelling of a 4D carbon/carbon composite for high temperature application. *Ceramics International*, 26(6) :631–637.
- [Bansal and Lamon, 2014] Bansal, P. N. and Lamon, J. (2014). *Ceramic matrix composites : materials, modeling and technology*. Wiley.
- [Barenblatt, 1959] Barenblatt, G. (1959). The formation of equilibrium cracks during brittle fracture. General ideas and hypotheses. Axially-symmetric cracks. *Journal of Applied Mathematics and Mechanics*, 23(3) :622–636.
- [Bechel and Sottos, 1998] Bechel, V. T. and Sottos, N. R. (1998). Application of debond length measurements to examine the mechanics of fiber push-out. *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, 46(9) :1675–1697.
- [Benezech, 2016] Benezech, J. (2016). Caractérisation thermo-mécanique de fibres et matrice de carbone pour la modélisation multi-échelle de composites C/C. Technical report, Laboratoire des Composites Thermo-Structuraux (LCTS) - UMR5801 CNRS-UB-CEA-SAFRAN, 33600 Pessac, France.
- [Blott and Pye, 2008] Blott, S. J. and Pye, K. (2008). Particle shape : A review and new methods of characterization and classification. *Sedimentology*, 55(1) :31–63.
- [Buckley and Edie, 1993] Buckley, J. D. and Edie, D. D. (1993). Chapter 1 - Carbon-Carbon Overview. In *Carbon-Carbon Materials and Composites*, pages Pages 1–17. Elsevier Inc.
- [Camanho and Davila, 2002] Camanho, P. and Davila, C. (2002). Mixed-Mode Decohesion Finite Elements in for the Simulation Composite of Delamination Materials. *Nasa*, TM-2002-21(June) :1–37.

- [Carpier, 2015] Carpier, Y. (2015). Caractérisation thermomécanique de fibres de carbone pour application aérospatiale. Technical report, Laboratoire des Composites Thermo-Structuraux (LCTS) - UMR5801 CNRS-UB-CEA-SAFRAN, 33600 Pessac, France.
- [CEA, 2004] CEA (2004). Travaux de caractérisation du comportement HT d'un composite 3D C/C. Technical report, CEA Le Ripault.
- [Chaboche et al., 1997] Chaboche, J. L., Girard, R., and Schaff, A. (1997). Numerical analysis of composite systems by using interphase/interface models. *Computational Mechanics*, 20 :3–11.
- [Cluzel and Ladevèze, 1998] Cluzel, C. and Ladevèze, P. (1998). 4D Carbon / Carbon Composite Materials. *Composites Science and Technology*, 58 :701–708.
- [Crestia et al., 1999] Crestia, C., Calloch, S., Cosculluela, A., Hild, F., and Marquis, D. (1999). Identification of the damage and failure mechanisms of a 3D carbon-carbon composite under uniaxial loading. In *ICCM12*, pages 1–10.
- [Davy, 2001] Davy, C. (2001). *Rupture d'un composite C-C 3D sous sollicitations complexes - Expérimentation et modélisation*. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie.
- [Dekeyrel et al., 2013] Dekeyrel, A., Dourges, M. A., Weisbecker, P., Pailler, R., Allemand, A., Ténèze, N., and Epherre, J.-F. (2013). Characterization of carbon/carbon composites prepared by different processing routes including liquid pitch densification process. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 49 :81–88.
- [Didiot et al., 2004] Didiot, B., Rochais, D., and Tallaron, C. (2004). Caractérisation et modélisation numérique du comportement thermomécanique d'un composite 3D C/C. Technical report, CEA Le Ripault, BP16, 37260 Monts.
- [Dietrich et al., 2012] Dietrich, S., Gebert, J. M., Stasiuk, G., Wanner, A., Weidenmann, K. A., Deutschmann, O., Tsukrov, I. I., and Piat, R. (2012). Microstructure characterization of CVI-densified carbon/carbon composites with various fiber distributions. *Composites Science and Technology*, 72(15) :1892–1900.
- [Diss et al., 2002] Diss, P., Lamon, J., Carpentier, L., Loubet, J. L., and Kapsa, P. (2002). Sharp indentation behavior of carbon/carbon composites and varieties of carbon. *Carbon*, 40(14) :2567–2579.
- [Drach et al., 2011] Drach, B., Tsukrov, I., Gross, T., Dietrich, S., Weidenmann, K., Piat, R., and Böhlke, T. (2011). Numerical modeling of carbon/carbon composites with nanotextured matrix and 3D pores of irregular shapes. *International Journal of Solids and Structures*, 48(18) :2447–2457.
- [Dugdale, 1960] Dugdale, D. (1960). Yielding of steel sheets containing slits. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 8(2) :100–104.
- [Dumont et al., 1987] Dumont, J.-P., Ladevèze, P., Poss, M., and Rémond, Y. (1987). Damage mechanics for 3-D composites. *Composite Structures*, 8(2) :119–141.
- [Fitzer and Manocha, 1999] Fitzer, E. and Manocha, L. M. (1999). *Carbon Reinforcements and Carbon/Carbon Composites*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH.
- [Genée, 2013] Genée, J. (2013). Caractérisation et modélisation du comportement thermomécanique endommageable d'un fil densifié en carbone. Technical report, Laboratoire des Composites Thermo-Structuraux (LCTS), 3 allée de la Boétie, 33600 Pessac, France.

- [Geubelle and Baylor, 1998] Geubelle, P. H. and Baylor, J. S. (1998). Impact-induced delamination of composites : a 2D simulation. *Composites Part B : Engineering*, 29(5) :589–602.
- [Gillard et al., 2015] Gillard, A. P., Couégnat, G., Caty, O., Allemand, A., Vignoles, G. L., Weisbecker, P., and Vignoles, G. L. (2015). A quantitative, space-resolved method for optical anisotropy estimation in bulk carbons. *Carbon*, pages 423–435.
- [Grandclaoudon, 2006] Grandclaoudon, G. (2006). Mise au point d’un dispositif expérimental pour la caractérisation thermomécanique de filaments unitaires. Technical report, Laboratoire des Composites Thermo-Structuraux (LCTS), 3 allée de la Boétie, 33600 Pessac, France.
- [Gratton, 1998] Gratton, M. (1998). *Comportement d’un composite 3D Carbone-Carbone - Méso-modélisation pour la prévision de la réponse sous choc*. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie.
- [Gross et al., 2013] Gross, T. S., Timoshchuk, N., Tsukrov, I. I., Piat, R., and Reznik, B. (2013). On the ability of nanoindentation to measure anisotropic elastic constants of pyrolytic carbon. *ZAMM Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik*, 93(5) :301–312.
- [Hatta et al., 2005a] Hatta, H., Goto, K., and Aoki, T. (2005a). Strengths of C/C composites under tensile, shear, and compressive loading : Role of interfacial shear strength. *Composites Science and Technology*, 65(15-16 SPEC. ISS.) :2550–2562.
- [Hatta et al., 2005b] Hatta, H., Goto, K., Ikegaki, S., Kawahara, I., Aly-Hassan, M. S., and Hamada, H. (2005b). Tensile strength and fiber/matrix interfacial properties of 2D- and 3D-carbon/carbon composites. *Journal of the European Ceramic Society*, 25(4) :535–542.
- [Hatta et al., 2000] Hatta, H., Takei, T., and Taya, M. (2000). Effects of dispersed microvoids on thermal expansion behavior of composite materials. *Materials Science and Engineering : A*, 285(1-2) :99–110.
- [Hatta et al., 2005c] Hatta, H., Taniguchi, K., and Kogo, Y. (2005c). Compressive strength of three-dimensionally reinforced carbon/carbon composite. *Carbon*, 43(2) :351–358.
- [Hillerborg et al., 1976] Hillerborg, A., Modéer, M., and Petersson, P. E. (1976). Analysis of crack formation and crack growth in concrete by means of fracture mechanics and finite elements. *Cement and Concrete Research*, 6(6) :773–781.
- [Jortner, 1985] Jortner, J. (1985). Effect of Weak Interfaces on Thermal Expansion of 3D Carbon-Carbon Composites. Technical report, Annual Report Contract N00014-82-C-0405, Office of Naval Research, ref. AD-A155-330.
- [Kawabata, 1990] Kawabata, S. (1990). Measurement of the transverse mechanical properties of high-performance fibres. *Journal of the Textile Institute*, 81(4) :432–447.
- [Kobayashi et al., 2009] Kobayashi, H., Goto, K., and Hatta, H. (2009). Tensile Strength of Carbon-Carbon Composites At High Temperature Up To 2773K. In *ICCM17*.
- [Lachaud, 2006] Lachaud, J. (2006). *Modélisation physico-chimique de l’ablation de matériaux composites en carbone*. PhD thesis, Université de Bordeaux.
- [Lacoste et al., 2002] Lacoste, M., Lacombe, A., Joyez, P., Ellis, R. A., Lee, J. C., and Payne, F. M. (2002). Carbon/Carbon extendible nozzles. *Acta Astronautica*, 50(6) :357–367.

- [Ladevèze et al., 2000] Ladevèze, P., Guitard, L., Champaney, L., and Aubard, X. (2000). De-bond modeling for multidirectional composites. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 185(2-4) :109–122.
- [Ladevèze et al., 1985] Ladevèze, P., Proslie, L. Y., and Rémond, Y. (1985). Reconstruction of a 3D Composite Behavior from a Local Approach. In Harrigan, W. C., Strife, J., and Dhingra, A. K., editors, *Conference Proceedings of the Fifth International Conference on Composites*, pages 1025–1037, San Diego, California, July 29, 30, August 1, 1985. The Metallurgical Society, Inc.
- [Luo et al., 2004] Luo, R., Liu, T., Li, J., Zhang, H., Chen, Z., and Tian, G. (2004). Thermophysical properties of carbon/carbon composites and physical mechanism of thermal expansion and thermal conductivity. *Carbon*, 42(14) :2887–2895.
- [Menessier et al., 1989] Menessier, E., Dumont, J.-P., Guette, A., Pailler, R., and Naslain, R. (1989). Axial and Radial Coefficients of Thermal Expansion of Carbon Fibers. *Ceramic Engineering and Science Proceedings 10[9-10]*, pages 1426–1439.
- [Mollon and Zhao, 2012] Mollon, G. and Zhao, J. (2012). Fourier-Voronoi-based generation of realistic samples for discrete modelling of granular materials. *Granular Matter*, 14(5) :621–638.
- [Morgan, 2005] Morgan, P. (2005). *Carbon fibers and their composites*. Taylor & Francis, Boca Raton, FL, first edit edition.
- [Needleman, 1997] Needleman, A. (1997). Cohesive surface modeling of fast crack growth. In *International Conference on Fracture*, pages 1861–1871, Sydney, Australia.
- [Nivedita, 2007] Nivedita, D. (2007). *Modeling Three-Dimensional Shape of Sand Grains Using Discrete Element Method*. PhD thesis, University of South Florida.
- [Pahr and Zysset, 2008] Pahr, D. H. and Zysset, P. K. (2008). Influence of boundary conditions on computed apparent elastic properties of cancellous bone. *Biomechanics and Modeling in Mechanobiology*, 7(6) :463–476.
- [Parrinello et al., 2009] Parrinello, F., Failla, B., and Borino, G. (2009). Cohesive-frictional interface constitutive model. *International Journal of Solids and Structures*, 46(13) :2680–2692.
- [Perry, 1976] Perry, J. L. (1976). Mechanical Tests of a Three-Dimensionally- Reinforced Carbon-Carbon Composite Material. *Carbon*, 14 :61–70.
- [Poss, 1982] Poss, M. (1982). *Endommagement et rupture des matériaux composite Carbone-Carbone*. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie.
- [Rao et al., 2008] Rao, M. V., Mahajan, P., and Mittal, R. K. (2008). Effect of architecture on mechanical properties of carbon/carbon composites. *Composite Structures*, 83(2) :131–142.
- [Rémond, 1984] Rémond, Y. (1984). *Sur la reconstitution decomportement mécanique d'un matériau composite 3D à partir de ses constituants*. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie.
- [Sakai et al., 2000] Sakai, M., Matsuyama, R., and Miyajima, T. (2000). The pull-out and failure of a fiber bundle in a carbon fiber reinforced carbon matrix composite. *Carbon*, 38(15) :2123–2131.

- [Sauder et al., 2004] Sauder, C., Lamon, J., and Pailler, R. (2004). The tensile behavior of carbon fibers at high temperatures up to 2400 °C. *Carbon*, 42(4) :715–725.
- [Savage, 1993] Savage, G. (1993). *Carbon-carbon composites*. Chapman & Hall Press, New York, first edition.
- [Serpieri et al., 2015a] Serpieri, R., Albarella, M., Alfano, G., and Sacco, E. (2015a). a 3D Multiscale Cohesive Zone Models Accounting for Friction , Damage and Interlocking. *European Journal of Computational Mechanics*, 24(July) :19–24.
- [Serpieri et al., 2014] Serpieri, R., Alfano, G., and Sacco, E. (2014). A mixed-mode cohesive-zone model accounting for finite dilation and asperity degradation. *International Journal of Solids and Structures*.
- [Serpieri et al., 2015b] Serpieri, R., Sacco, E., and Alfano, G. (2015b). A thermodynamically consistent derivation of a frictional-damage cohesive-zone model with different mode I and mode II fracture energies. *European Journal of Mechanics, A/Solids*, 49 :13–25.
- [Sharma et al., 2013a] Sharma, R., Deshpande, V. V., Bhagat, A. R., Mahajan, P., and Mittal, R. K. (2013a). X-ray tomographical observations of cracks and voids in 3D carbon/carbon composites. *Carbon*, 60 :335–345.
- [Sharma et al., 2010] Sharma, R., Mahajan, P., and Mittal, R. K. (2010). Image Based Finite Element Analysis of 3D-Orthogonal Carbon-Carbon (C/C) Composite. *Proceedings of the World Congress on Engineering 2010, II* :1597–1601.
- [Sharma et al., 2012] Sharma, R., Mahajan, P., and Mittal, R. K. (2012). Fiber bundle push-out test and image-based finite element simulation for 3D carbon/carbon composites. *Carbon*, 50(8) :2717–2725.
- [Sharma et al., 2013b] Sharma, R., Mahajan, P., and Mittal, R. K. (2013b). Elastic modulus of 3D carbon/carbon composite using image-based finite element simulations and experiments. *Composite Structures*, 98 :69–78.
- [Shewchuk, 2002] Shewchuk, J. R. (2002). Delaunay refinement algorithms for triangular mesh generation. *Computational Geometry : Theory and Applications*, 22 :21–74.
- [Si, 2010] Si, H. (2010). Constrained Delaunay tetrahedral mesh generation and refinement. *Finite Elements in Analysis and Design*, 46(1-2) :33–46.
- [Simos, 2011] Simos, N. (2011). Composite Materials under Extreme Radiation and Temperature Environments of the Next Generation Nuclear Reactors. In Cuppoletti, J., editor, *Metal, Ceramic and Polymeric Composites for Various Uses*, chapter 28. InTech, first edit edition.
- [Soga et al., 2001] Soga, K., Bowman, E. T., and Drummond, W. (2001). Particle shape characterisation using Fourier descriptor analysis. *Géotechnique*, 51(6) :545–554.
- [Tallaron, 1996] Tallaron, C. (1996). *Comportement thermomécanique en présence ou non d'une entaille, sous régimes statique et dynamique, d'un composite multidirectionnel carbone-carbone*. PhD thesis, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon (INSA).
- [Toray, 2012] Toray (2012). M40 Commercial Documentation. Technical report, Toray.
- [Trefilov, 1994] Trefilov, V. I. (1994). *Ceramic- and carbon-matrix composites*. Chapman & Hall, London.

- [Tvergaard and Hutchinson, 1992] Tvergaard, V. and Hutchinson, J. W. (1992). The relation between crack growth resistance and fracture process parameters in elastic-plastic solids. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 40(6) :1377–1397.
- [Valette et al., 2002] Valette, L., Rouby, D., and Tallaron, C. (2002). Analysis of pull-out and failure of unidirectional bundles in a laminated carbon/carbon composite. *Composites Science and Technology*, 62(4) :513–518.
- [Xu et al., 2015] Xu, H., Zhang, L., and Cheng, L. (2015). The yarn size dependence of tensile and in-plane shear properties of three-dimensional needled textile reinforced ceramic matrix composites. *Materials & Design*, 67 :428–435.