



HAL
open science

Initiation, évolution et modélisation de l'endommagement de composites à matrice métallique Fe-TiB₂

Khaoula Dorhmi

► **To cite this version:**

Khaoula Dorhmi. Initiation, évolution et modélisation de l'endommagement de composites à matrice métallique Fe-TiB₂. Génie mécanique [physics.class-ph]. HESAM Université, 2020. Français. NNT : 2020HESAE060 . tel-03391517v2

HAL Id: tel-03391517

<https://theses.hal.science/tel-03391517v2>

Submitted on 21 Oct 2021

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

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

ÉCOLE DOCTORALE SCIENCES ET MÉTIERS DE L'INGÉNIEUR
Laboratoire PIMM - Campus de Paris

THÈSE

présentée par : **Khaoula DORHMI**
soutenue le : **15 Décembre 2020**

pour obtenir le grade de : **Docteur d'HESAM Université**

préparée à : **École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers**
Spécialité : **Génie mécanique et matériaux**

Initiation, évolution et modélisation de l'endommagement des composites à matrice métallique Fe-TiB₂

THÈSE DIRIGÉE PAR :
M. JEAN-PIERRE CHEVALIER

ET CO-ENCADRÉE PAR :
M. LÉO MORIN ET MME ZHOUA HADJEM-HAMOUCHE

Jury

Mme Monique GASPERINI	Professeur des Universités	LSPM	Présidente
M. Eric MAIRE	Directeur de Recherche	MATEIS	Rapporteur
M. Vincent MONCHIET	Maître de conférences (HDR)	MSME	Rapporteur
Mme Nathalie GEY	Chargée de recherche	LEM3	Examinatrice
M. Renald BRENNER	Directeur de recherche	∂'Alembert	Examineur
Mme Katell DERRIEN	Maître de conférences	PIMM	Invitée
M. Frédéric BONNET	Expert	ArcelorMittal	Invité

TABLE DES MATIÈRES

1	Contexte industriel	2
2	Contexte scientifique	3
3	Organisation du manuscrit	4
1	Synthèse bibliographique	6
1	Le composite à matrice métallique : Fe–TiB ₂	6
1.1	Composites à matrice métallique à renforts particuliers . . .	6
1.1.1	Bref historique des composites à matrice métallique (CMM)	6
1.1.2	Généralités sur CMMs à renforts particuliers (CMMps)	7
1.1.3	Comportement élastique des CMMps	9
1.1.4	Endommagement ductile des CMMps	11
1.2	Matériau : Fe–TiB ₂	18
1.2.1	Choix du renfort TiB ₂	18
1.2.2	Élaboration et mise en forme du composite Fe–TiB ₂	20
1.2.3	Comportement et endommagement du Fe–TiB ₂	23
2	Détermination des propriétés élastiques des CMMps par méthodes d’homogénéisation	30
2.1	Généralités	30
2.2	Principe de l’homogénéisation	30
2.3	Les bornes des propriétés effectives de matériaux hétérogènes	32
2.4	Homogénéisation par méthodes des champs moyens	32
2.4.1	Les méthodes d’estimation des propriétés effectives	33
2.4.2	Estimation des propriétés mécaniques par méthode de Mori-Tanaka	34
2.5	Homogénéisation par méthode des champs complets	34
2.5.1	Principe de l’homogénéisation numérique par méthode FFT	34

	2.5.2	Applications numériques de la méthode FFT	36
2.6		Reconstruction d'une microstructure par méthode de généra- tion aléatoire	37
	2.6.1	Principe	37
	2.6.2	Méthodes de génération aléatoire de microstructures	38
	2.6.3	Représentativité des microstructures générées aléa- toirement	39
3		Modélisation de l'endommagement ductile	41
	3.1	Généralités sur l'endommagement ductile des métaux	41
	3.2	Modèles d'endommagement ductiles micromécaniques	42
		3.2.1 Croissance des cavités	43
		3.2.2 Nucléation des cavités	46
		3.2.3 Coalescence des cavités	46
	3.3	Relation entre baisse de rigidité et endommagement des CMMps	47
		3.3.1 Intérêt de la prédiction de baisse de rigidité des CMMps	47
		3.3.2 Synthèse des travaux ayant mesuré et/ou estimé la baisse de rigidité des CMMps	48
2		Les composites Fe–TiB₂ LAC et LAF	54
1		Matériaux de l'étude : les composites Fe–TiB ₂	54
2		Caractérisation microstructurale des composites Fe–TiB ₂	56
	2.1	Techniques de caractérisation microstructurale	56
	2.2	Microstructures des matériaux	59
	2.3	Textures cristallographiques des matériaux	62
3		Analyse et reconstruction des microstructures des composites Fe–TiB ₂	65
	3.1	Analyse quantitative des paramètres morphologiques des par- ticules TiB ₂	65
	3.2	Reconstruction des microstructures représentatives du Fe–TiB ₂	69
		3.2.1 Méthodologie	69
		3.2.2 Choix du volume élémentaire représentatif (VER) . .	70
4		Caractérisation du comportement élastique du composite Fe–TiB ₂ . .	71
	4.1	Détermination expérimentale des modules élastiques des com- posites Fe–TiB ₂	71
		4.1.1 Techniques expérimentales et méthodologie	71
		4.1.2 Mesures expérimentales des modules élastiques . . .	73
	4.2	Détermination analytique et numérique des propriétés effec- tives des composites Fe–TiB ₂	75
		4.2.1 Description des simulations numériques	75
		4.2.2 Validation du choix du VER	75
		4.2.3 Résultats numériques et analytiques	77
		4.2.4 Discussion	80
5		Expérimentations numériques	81
	5.1	Effet de la fraction volumique des particules	81
	5.2	Effet du facteur de forme des particules	83
	5.3	Effet de l'orientation des particules	84
6		Conclusion	91

3	Endommagement du composite Fe-TiB₂-LAC : étude expérimentale	92
1	Méthodologie et techniques expérimentales	92
1.1	Essais de flexion <i>in-situ</i> MEB	93
1.2	Essais de traction macroscopique et suivi d'endommagement	94
1.2.1	Suivi d'endommagement par émission acoustique au cours d'essais de traction simples	95
1.2.2	Suivi d'endommagement par observations microscopiques au cours d'essais de traction interrompus	96
1.2.3	Mesure de la baisse du module d'Young au cours des essais de charge/décharge	96
1.2.4	Essais de traction simple sur éprouvettes entaillées	97
2	Détermination des mécanismes d'endommagement du composite Fe-TiB ₂	99
3	Suivi de l'endommagement du composite Fe-TiB ₂ en surface et dans le volume	103
3.1	Essais de traction interrompus et suivi de l'endommagement en surface par observations MEB	103
3.2	Essais de traction simples et suivi de l'endommagement dans le volume par émission acoustique	106
3.3	Faciès de rupture des éprouvettes de traction simple	108
4	Quantification de l'endommagement du composite Fe-TiB ₂ laminé à chaud	109
4.1	Détermination du nombre de particules rompues au cours du chargement	109
4.2	Mesure de la baisse du module d'Young au cours des essais de traction de charge/décharge	110
5	Essais de traction simple sur éprouvettes entaillées	112
6	Discussion et conclusion	114
6.1	Discussion	114
6.2	Conclusion	117
4	Endommagement du composite Fe-TiB₂ LAC : étude numérique	118
1	Modèle d'endommagement destiné à la prédiction de la baisse de rigidité des CMMps homogénéisés	118
1.1	Généralités	119
1.2	Homogénéisation des propriétés du CMMp à trois phases	119
1.3	Endommagement du matériau homogénéisé	122
1.3.1	Homogénéisation des propriétés plastiques	122
1.3.2	Évolution de l'écrouissage	124
1.3.3	Nucléation des cavités	124
1.3.4	Évolution de la microstructure	126
2	Implémentation numérique du modèle	128
2.1	Généralités	128
2.2	Problème de projection locale	129
2.3	Algorithme de projection	130

2.4	Actualisation des propriétés effectives du composite	132
2.5	Développement d'une routine UMAT	132
3	Application du modèle : Prédiction de la baisse de rigidité lors de la déformation plastique d'une cellule élémentaire	133
3.1	Généralités	133
3.2	Étude de cas : Al-SiC _p	135
3.3	Étude de cas : Fonte à graphite sphéroïdal	139
3.4	Étude de cas : Fe-TiB ₂	140
4	Limites du modèle : pistes d'amélioration	144
5	Conclusion Générale	146

TABLE DES FIGURES

1	Amélioration de la rigidité spécifique de CMMs renforcés avec différents (a) carbures et (b) borures [Bonnet et al., 2014].	3
1.1	Comportement d'un Al-Cu-Mg (2080) renforcé avec différentes fractions volumiques de particules SiCp qui ont la même taille (5 μm) [Chawla and Shen, 2001].	8
1.2	Mécanismes d'endommagement dans les composites à matrice métallique : (a) configuration initiale avec particules saines et cavités initiales, (b) configuration endommagée avec nucléation de cavités par décohé- sion d'interface, (c) configuration endommagée avec nucléation de cavités par fissuration des particules, (d) configuration endommagée avec nucléation de cavités dans la matrice. [Dorhmi et al., 2020].	11
1.3	Coupes issues d'observations par microtomographie X de l'évolution de l'endommagement, en fonction de la déformation, de deux composites Al-ZrO ₂ /SiO ₂ , dont un a une matrice en aluminium pur et l'autre en alliage d'aluminium plus dur [Mortensen and Llorca, 2010].	13
1.4	Effet du diamètre des particules sur la contrainte et la déformation à rupture du composites Al-SiC [Derrien et al., 1999].	15
1.5	Effet de la distance interparticulaire (degré d'hétérogénéité = COV _d) sur la déformation initiale d'endommagement en fonction de la défor- mation d'incubation pour le composite Fe-TiB ₂ [Wang et al., 2018].	16
1.6	Séquence de propagation de la fissure à différents chargements (la charge diminue avec la propagation de la fissure) : 80N, 70N et 60N. Les flèches blanches épaisses indiquent la direction de propagation [Hadjem-Hamouche et al., 2012].	17
1.7	Observations microscopiques de (a) Rupture de particules dans un composite Al-Al ₂ O ₃ et (b) Cavitation de la matrice dans le composite Al-B ₄ C [Kouzeli et al., 2001b].	18
1.8	Structure cristalline du TiB ₂ [Friedrich et al., 2011].	19

1.9	Comparaison du potentiel d'allègement de différents composites acier/carbure et acier/borure (chaque point correspond à une augmentation de la fraction volumique de renforts de 5%) [Bonnet et al., 2014].	20
1.10	Schéma de principe de la métallurgie des poudres [Waters et al., 2018].	21
1.11	Interface entre le fer et le TiB_2 . Plan d'interface parallèle au plan (01-10) [Cha et al., 2012].	22
1.12	Diagramme de phase simplifié de Fe– TiB_2 [Shurin et al., 1977].	23
1.13	Microstructure du composite Fe– TiB_2 . Distinction des particules TiB_2 primaires et eutectiques dans la matrice acier [Hadjem-Hamouche et al., 2018].	24
1.14	Courbes de traction issues d'essais de traction <i>in-situ</i> MEB combinés à de l'émission acoustique (EA) en trait discontinu [Hadjem-Hamouche et al., 2018].	25
1.15	Schéma du dispositif de l'essai de cisaillement simple [Bouvier et al., 2006], utilisé dans l'étude de [Dammak et al., 2014].	25
1.16	Observation d'une zone de l'éprouvette au cours d'un essai de flexion <i>in-situ</i> MEB à 80% de la charge maximale. Les flèches noires et les flèches discontinues blanches indiquent les particules primaires et eutectiques fissurées, les flèches blanches épaisses indiquent la déformation plastique dans la matrice, et la flèche noire discontinue indique un seul cas seulement de décohésion à l'interface particule/matrice. [Hadjem-Hamouche et al., 2012].	26
1.17	Courbes de contrainte-déformation issues d'essais de cisaillement des composites Fe– TiB_2 L (gros grains) et S (petits grains) [Gaspérini et al., 2017].	27
1.18	La contrainte à rupture des particules TiB_2 , déterminée numériquement, en fonction de leur taille [Gaspérini et al., 2017].	28
1.19	Distribution de la fraction surfacique des fissures des particules rompues en fonction de leurs tailles entre 3% et 27% de déformation équivalente au cours d'un essai de cisaillement [Gaspérini et al., 2017].	28
1.20	Observation d'une zone de l'éprouvette au cours d'un essai de traction <i>in-situ</i> MEB (a) après avoir atteint une contrainte de 545 MPa. Aucune décohésion aux interfaces particules/matrice n'est observée [Hadjem-Hamouche et al., 2018].	29
1.21	Schéma du principe de l'homogénéisation d'un matériau hétérogène par approche micromécanique du comportement élastique effectif. . .	31
1.22	Exemples de générations de VERs en utilisant l'algorithme de dynamique moléculaire (a) en 2D par [Lubachevsky and Stillinger, 1990] et (b) en 3D par [Salnikov et al., 2015].	39
1.23	Comparaison du temps de génération aléatoire pour les méthodes RSA et MD [Salnikov et al., 2015].	40
1.24	Exemple de coalescence : plusieurs cavités se connectent progressivement ensemble via un processus de coalescence [Lhuissier et al., 2013].	47

1.25	Modules d'Young mesurés expérimentalement des composites Al-Al ₂ O ₃ (—) laminé à chaud (LAC) (- - -) laminé à froid (LAF) dans les directions longitudinales (L) et transversale (T) : (∇) LAF - T, (○) LAF - L, (▼) LAC - T, (●) LAC - L [Lee and Subramanian, 1994].	49
1.26	Microstructure de la fonte GS de l'étude [Murakami et al., 1998].	50
1.27	Courbe contraintes-déformations vraies de la fonte GS de l'étude [Murakami et al., 1998].	50
1.28	Baisse de rigidité de la fonte GS lors du chargement [Murakami et al., 1998]. (a) Baisse du module d'Young et (b) Baisse du coefficient de Poisson.	51
1.29	(a) Courbe contraintes-déformations macroscopiques du composite Al-SiC _p (b) Baisse de module d'Young au cours du chargement du composite Al-SiC _p [Derrien et al., 1999].	52
1.30	Taux de croissance des micro-cavités à proximité d'une particule rompue. [Derrien et al., 1999].	53
2.1	Cycle thermique de recristallisation appliqué aux échantillons laminés à froid.	55
2.2	Principe de l'EBSD et diagramme de Kikuchi [Geoscience Montpellier, 2015].	58
2.3	Méthode de la double-pesée : (a) mesure de la masse dans l'air et (b) dans l'eau (b).	59
2.4	Observations microscopiques du composite Fe-TiB ₂ (les particules TiB ₂ apparaissent en noir et la matrice en gris clair) : (a) microstructure du LAC dans le plan longitudinal, (b) microstructure du LAC dans le plan transversal, (c) microstructure du LAF dans le plan longitudinal et (d) microstructure du LAF dans le plan transversal. (e) Schéma des plans d'observation : le plan longitudinal correspond au plan ((RD, TD)) et transversal au plan ((TD, ND)).	60
2.5	(a) Détails de la microstructure du composite LAF. Les particules rompues sont indiquées par des flèches noires et les particules désorientées par des flèches blanches, (b) Exemple d'une particule fissurée dans le composite LAF.	61
2.6	Cartographies d'orientations des grains de la ferrite dans le plan (RD, TD) selon la direction de laminage des composites Fe-TiB ₂ (a) LAF et (b) LAC (les particules TiB ₂ sont en noir). Figures de pôles {100}, {110} et {111} dans les plans (RD, TD) (c) LAF et (d) LAC.	62
2.7	Distribution de tailles des grains des composites Fe-TiB ₂ (a) LAF et (b) LAC.	63
2.8	(a) Cartographie d'orientations des particules TiB ₂ , (b) figures de pôles {0001}, {1120} et {1010} obtenues par EBSD dans le plan (RD, TD).	64
2.9	(a) Détail de la cartographie d'orientations des particules TiB ₂ de la figure 2.8. Évolution de la désorientation cumulée à l'intérieur de la particule TiB ₂ (b) monocristalline num. 1 (c) polycristalline num. 2 et (d) polycristalline num. 3.	64
2.10	Illustration de la méthode de détection du vide (fissures dans ce cas), en utilisant un seuillage de niveaux de gris.	65

2.11	Illustration des étapes d'analyse d'image MEB pour la caractérisation d'une microstructure saine. (a) Image initiale, (b) binarisation et (c) distinction de chaque particule pour mesurer tous les paramètres qui y sont associés : longueur, largeur, élancement, surface etc.	66
2.12	Résultat de l'analyse d'images MEB du composite Fe-TiB ₂ LAC. Répartition des particules (a) selon leur élancement dans le sens du laminage ((RD, TD)) et (b) selon leurs diamètres dans le sens perpendiculaire à la direction du laminage ((TD, ND)).	67
2.13	Exemples de microstructures reconstruites du composite Fe-TiB ₂ (taille du VER = 512 ³ voxels). (a) composite LAC et (b) composite LAF.	70
2.14	(a) Dispositif expérimental : montage d'un essai de traction monotone sur éprouvette lisse et les géométries des éprouvettes lisses destinées aux essais de traction monotone (b) LAC et (c) LAF.	72
2.15	Génération aléatoire de sphères.	79
2.16	Évolution des modules d'Young des composites Fe-TiB ₂ laminés à chaud et à froid, dans deux directions (RD et TD) en fonction de la fraction volumique des particules, obtenues par calcul numérique basé sur la méthode FFT.	82
2.17	Distance à l'isotropie (Log-euclidienne) pour les composites Fe-TiB ₂ laminés à chaud et à froid en fonction de la fraction volumique des particules.	83
2.18	Évolution des deux modules élastiques E_{TD} et E_{RD} du composite Fe-TiB ₂ LAC en fonction de l'élancement de ses renforts.	84
2.19	Microstructures générées aléatoirement d'une fraction volumique de 10% de particules ellipsoïdales dont l'élancement est égal à (a) $el = 1$, (b) $el = 3$, (c) $el = 6$ et (d) $el = 9$	85
2.20	Schéma des désorientations d'une particule de 0 à 90°.	85
2.21	Évolution du ratio E_{RD}/E_{TD1} d'une matrice ferritique renforcée avec une fraction volumique de 10% de particules TiB ₂ en fonction de leur désorientation.	86
2.22	Évolution des modules d'Young d'une matrice ferritique renforcée avec une fraction volumique de 10% de particules TiB ₂ en fonction de leurs élancements, (a) E_{RD} et (b) E_{TD1}	86
2.23	Reconstruction de la microstructure du composite Fe-TiB ₂ LAC et LAF avec un tiers de particules dont l'élancement est égal à $el = 6$ sont inclinées de : (a) et (b) 30°, (c) et (d) 45° et (e) et (f) 60°, par rapport à la direction de laminage. (a), (c), (e) Fe-TiB ₂ LAC, (b), (d) et (f) Fe-TiB ₂ LAF.	88
2.24	Évolution des modules d'Young normalisés des composites Fe-TiB ₂ LAC et LAF contenant 10% de particules (dont l'élancement est égal à $el = 6$) désorientées de 0°, 30°, 45° et 60° : (a) E_{RD}/E_{RD_0} , (b) E_{TD1}/E_{TD1_0} et (c) le ratio $E_{RD} E_{TD1_0}/E_{RD_0} E_{TD1}$	90

3.1	(a) Montage du dispositif expérimental d'un essai de flexion <i>in-situ</i> MEB et (b) schéma de l'état de contrainte dans l'éprouvette sollicitée loin de l'entaille.	94
3.2	(a) Machine de traction Instron avec extensomètre et capteurs d'émission acoustique et (b) une éprouvette entaillée sollicitée sur une machine de traction MTS et filmée avec une caméra noir et blanc.	95
3.3	Dispositif expérimental d'émission acoustique destiné au suivi de l'endommagement au cours d'un essai de traction.	96
3.4	Triaxialité $T = \Sigma_m / \Sigma_{eq}$ des contraintes calculée par EF en fonction des rayons d'entailles : (a) Rayon $R = 4\text{mm}$, (b) Rayon $R = 0.5\text{mm}$, (c) Entaille triangulaire dont l'ouverture est égale à $Ouv = 2\text{mm}$	98
3.5	Géométries des éprouvettes : (a) lisse, (b) entaillée au rayons d'entailles $R=4\text{mm}$, (c) entaillée au rayons d'entailles $R=0.5\text{mm}$, (d) entaillée aux entailles triangulaires T.	98
3.6	Schéma qui illustre les deux sens longitudinal (RD) et travers (TD) de prélèvement des éprouvettes de tractions dans les plaques du composite Fe-TiB ₂ laminé à chaud.	99
3.7	(a) Courbe force/déflexion associée à l'essai de flexion dans le sens RD et TD. Rupture des particules perpendiculairement à l'axe de chargement lors des essais de flexion trois points <i>in-situ</i> MEB (b) dans le sens RD à la force 280N et (c) dans le sens TD à la force 230N. Les particules rompues sont entourées sur les images (b) et (c).	100
3.8	(a) Une particule TiB ₂ doublement fissurée, (b) une particule TiB ₂ multifissurée et (c) une particule TiB ₂ fissurée dans le sens longitudinal au cours des essais de flexion trois points <i>in-situ</i> MEB.	100
3.9	Illustration des étapes de la propagation de la fissure macroscopique en passant par des particules rompues. (a) Particules rompues entourées par des cercles rouge et jaune et initiation de la fissure macroscopique, (b) propagation de la fissure passant par la fissure entourée en rouge et (c) propagation de la fissure avec les deux parties de la particule rompue entourées en jaune.	101
3.10	Décohésion au niveau de l'interface matrice/renfort, à l'extrémité de la particule, juste avant la rupture de l'éprouvette en flexion trois points.	102
3.11	Séquences de l'évolution de l'endommagement de deux zones dans une éprouvette de traction en composite Fe-TiB ₂ LAC, sollicité dans le sens RD. Zone 1 : (a) État initial, avant chargement (particules saines), (b) initiation de l'endommagement : rupture des particules après 2% de déformation plastique résiduelle et (c) croissance des cavités apparues suite à la rupture des particules, après 14.3% de déformation. Zone 2 : (d) État à 2% de déformation plastique résiduelle, (e) croissance de la cavité issue de la rupture de la particule après 5% de déformation plastique résiduelle et (f) la croissance des cavités continue et apparition d'une décohésion à une extrémité de l'interface particule/matrice (flèche noire), après 14.3% de déformation plastique résiduelle.	104

3.12	Séquences de l'évolution de l'endommagement d'une zone dans le composite Fe-TiB ₂ LAC sollicité dans le sens RD. (a) Localisation de la zone suivie à l'état initial, (b) initiation de l'endommagement : nucléation de fissures à 2% de déformation plastique résiduelle, (c) nucléation de nouvelles fissures et croissance des vides existants après 3.3% de déformation plastique résiduelle, (d) croissance des cavités après 5.4% de déformation plastique résiduelle et (e) coalescence des cavités après 14.3% de déformation plastique résiduelle.	105
3.13	Illustration de la coalescence de vide entre deux états de chargement qui correspondent à (a) 5.4% et (b) 14.3% de déformations plastiques résiduelles. (c) Zoom de la zone encadrée sur l'image (a).	106
3.14	Évolution de la contrainte et du cumul du nombre d'évènements acoustiques en fonction de la déformation lors d'un essai de traction du composite Fe-TiB ₂ LAC sollicité dans la direction RD.	107
3.15	Faciès de rupture d'éprouvette de traction sollicitée dans le sens TD, observé au MEB.	108
3.16	Faciès de rupture d'éprouvettes de traction sollicitées (a) dans le sens RD et (b) dans le sens TD, observés au MEB.	109
3.17	Fraction numérique des particules rompues en surface au cours des essais de traction interrompus.	110
3.18	Courbes contraintes-déformations obtenues suites aux essais de charge/décharge des éprouvettes de Fe-TiB ₂ laminé à chaud (a) dans le sens longitudinal et (b) dans le sens travers.	111
3.19	Baisse du module élastique (normalisé par rapport au module d'Young initial) du composite Fe-TiB ₂ LAC dans les deux sens RD et TD.	111
3.20	Éprouvettes entaillées sollicitées en traction monotone : avant et après rupture. (a) rayon d'entaille $R = 4$ mm, (b) d'entaille $R = 0.5$ mm et (c) entaille triangulaire dont l'ouverture est de 2 mm.	112
3.21	(a) Courbes de la force en fonction du déplacement de la traverse et (b) courbes de la force en fonction de la déformation associée à l'ouverture d'entaille pour chaque éprouvette entaillée.	114
3.22	Microstructures du composite Fe-TiB ₂ (a) de cette étude et (b) de l'ancienne coulée.	115
3.23	Évolution de la contrainte et du cumul du nombre évènements acoustiques en fonction de la déformation lors d'un essai de traction du composite Fe-TiB ₂ (a) de cette étude et (b) de l'ancienne coulée [Hadjem-Hamouche et al., 2018].	116
4.1	Cellule élémentaire considérée par [Gurson, 1977] pour un comportement plastique.	123
4.2	Comparaison entre les résultats expérimentaux et les prédictions du modèle pour le composite AlSiC _p avec 15%-SiC _p : (a) courbe contrainte-déformation (b) baisse de rigidité.	137
4.3	Comparaison entre les résultats expérimentaux et les prédictions du modèle pour le composite AlSiC _p avec 20%-SiC _p : (a) courbe contrainte-déformation (b) baisse de rigidité.	137

4.4 Comparaison entre les résultats expérimentaux et les prédictions du modèle pour la fonte GS : (a) courbe contrainte-déformation (b) baisse de rigidité. 140

4.5 Comparaison entre les résultats expérimentaux et les prédictions du modèle pour la première génération du composite Fe-TiB₂ : (a) courbe contrainte-déformation (b) baisse de rigidité. 142

4.6 Comparaison entre les résultats expérimentaux et les prédictions du modèle pour le composite Fe-TiB₂ de cette étude : (a) courbe contrainte-déformation (b) baisse de rigidité. 143

LISTE DES TABLEAUX

1.1	Une sélection de CMMps disponibles actuellement sur le marché ou en cours de développements.	8
1.2	Propriétés élastiques de quelques CMMs dans la littérature.	10
1.3	La composition chimique du composite Fe-TiB ₂ [Dammak, 2014].	22
2.1	La composition chimique du composite Fe-TiB ₂	56
2.2	Classification des 5 groupes (G1, G2, G3, G4 and G5) de particules du composite LAC.	68
2.3	Classification des 5 groupes (G1, G2, G3, G4 and G5) de particules et fissures du composite LAF.	69
2.4	Temps CPU nécessaire pour la génération de microstructure par la méthode RSA, nombre des particules générées et erreur relative sur la fraction volumique des particules générées pour le composite Fe-TiB ₂ laminé à chaud et à froid, pour les trois résolutions.	71
2.5	Mesures des modules élastiques du composite Fe-TiB ₂ LAF dans les deux directions : RD et TD.	74
2.6	Mesures des modules élastiques du composite Fe-TiB ₂ LAC dans les deux directions : RD et TD.	74
2.7	Les temps CPU nécessaires aux calculs des propriétés élastiques des composites Fe-TiB ₂ laminés à chaud et à froid, par calcul numérique basé sur la méthode FFT, pour trois résolutions de VER.	76
2.8	Valeurs moyennes des coefficients non nuls du tenseur de rigidité du composite Fe-TiB ₂ LAC, obtenus après les calculs FFT.	77
2.9	Les modules d'Young du composite Fe-TiB ₂ LAC, dans les deux directions (RD and TD), calculés par la méthode FFT et comparés à ceux obtenus par homogénéisation analytique par la méthode de Mori-Tanaka et la distance Log-Euclidienne à l'isotropie du tenseur de rigidité.	78

2.10	Valeurs moyennes des coefficients non nuls du tenseur de rigidité du composite Fe–TiB ₂ LAF, obtenus après les calculs FFT.	78
2.11	Les modules d’Young du composite Fe–TiB ₂ LAF, dans les deux directions (RD and TD), calculés par la méthode FFT et comparés à ceux obtenus par homogénéisation analytique par la méthode de Mori-Tanaka et la distance Log-Euclidienne à l’isotropie du tenseur de rigidité.	79
3.1	Les valeurs triaxialités associées aux géométries des entailles des éprouvettes de traction.	113
4.1	Paramètres considérés pour l’étude de cas du composite Al-15%SiC _p	136
4.2	Paramètres considérés pour l’étude de cas du composite Al-20%SiC _p	136
4.3	Paramètres considérés pour l’étude de cas de la fonte GS [Murakami et al., 1998].	139
4.4	Paramètres considérés pour l’étude de cas de la première génération du composite Fe–TiB ₂ [Hadjem-Hamouche et al., 2018].	141
4.5	Paramètres considérés pour l’étude de cas du composite Fe–TiB ₂ LAC de cette étude	143

INTRODUCTION GÉNÉRALE

1 Contexte industriel

Dans le contexte du transport, l'allègement des véhicules est une priorité permettant d'atteindre une meilleure efficacité énergétique et donc contribuer à réduire les émissions de CO₂ ou d'augmenter l'autonomie des véhicules électriques.

Jusqu'à présent, la réduction du poids des structures automobiles a souvent été obtenue en diminuant les épaisseurs des composants industriels grâce à l'utilisation d'aciers à très haute résistance tels que les aciers DP (double phase) et TRIP (plasticité induite par transformation). Des limites géométriques (au niveau des épaisseurs) ont cependant été atteintes pour certaines applications (comme le châssis et les suspensions) [Bonnet et al., 2014]. Cette stratégie ne peut être appliquée à l'ensemble des pièces automobiles et notamment les pièces dimensionnées en rigidité. Le développement d'aciers à rigidité spécifique améliorée devient une voie de développement de plus en plus pertinente pour progresser dans la réduction de poids des structures et de compenser les pertes de rigidité liées aux réductions d'épaisseur.

Dans ce contexte d'amélioration de la rigidité spécifique des aciers, les composites à matrice métallique, et particulièrement les composites à matrice métallique à renforts particuliers sont prometteurs. L'utilisation de renforts céramiques semble très adaptée compte tenu de leur rigidité importante et de leur faible masse volumique. Les propriétés mécaniques finales vont dépendre de nombreux paramètres liés au type de renforts, au procédé de fabrication, aux microstructures de la matrice, etc.

D'un point de vue industriel, l'enjeu est de pouvoir fabriquer à grande échelle ces matériaux aux propriétés améliorées et de garantir ces propriétés après des opérations de mise en forme (tel que l'emboutissage).

ArcelorMittal a ainsi intégré ces différents paramètres dans la sélection des renforts et le choix du procédé de fabrication adapté. Ils ont constaté que les renforts en carbure et borure étaient très intéressants pour améliorer la “rigidité spécifique” de l’acier. Les gains sont indiqués sur la figure 1 pour différents critères de performance E^n/ρ et comparés à un acier avec un module d’Young (E) égal à 210 GPa et une densité (ρ) égale à 7.8 gcm^{-3} .

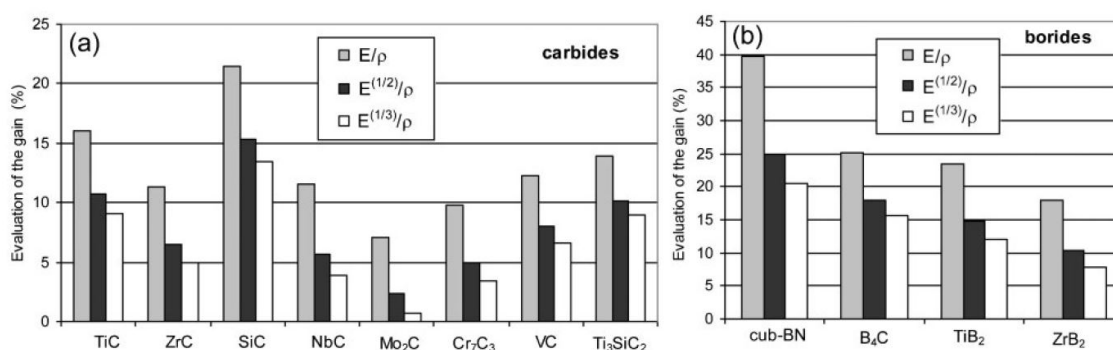


FIGURE 1 – Amélioration de la rigidité spécifique de CMMs renforcés avec différents (a) carbures et (b) borures [Bonnet et al., 2014].

Le choix d’ArcelorMittal s’est orienté vers les composites Fe–TiB₂ car ils peuvent être obtenus par solidification eutectique qui permet une production à grande échelle. Ainsi, ce composite apparait comme un candidat idéal pour des applications dans l’industrie automobile. Cependant ce matériau est assez récent, si bien que ses mécanismes d’endommagement ne sont pas encore pleinement compris, notamment lorsqu’il est déformé plastiquement lors de procédés de mise en forme. La rupture prématurée des renforts céramiques peut entraîner une baisse du module effectif.

La problématique de cette thèse est donc de comprendre et modéliser l’endommagement dans le Fe–TiB₂ afin d’étudier sa baisse de rigidité après déformation plastique.

2 Contexte scientifique

Les composites à matrice métallique à renforts particuliers céramiques Fe–TiB₂ destinés à la fabrication de pièces dont la rigidité est le critère principal de dimensionnement, sont au cœur de cette étude. Plusieurs propriétés mécaniques comme la rigidité spécifique sont améliorées par la présence de particules type céramique. Cependant, en raison du caractère fragile des céramiques, ces particules sont susceptibles de se rompre sous chargement mécanique [Mortensen and Llorca, 2010] ce qui peut diminuer leurs propriétés améliorées. Ainsi, outre la bonne maîtrise de leur propriétés élastiques initiales, l’évolution de leurs propriétés au cours d’un chargement mécanique nous intéresse dans cette étude.

D’un point de vue expérimental, de nombreuses études ont mis en évidence l’endommagement fragile dans les composites à matrice métallique. Suivant la nature des

renforts, différents mécanismes d'endommagement ont été observés comme la décohésion matrice/particule [Babout et al., 2001, Babout et al., 2004], la fissuration des particules [Maire et al., 2007, Dammak et al., 2014, Hadjem-Hamouche et al., 2018], et/ou la nucléation de cavités dans la matrice [Brechet et al., 1991]. Ces mécanismes dépendent de nombreux facteurs et sont donc propres à chaque composite. Il convient de noter que les cavités ainsi nucléées vont ensuite grossir par écoulement de la matrice ductile pour enfin aboutir à une fissure macroscopique par coalescence des cavités.

La modélisation physique de l'endommagement des composites à matrice métallique est en revanche moins développée en raison du caractère multi-échelles des mécanismes physiques responsable de l'endommagement. En particulier, les modèles micromécaniques les plus avancés de rupture ductile, basés sur l'approche de [Gurson, 1977] ont peu étudié l'effet de l'endommagement ductile sur les propriétés élastiques et donc la prédiction de la baisse de rigidité dans les CMMs.

De nombreux défis scientifiques doivent ainsi être levés afin de permettre d'utiliser les composites Fe-TiB₂. Nous nous intéresserons principalement aux enjeux suivants :

- La mesure expérimentale et le calcul analytique et numérique des propriétés élastiques initiales du composite Fe-TiB₂,
- La compréhension des mécanismes physiques locaux d'endommagement du composite Fe-TiB₂ laminé à chaud,
- La modélisation de la baisse progressive de rigidité des composites à matrice métallique au cours de la déformation,
- La prédiction numérique de la baisse de rigidité dans une pièce industrielle.

3 Organisation du manuscrit

Dans cette thèse, nous tâcherons de répondre à certaines des questions qui viennent d'être soulevées. Le manuscrit de cette thèse sera organisé en trois principales parties sous forme de quatre chapitres :

- Le premier chapitre concerne la synthèse bibliographique des matériaux, outils et méthodes qui seront utilisés dans cette thèse.
- Le deuxième chapitre est consacré à la présentation des matériaux de l'étude : les composites Fe-TiB₂ laminé à chaud et laminé à chaud puis à froid et à la détermination de leurs propriétés effectives. Les modules d'Young parallèlement et perpendiculairement à la direction de laminage sont d'abord déterminés expérimentalement. Ensuite, on s'intéresse à la microstructure des deux composites ; la fraction volumique (des particules et du vide) ainsi que la forme, la taille et la répartition des renforts TiB₂ dans la matrice ferritique seront caractérisées. Une analyse statistique de ces données permettra de reconstruire des microstructures représentatives des matériaux réels. L'objectif

de cette reconstruction étant la détermination des propriétés effectives des deux matériaux par calcul numérique basé sur la méthode de transformée de Fourier rapide [Moulinec and Suquet, 1995]. Cette méthode sera complétée par un calcul analytique en utilisant le schéma d’homogénéisation de Mori-Tanaka [Mori and Tanaka, 1973] pour le composite Fe–TiB₂ laminé à chaud. Finalement, il y aura une confrontation des résultats numériques, analytiques et expérimentaux. On profitera de ces outils de génération aléatoire de microstructures et de calculs numériques par transformée de Fourier rapide pour faire des expérimentations numériques qui permettront d’étudier l’effet de la fraction volumique, élanement et orientation des particules sur les propriétés effectives des composites Fe–TiB₂.

- Le troisième chapitre sera dédié, d’abord, à la détermination et au suivi des mécanismes d’endommagement prépondérants du composites Fe–TiB₂ laminé à chaud. Ensuite, on s’intéressera à la quantification de son endommagement. Pour ce faire, différents essais expérimentaux sont mis en place : (i) des essais de flexion *in-situ* microscope électronique à balayage (MEB) pour déterminer qualitativement le mécanisme d’endommagement prépondérant, (ii) des essais de traction simple couplés à de l’émission acoustique pour suivre l’endommagement en volume, (iii) des essais de traction interrompus avec suivi d’endommagement en surface à l’aide d’observations MEB, (iv) des essais de traction charge/décharge avec mesure du module d’Young à chaque charge pour estimer la baisse du module au cours du chargement et enfin (v) des essais de traction simple sur éprouvettes entaillées pour étudier le comportement du Fe–TiB₂ à différents taux de triaxialité.

- Le quatrième chapitre, qui a fait l’objet d’une publication [Dorhmi et al., 2020], est destiné au développement, à l’implémentation et à l’application d’un modèle d’endommagement destiné à la prédiction de la baisse de rigidité des composites à matrice métallique à renforts particuliers. Il a d’abord été validé sur des résultats de la littérature sur d’autres matériaux [Murakami et al., 1998, Derrien et al., 1999] puis appliqué au matériau de l’étude. Les paramètres du modèle appliqué au matériau de l’étude sont déterminés à l’aide des résultats expérimentaux du troisième chapitre.

CHAPITRE

1

SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

1 Le composite à matrice métallique : Fe–TiB₂

1.1 Composites à matrice métallique à renforts particuliers

1.1.1 Bref historique des composites à matrice métallique (CMM)

Un matériau composite à matrice métallique (CMM) est constitué de deux ou plusieurs matériaux aux propriétés différentes et souvent complémentaires. Il s'agit généralement d'un renfort, choisi principalement pour ses caractéristiques mécaniques élevées (module d'Young, limite d'élasticité, résistance à la traction), noyé au sein d'une matrice métallique, généralement plus ductile. Le rôle de cette dernière est d'assurer la protection et le transfert de charge vers les renforts, permettant ainsi l'obtention d'un matériau aux propriétés améliorées à l'aune de la matrice non renforcée [Chawla, 2012].

Le développement des CMMs a commencé il y a plus de 50 ans. La forte progression des connaissances sur la micromécanique et la métallurgie de ces matériaux hétérogènes a permis le développement de composites peu coûteux et les plus performants possibles. Les bonnes propriétés mécaniques spécifiques (rapportées à la masse volumique) en font des matériaux adaptés pour des pièces de structures dans l'industrie du transport, mais également pour toutes les applications visant l'allègement des pièces de structure [Dermarkar, 1990].

Les propriétés d'un CMM dépendent de celles des phases le constituant, mais également de la distribution des renforts dans la matrice, de leurs interactions et de de la nature de l'interface renforts/matrice. Une interface cohésive augmente la limite

d'élasticité et améliore la rigidité avec un transfert de charge plus efficace entre le renfort et la matrice [Cha et al., 2012, Huang et al., 2015]. Tandis qu'une interface peu cohésive ne supporte que de faibles contraintes avant que la localisation de la déformation ne s'y produise, ce qui réduit considérablement le transfert de charge vers les renforts [Starink and Syngellakis, 1999].

La classe des composites à matrice métallique englobe ainsi différents matériaux qui peuvent être distingués selon :

- leur matrice qui peut être en aluminium, magnésium, titane ou, dans le cadre de cette étude, à base de fer,
- le type et forme des renforts : fibres courtes, whiskers et particules telles que les particules de carbure de silicium (SiC) ou de diborure de titane (TiB₂), alumine etc.
- leur procédés de mise en forme : métallurgie des poudres, rhéomoulage, forgeage liquide [Mortensen and Llorca, 2010], solidification eutectique [Bonnet et al., 2008] etc.

Dans la suite, seuls les CMM à renforts particuliers seront étudié puisqu'ils font l'objet de notre étude.

1.1.2 Généralités sur CMMs à renforts particuliers (CMMps)

Les CMMps présentent un grand intérêt grâce à leurs propriétés ajustables, en variant la quantité, la morphologie et la répartition des particules. L'objectif principal de leur développement est d'améliorer certaines propriétés mécaniques des métaux non renforcés, notamment le module d'Young et la limite d'élasticité (Fig. 1.1) tout en maîtrisant les paramètres qui influencent la mise en œuvre, la mise en forme et les éventuels traitements thermiques qui y sont appliqués. La rigidité spécifique (E/ρ , avec E le module d'Young et ρ la densité) est la propriété qui est recherchée dans cette étude. En effet, l'allègement étant un des objectifs principaux du développement des CMMps, une faible densité a souvent été une particularité souhaitée. Par conséquent, la majorité des études se sont naturellement orientées vers les composites avec des matrices aluminium ou titane alors que les composites avec une matrice acier ont été peu étudiés compte tenu de la densité de l'acier.

Aujourd'hui, les composites à matrice acier renforcée avec des particules céramiques émergent. Ceux disponibles sur le marché, sont principalement élaborés par métallurgie des poudres et sont destinés à des marchés de spécialité (tableau 1.1).

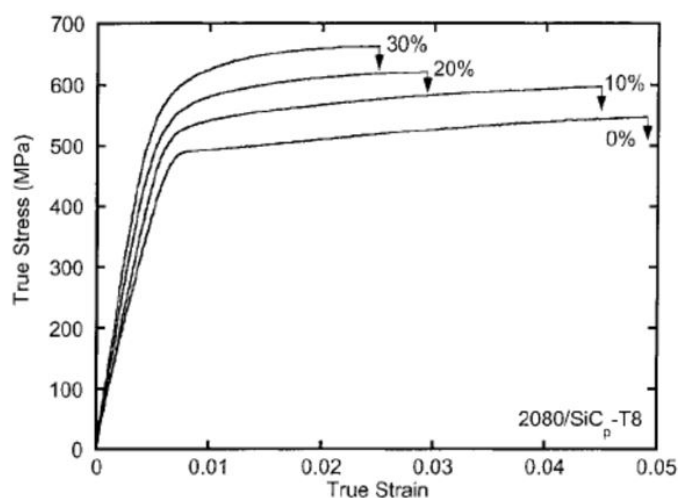


FIGURE 1.1 – Comportement d'un Al-Cu-Mg (2080) renforcé avec différentes fractions volumiques de particules SiCp qui ont la même taille (5 μm) [Chawla and Shen, 2001].

TABLE 1.1 – Une sélection de CMMps disponibles actuellement sur le marché ou en cours de développement.

Matrice	Renfort	%vol. de renforts	Procédé	Nom commercial	Fournisseur
316L	Al ₂ O ₃	30%vol.	Métallurgie des poudres	Ralloy AMMC30	Metso Powdermet Oy
Fe-Cr	TiC	25-45%vol.	Métallurgie des poudres	Ferro-Tic Grade CM-25/CM	Alloy Technology International, Inc
Fe	TiC	25-45%vol.	Métallurgie des poudres	Ferro-Tic Grade CHW-25/45/SK	Alloy Technology International, Inc
Acier faiblement allié	TiC	45%vol.	Métallurgie des poudres	Ferro-Tic Grade C	Alloy Technology International, Inc
Acier maraging	TiC	42%vol.	Métallurgie des poudres	Ferro-Tic Grade PK	Alloy Technology International, Inc
Acier Inoxydable martensitique	TiC	41-45%vol.	Métallurgie des poudres	Ferro-Tic Grade MS-5A/CS-40	Alloy Technology International, Inc
Fe	TiB ₂	15-30%vol.	Métallurgie des poudres	-	Aerospace Metal Composites (UK)
316L	TiB ₂	15-30%vol.	Métallurgie des poudres	-	Aerospace Metal Composites (UK)
Fe	TiB ₂	10%vol.	Coulée continue	-	ArcelorMittal

D'autres procédés tels que la précipitation endogène [Kattamis and Suganuma, 1990,

Wang et al., 2001] ou l'apport exogène des particules ont déjà été testés à l'échelle du laboratoire, mais aucune extrapolation à l'échelle industrielle n'a encore vu le jour. Un nouveau procédé d'élaboration de CMMps qui se base sur la précipitation eutectique des particules, lors de la solidification du matériau, au cours d'une coulée continue a été proposé par ArcelorMittal en 2008 [Bonnet et al., 2008]. Ce procédé semble être très prometteur pour élaborer des CMMps qui pourraient remplacer l'acier dans quelques applications spécifiques.

Pour choisir un CMMp destiné à la fabrication de pièces dont la rigidité est le critère principal de dimensionnement, il faut d'abord commencer par la caractérisation de ses propriétés élastiques.

1.1.3 Comportement élastique des CMMps

L'ajout des renforts particuliers à une matrice métallique engendre principalement l'augmentation de ses propriétés mécaniques spécifiques : E/ρ et R_e/ρ . Ces propriétés dépendent de la matrice choisie et du type, taille, distribution, orientation et fraction volumique des particules ainsi que l'association du couple matrice/renforts et la nature de leur interface.

Les travaux menés sur les CMMps ont montré que l'augmentation de la fraction volumique des renforts (généralement en céramique) entraînait une augmentation de la rigidité du composite et une diminution de son coefficient de Poisson. Plusieurs travaux ont mis en avant la comparaison des modules d'Young des composites à renforts particuliers céramiques à ceux de la matrice, de ces même composites, non renforcée.

Il y a d'abord l'équipe de Mortensen *et al.* qui s'est intéressée, entre autres, au composite Al-Al₂O₃, dont la matrice est en aluminium pur. Ils ont constaté que la rigidité augmentait avec la fraction volumique des renforts. En outre, ils se sont aperçus que la taille des particules avait une influence inverse sur la limite d'élasticité. En effet, dans leur étude, pour le composite (Al + 40% Al₂O₃) par exemple, le diamètre des particules est de 5 µm et le composite a une limite élastique équivalente à (89 MPa), alors que pour le composite (Al + 54% Al₂O₃), le diamètre des particules est de 10 µm et la limite élastique est plus faible (68 MPa) malgré un taux de renforts plus important. D'autre part, ils ont montré que le même type de composite (Al + 44% Al₂O₃) avec un diamètre de particules, beaucoup plus grand (équivalent à 29 µm), la limite élastique est encore plus faible que les précédents (43 MPa) [Kouzeli et al., 2001a].

Ensuite, l'équipe de [Martin et al., 2003] a étudié, comparé et montré qu'un alliage d'aluminium 2124 renforcé avec 17 % de particules SiC_p avait un module d'Young et une limite d'élasticité plus importants que le même alliage non renforcé.

Plus récemment, les composites à matrices aluminium renforcées avec 5, 10 et 20% de particules TiC, produits par métallurgie des poudres ont été étudiés par

[Mohapatra et al., 2016]. Ils ont comparé les modules d'Young ainsi que les limites d'élasticité entre ces différents composites et conclu que pour la même taille de renforts, le module d'Young ainsi que la limite d'élasticité augmentaient avec la fraction volumique des particules TiC.

Trois études ont mis en avant les propriétés élastiques d'aciers renforcés et non renforcés avec les particules en céramique de TiB₂ [Kulikowski et al., 2000, Yang and Sinclair, 2003, Dammak et al., 2014, Hadjem-Hamouche et al., 2018]. Les composites Fe–TiB₂ des études [Kulikowski et al., 2000, Yang and Sinclair, 2003] ont été élaborés par métallurgie des poudres alors que le composite de l'étude [Dammak et al., 2014, Hadjem-Hamouche et al., 2018] a été élaboré par solidification eutectique. Ils ont tous également eu la même conclusion ; le module d'Young et la limite d'élasticité augmentent avec la fraction volumique des particules TiB₂.

Le tableau 1.2 récapitule les valeurs des modules d'Young et limites d'élasticité de ces CMMps. Pour toutes ces études, il y a une augmentation évidente des propriétés élastiques des composites, en comparaison avec la matrice non renforcée, à condition d'avoir les mêmes forme et taille des particules.

TABLE 1.2 – Propriétés élastiques de quelques CMMs dans la littérature.

Matériaux	E (GPa)	Re (MPa)
Al [Kouzeli et al., 2001a]	69	-
Al + 40% Al ₂ O ₃ [Kouzeli et al., 2001a]	132	89
Al + 54% Al ₂ O ₃ [Kouzeli et al., 2001a]	166	68
Al 2124 [Martin et al., 2003]	75	358
Al 2124 + 17% SiC _p [Martin et al., 2003]	99	404
Al [Mohapatra et al., 2016]	70	42
Al + 5% TiC [Mohapatra et al., 2016]	68	107
Al + 10% TiC [Mohapatra et al., 2016]	84	180
Al + 20% TiC [Mohapatra et al., 2016]	88.78	205
Fe 316L [Kulikowski et al., 2000]	211.4	-
Fe 316L + 15% TiB ₂ [Kulikowski et al., 2000]	245.4	-
Fe 316L + 30% TiB ₂ [Kulikowski et al., 2000]	286.4	-
Fe [Yang and Sinclair, 2003]	210	135
Fe + 15% TiB ₂ [Yang and Sinclair, 2003]	245	260
Fe [Hadjem-Hamouche et al., 2018]	206	262
Fe + 13% TiB ₂ [Hadjem-Hamouche et al., 2018]	240	270

Seulement, au delà des propriétés élastiques, la connaissance des mécanismes d'endommagement des CMMps et leur évolution au cours du chargement est une étape tout aussi importante.

1.1.4 Endommagement ductile des CMMps

L'endommagement de CMMps se manifeste sous la forme de différents mécanismes qui suivent globalement trois stades dans le processus de rupture : nucléation, croissance puis coalescence de cavités qui mène à la rupture finale du composite.

La première étape de nucléation des cavités, engendrée par l'endommagement du matériau au cours du chargement, peut provenir de trois sources distinctes qui sont illustrées sur la Figure 1.2 :

- Décohésion au niveau de l'interface entre les renforts (particules primaires) et la matrice,
- Fissuration des particules,
- Nucléation de cavités au sein de la matrice, souvent au niveau des particules de seconde phase.

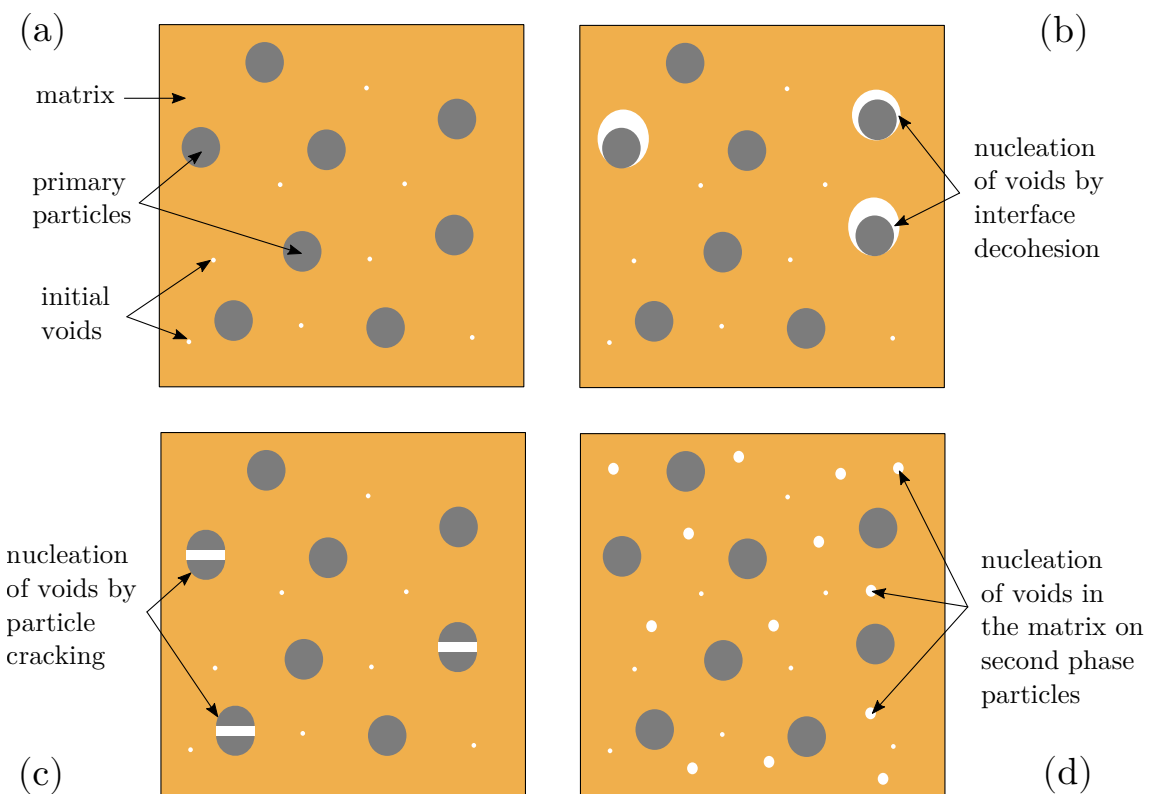


FIGURE 1.2 – Mécanismes d'endommagement dans les composites à matrice métallique : (a) configuration initiale avec particules saines et cavités initiales, (b) configuration endommagée avec nucléation de cavités par décohésion d'interface, (c) configuration endommagée avec nucléation de cavités par fissuration des particules, (d) configuration endommagée avec nucléation de cavités dans la matrice. [Dorhmi et al., 2020].

Ces mécanismes d'endommagement qui se manifestent dans les CMMps dépendent de plusieurs facteurs :

1 - Nature de la matrice

Pour étudier l'effet de la matrice sur l'apparition des différents mécanismes d'endommagement, deux CMMp modèles ont été spécialement produits par métallurgie des poudres dans l'étude de [Babout et al., 2004]. La matrice du premier est en aluminium pur, très ductile et celle du deuxième est en aluminium plus dur (AlCu4Mg1). Elles sont toutes les deux renforcées avec 4% en fraction volumique de particules céramiques sphériques de ZrO_2/SiO_2 . C'est une des premières études à avoir observé l'évolution de l'endommagement de CMMps en 3D, à différents niveaux de déformations au cours d'essais de traction *in-situ* microtomographie X. La Figure 1.3 met en avant deux mécanismes d'endommagement distincts en fonction de la nature de la matrice. Pour l'aluminium pur, c'est principalement la décohésion à l'interface matrice/particules qui règne alors que pour une matrice en alliage d'aluminium plus dur, c'est la rupture de particules qui se manifeste. La différence cruciale entre ces deux mécanismes est que la rupture des particules se produit instantanément dès que la contrainte seuil est atteinte, alors que la décohésion des particules est associée à la plasticité de la matrice et se développe progressivement. Ils ont également montré qu'à mesure que la matrice s'écrouit, le taux de particules fissurées augmente considérablement, avec la déformation plastique.

Dans les deux cas, ils ont réussi à observer les différentes étapes d'initiation, croissance et coalescence de cavités qui sont apparues au cours du chargement [Babout et al., 2001, Mortensen and Llorca, 2010]. Ces cavités peuvent croître lors du chargement puis, atteignant une taille critique à un niveau de charge critique donné (en fonction du matériau), elles coalescent jusqu'à la rupture du matériau.

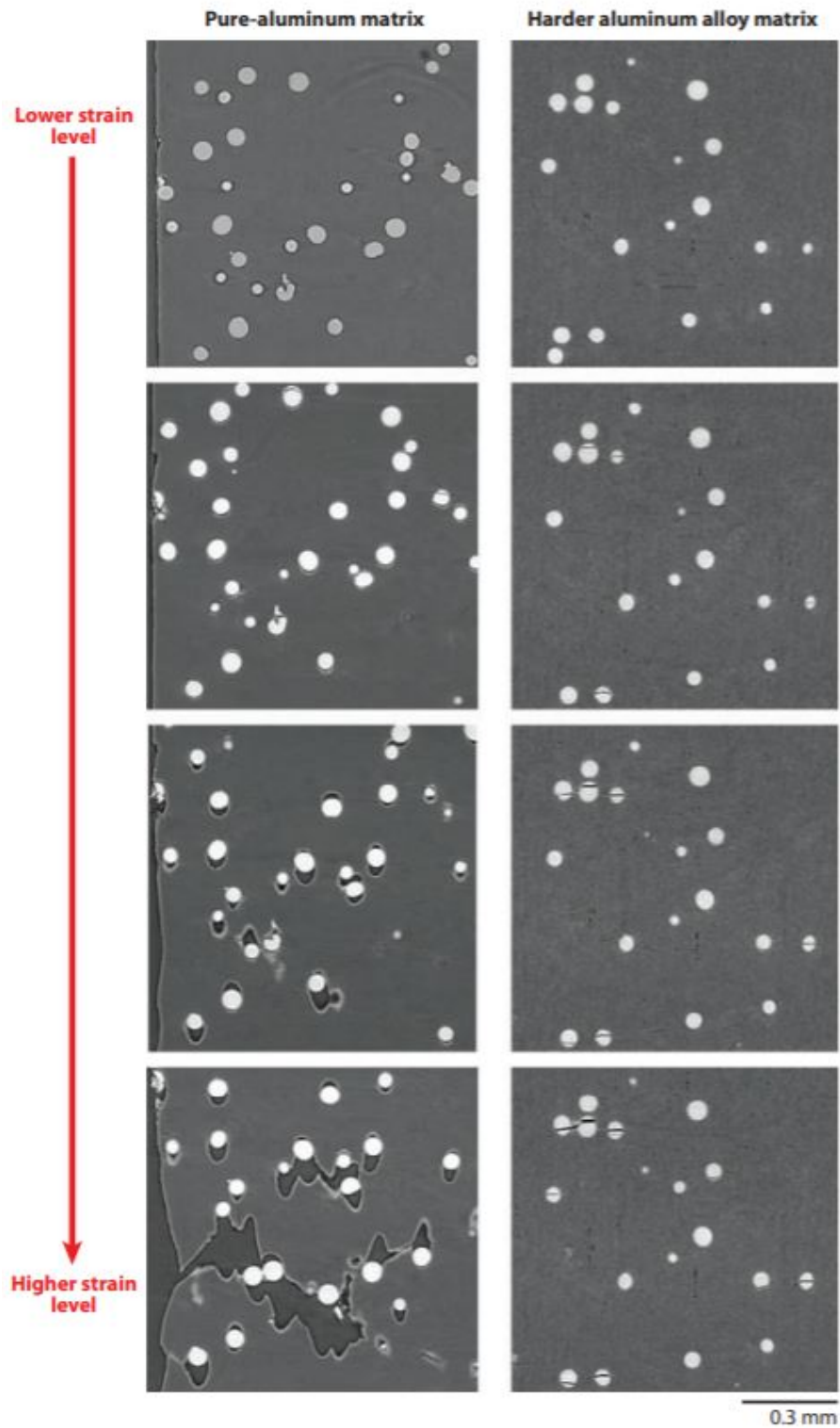


FIGURE 1.3 – Coupes issues d’observations par microtomographie X de l’évolution de l’endommagement, en fonction de la déformation, de deux composites Al-ZrO₂/SiO₂, dont un a une matrice en aluminium pur et l’autre en alliage d’aluminium plus dur [Mortensen and Llorca, 2010].

2 - Nature des renforts et de l'interface matrice/renforts

Le choix du renfort (forme, nature, quantité, . . .) est primordial afin d'obtenir les caractéristiques attendues. Par conséquent, afin de pouvoir choisir le renfort adéquat, il est nécessaire de comprendre comment les renforts interagissent avec la matrice. La matrice est mise sous charge par une contrainte extérieure et l'interface matrice/renfort doit assurer le transfert de charge vers le renfort. Dans ces conditions, il est indispensable que l'interface entre la matrice et les renforts soit également bien cohésive ; le cas échéant, l'interface cède autour des renforts, rendant ceux-ci non seulement non opérationnels mais les transformant également en défauts susceptibles d'affaiblir la tenue de la matrice. L'interface joue donc le rôle d'une fonction de transfert essentielle entre la matrice et le renfort et c'est dans la maîtrise rigoureuse du procédé d'élaboration que réside celle de l'optimisation de l'interface. L'adhérence d'une interface résulte de différents phénomènes notamment la nature des interactions atomiques qui se développent entre les deux matériaux qui jouent un rôle essentiel.

Il existe différents facteurs, liés aux renforts et/ou aux interfaces matrice/renforts qui influencent l'endommagement des CMMps :

Effet de forme

Dans l'étude de [Chen et al., 2000], il a été constaté que les particules SiC à angles vifs ont un effet de renforcement plus important dans les composites à matrice aluminium (Al6061) que les particules sphériques. Ceci est dû au développement de contraintes locales plus élevées à proximité des interfaces matrice/renforts et d'un transfert de charge plus important vers les particules. La morphologie des particules affecte donc de manière significative la charge qu'elles supportent. À l'aide de calculs par éléments finis, ils ont montré que la probabilité de rupture des particules dans les composites Al-15%SiC était plus importante pour des renforts à angles vifs que pour des renforts sphériques [Chen et al., 2000].

Effet de taille

[Derrien et al., 1999] ont montré que pour une fraction volumique de renforts donnée (15% de particules de SiC), la taille des renforts n'influe pas sur la limite d'élasticité, mais sur la contrainte et la déformation à rupture des composites. En effet l'influence de la taille est importante après le seuil de plasticité. La probabilité de rupture des particules (et donc l'endommagement macroscopique) augmente avec leur taille, ce qui contribue à diminuer la rigidité du composite au fur et à mesure de la déformation plastique. Ils ont également remarqué que pour une fraction volumique de renforts donnée, la distance inter-particulaire diminuait avec la taille des particules et favorisait la croissance de cavités dans la matrice entre deux particules fissurées. Ceci conduit à une diminution de la contrainte à rupture et à une légère augmentation de la déformation à rupture quand la taille des particules augmente.

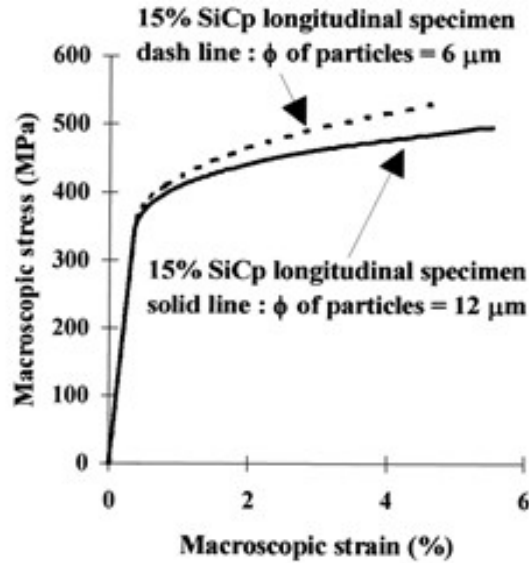


FIGURE 1.4 – Effet du diamètre des particules sur la contrainte et la déformation à rupture du composites Al-SiC [Derrien et al., 1999].

Effet de la distribution

Dans un composite dont les renforts particuliers n'ont pas une distribution homogène mais forment des amas, la matrice est soumise à des niveaux très élevés de contraintes triaxiales en raison de l'écart entre les propriétés élastiques de la matrice et des renforts et des contraintes exercées sur la matrice par les particules avoisinantes très proches les unes des autres [Lloyd, 1991]. Par conséquent, la rupture finale est produite par propagation de fissures à travers la matrice entre les amas de particules [Lewandowski et al., 1989].

L'équipe de D. Raabe a étudié l'effet de la distance interparticulaire, sur l'initiation et l'évolution de l'endommagement du Fe-TiB₂ sous chargement uniaxial [Wang et al., 2018]. Ils ont représenté le degré d'hétérogénéité des particules générées par le paramètre $COV_d = s_d^2/d$ (coefficient de variance de la distance moyenne des particules voisines), avec s_d^2 la variance des distances moyennes entre les particules les plus proches et d est la moyenne des distances entre les particules les plus proches. Comme illustré sur la Figure 1.5, les distributions de particules avec un COV_d inférieur à 0.4 permettent d'atteindre des performances optimales avec des valeurs élevées de la déformation d'endommagement initiale ε_D et de la déformation d'incubation de l'endommagement ε_{Inc} ($\varepsilon_{Inc} = \varepsilon_D - \varepsilon_I$); ε_I est la déformation d'instabilité à laquelle la variable d'endommagement considérée dans cette étude (φ qui varie entre l'état initial non endommagé $\varphi = 1$ et l'état complètement endommagé $\varphi = 0$) atteint une valeur en dessous de 1, ce qui indique que la particule est mécaniquement instable et que la rupture de la particule s'amorce et ε_D est la déformation à laquelle la variable φ atteint 0, c'est -à-dire qu'il y a eu une première particule complètement rompue.

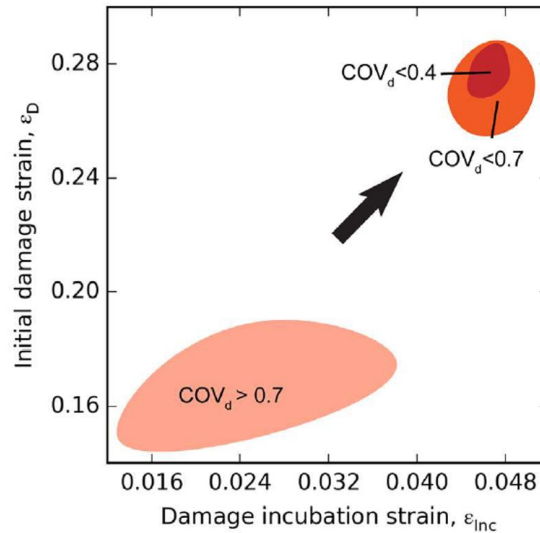


FIGURE 1.5 – Effet de la distance interparticulaire (degré d’hétérogénéité = COV_d) sur la déformation initiale d’endommagement en fonction de la déformation d’incubation pour le composite Fe–TiB₂ [Wang et al., 2018].

Les distributions dont le COV_d est supérieur à 0.7 présentent des valeurs beaucoup plus faibles de ε_D et de ε_{Inc} , ce qui indique une préférence de plus en plus marquée pour la rupture des particules dans les microstructures dont les particules sont fortement groupées dans des amas.

Grâce à des observations expérimentales, [Zhang et al., 2016] ont également montré que les ruptures des particules étaient concentrées dans les régions à forte concentration en particules dans les composites Fe–TiB₂. Dans d’autres composites, tels que les Al–SiC_p des études sur l’effet de la distribution spatiale des particules ont également révélé que la probabilité de rupture des particules augmentait considérablement dans les microstructures dont la distribution des particules était très inhomogène [Lewandowski et al., 1989, Lloyd, 1991].

Dans l’étude de [Mishnaevsky Jr et al., 2004], pour l’Al–SiC, il a également été constaté que la disposition des particules en amas entraînait une probabilité trois fois plus élevée de rupture d’un l’échantillon, qu’une distribution uniforme et aléatoire. Il a aussi été démontré que la contrainte à rupture des composites augmentait avec l’augmentation de la distance moyenne des particules les plus proches et avec une diminution du degré de regroupement en amas des particules [Mishnaevsky Jr et al., 2004].

Effet de l'interface matrice/renforts

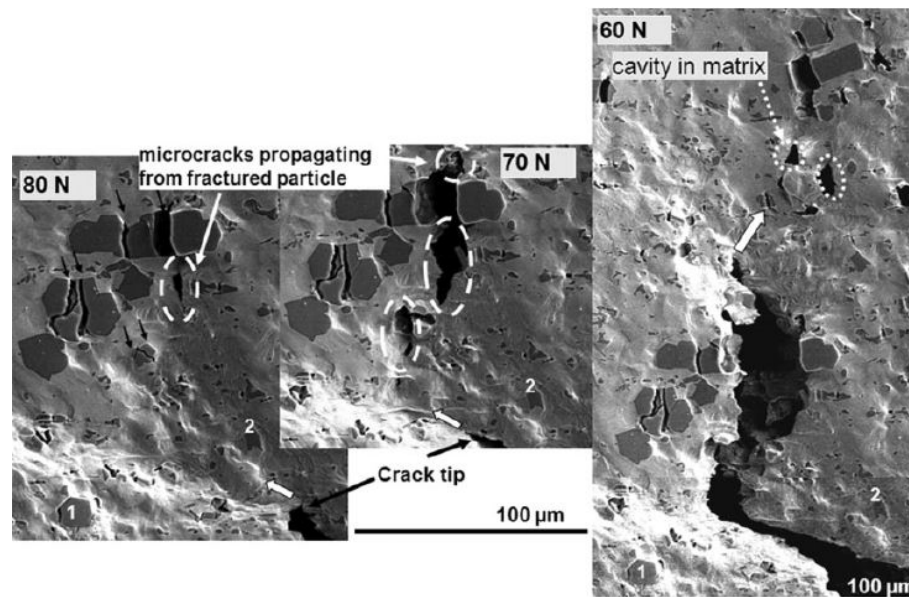


FIGURE 1.6 – Séquence de propagation de la fissure à différents charge-ments (la charge diminue avec la propagation de la fissure) : 80N, 70N et 60N. Les flèches blanches épaisses indiquent la direction de propagation [Hadjem-Hamouche et al., 2012].

L'endommagement du composite Fe-TiB₂ produit par solidification eutectique a été observé en surface au cours d'essais de flexion trois points *in-situ* microscope élec-tronique à balayage (MEB) [Hadjem-Hamouche et al., 2012]. Le mécanisme d'en-dommagement prépondérant observé fut la rupture les particules avec une interface matrice/renforts très cohésive. Au voisinage des particules TiB₂, la fissure macro-scopique est passée à travers les particules fracturées. Ces mécanismes ont créé des cavités qui, après croissance et coalescence, ont permis l'avancement de la fissure macroscopique (voir Fig. 1.6).

Dans l'étude de [Jarzabek, 2018], un composite à matrice Ni renforcé avec 10% de particules SiC a été élaboré, en codéposant simultanément les particules de nickel et de SiC sur un substrat en cuivre. Ce procédé a conduit à la formation d'une interface matrice/renforts peu cohésive. C'est la décohésion au niveau de l'interface matrice/renforts qui fût le mécanisme d'endommagement prépondérant au cours du chargement de ce composite.

Dans l'étude de Mortensen *et al.*, deux mécanismes d'endommagement distincts ont été mis en évidence, pour deux composites à matrices aluminium renforcées avec des particules différentes, lors d'observations microscopiques : rupture des particules pour le composite Al-Al₂O₃ et nucléation de cavités dans la matrice ainsi que rup-ture des particules pour le composite Al-B₄C (voir Figure 1.7) [Kouzeli et al., 2001b]. Pour une même matrice, le mécanisme d'endommagement peut être différent selon

la nature des renforts puisque cette dernière influence directement la nature de l'interface matrice/renforts et ainsi le mécanisme d'endommagement qui se manifeste.

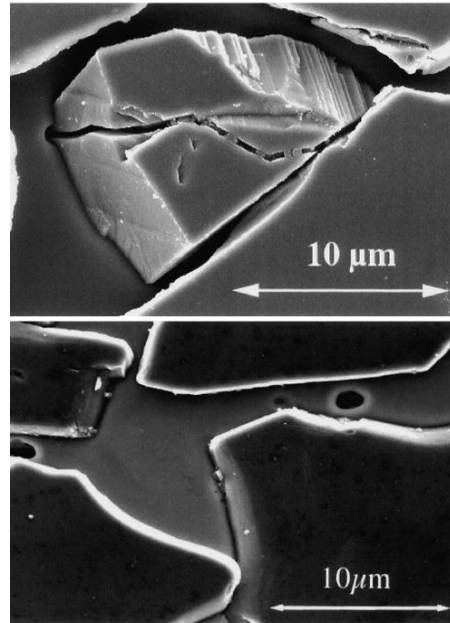


FIGURE 1.7 – Observations microscopiques de (a) Rupture de particules dans un composite Al-Al₂O₃ et (b) Cavitation de la matrice dans le composite Al-B₄C [Kouzeli et al., 2001b].

Par conséquent, la nature de la matrice, le type, la fraction volumique, la distribution des renforts, les conditions de mise en œuvre et la nature de l'interface ont tous des effets différents sur le comportement et l'endommagement des CMMps.

Dans ce travail, l'effet de ces différents paramètres sera étudié pour le composite à matrice métallique à renforts particulières Fe-TiB₂.

1.2 Matériau : Fe-TiB₂

Cette section est dédiée à la présentation du matériau de l'étude : le composite Fe-TiB₂. Le choix du TiB₂ comme renfort pour une matrice acier sera d'abord justifié, suivi d'une présentation des différents types de composites Fe-TiB₂ existants dans la littérature ainsi que leurs deux principales méthodes d'élaboration. Puis, une synthèse des travaux qui se sont penchés sur le comportement et l'endommagement du composite Fe-TiB₂ sera présentée.

1.2.1 Choix du renfort TiB₂

Le diborure de titane "TiB₂", a suscité un fort intérêt ces dernières années. En effet, c'est un matériau qui est de plus en plus utilisé, pour sa faible densité et sa rigidité, comme renfort des CMMps, notamment pour les aciers. Le réseau cristallin du TiB₂ est hexagonal simple [Friedrich et al., 2011] et se compose d'atomes de titane de

réseau hexagonal et d'atomes purs de bore de réseau triangulaire. Tous les deux sont empilés alternativement le long d'un axe vertical c (Figure 1.8).

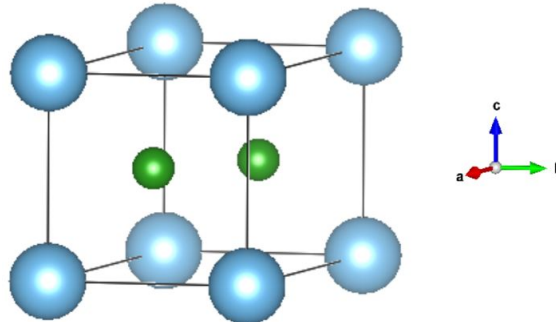


FIGURE 1.8 – Structure cristalline du TiB_2 [Friedrich et al., 2011].

Il est généralement synthétisé par réduction carbothermique du TiO_2 et B_2O_3 et un point de fusion très élevé ($3225^\circ\text{C} \pm 20^\circ\text{C}$). Il a un coefficient de dilatation thermique α plus élevé dans la direction basale c ; $\alpha_c/\alpha_a = 1.43$ [Commisso et al., 2019] (les directions a et c sont données dans la Figure 1.8). Il intéresse plusieurs communautés pour sa dureté élevée (environ 3400 HV), sa stabilité chimique, son caractère conducteur (électrique et thermique) ainsi que pour ses propriétés mécaniques [Okamoto et al., 2010]. Il fait partie des borures susceptibles de précipiter dans l'acier. Il est donc considéré un des meilleurs renforts pour ses propriétés mécaniques élevées et sa légèreté. Une de ses caractéristiques les plus connues est son comportement isotrope transverse (suivant l'axe c) [Okamoto et al., 2010].

Le choix du TiB_2 comme renfort d'une matrice acier est basé sur une comparaison entre les différents carbures et borures susceptibles de précipiter dans l'acier. Le diagramme donné dans la Figure 1.9, représente l'estimation de l'évolution du module d'Young et de la densité de nombreux composites acier renforcés avec différents types de renforts, en fonction de la fraction volumique de ces derniers [Bonnet et al., 2014]. Ce type de représentation (diagramme d'Ashby) permet de comparer le potentiel d'allègement de différentes céramiques. D'après ce diagramme, le TiB_2 apparaît comme un des meilleurs renforts pour l'acier permettant d'obtenir une rigidité spécifique importante. D'autant plus que la solubilité du fer dans le TiB_2 reste inférieure à 4%, ce qui permet aux particules du composite de garder des propriétés mécaniques intactes.

En outre, le composite Fe- TiB_2 peut être élaboré en utilisant différentes techniques qu'on va présenter brièvement dans la suite.

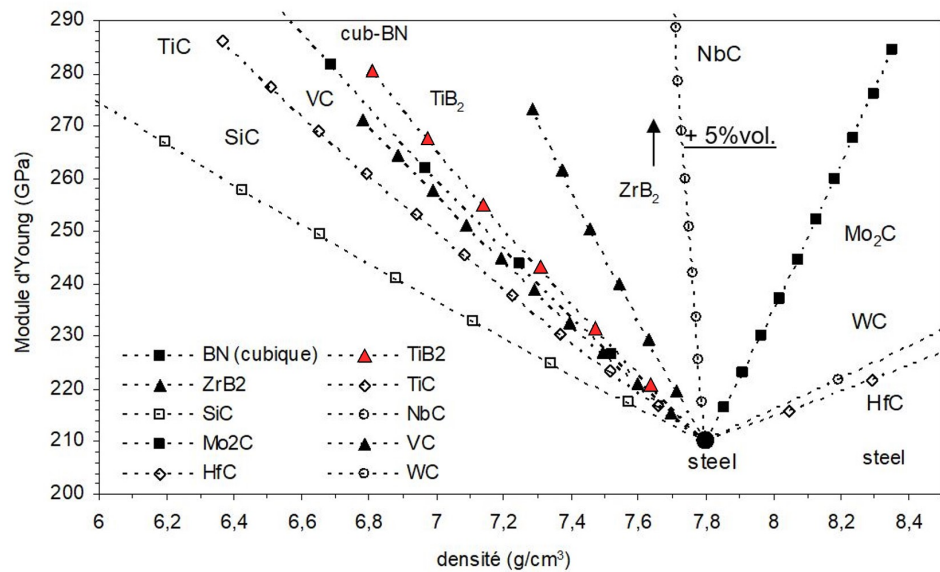


FIGURE 1.9 – Comparaison du potentiel d’allègement de différents composites acier/carbure et acier/borure (chaque point correspond à une augmentation de la fraction volumique de renforts de 5%) [Bonnet et al., 2014].

1.2.2 Élaboration et mise en forme du composite Fe–TiB₂

Les deux principales méthodes d’élaboration du composite Fe–TiB₂, détaillées dans la littérature, sont :

- **La métallurgie des poudres :** Le composite Fe–TiB₂ a d’abord été élaboré par métallurgie des poudres [Tanaka et al., 1998, Tanaka and Saito, 1999, Yang and Sinclair, 2003, Bacon et al., 2013, Matsumoto et al., 2019]. Ce procédé, est une technique de fabrication des pièces métalliques par frittage des poudres. La diffusion atomique à l’état solide augmente exponentiellement avec la température et le frittage utilise le mécanisme de la diffusion à l’état solide pour former une liaison entre les particules en contact. La Figure 1.10 montre que pendant le chauffage, les particules frittent, et lorsqu’une d’elles commence à réagir localement, les grains solides se réarrangent. Pour de nombreux matériaux, il y a une annihilation des pores car la diffusion dans le matériau accélère les changements de forme du grain, ce qui facilite l’élimination des pores pour produire une microstructure composite avec de bonnes propriétés [Waters et al., 2018].

C’est un procédé qui offre une grande flexibilité pour contrôler la composition, la taille et la distribution de forme des particules. En revanche, la production des poudres et le contrôle de leur contamination peuvent considérablement augmenter le coût de production du composite, surtout s’il y a une exigence particulière au niveau des poudres. De plus, la nature de l’interface matrice/renforts doit être soigneusement contrôlée pour éviter la formation d’interfaces fragiles [Bonnet et al., 2014]. En effet, il a été montré dans l’étude

de [Yang and Sinclair, 2003] que la décohésion au niveau de l'interface matrice/particules est le principal mode de rupture sous chargement en fatigue du Fe-TiB₂ élaboré par métallurgie des poudres. Par conséquent, c'est un procédé qui ne saurait répondre aux besoins à très grande échelle de l'industrie automobile puisqu'il n'est pas très adapté à la fabrication de grandes pièces.

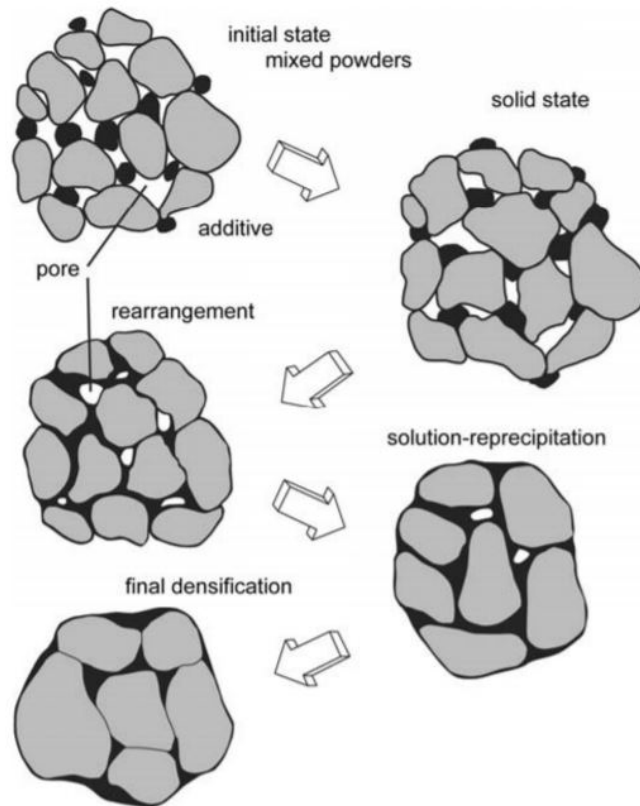


FIGURE 1.10 – Schéma de principe de la métallurgie des poudres [Waters et al., 2018].

- **La solidification eutectique** : Récemment, l'entreprise ArcelorMittal a proposé un procédé qui se base sur la solidification eutectique et qui est considéré comme l'un des meilleurs pour obtenir une forte cohésion entre la matrice et le renfort [Bonnet et al., 2008] lors de l'élaboration du composite Fe-TiB₂. Les systèmes eutectiques à base de fer peuvent être produits par des moyens conventionnels tels que la coulée continue, qui garantit une productivité élevée et un faible coût exigé par le marché automobile [Bonnet et al., 2014].

Ce procédé permet d'élaborer des composites particulièrement intéressants pour l'industrie automobile, grâce à leur rigidité spécifique (E/ρ) améliorée et des interfaces plus cohésives que celles obtenues par métallurgie des poudres. En effet, les interfaces entre la matrice et les particules correspondent aux plans atomiques denses du TiB₂ pour lesquels il y a une continuité sur chaque partie de l'interface, comme illustré sur la Figure 1.11. Aucune phase fragilisante intermédiaire (oxyde ou borure non stoechiométriques) n'y a été

observée. Cependant, de fins précipités de TiC ont été observés le long du plan basal (0001) du TiB₂ lors d’investigations en microscopie électronique à transmission (MET). Ces interfaces sont “propres” et très propices à une bonne adhérence entre les deux phases eutectiques, donnant lieu à une résistance interfaciale élevée [Cha et al., 2012, Lartigue-Korinek et al., 2015].

Selon la composition du composite, le système eutectique peut produire une microstructure avec une distribution assez homogène des particules dans la matrice ferritique. La taille des renforts peut être contrôlée par la vitesse de refroidissement et leur forme peut être optimisée grâce à un traitement thermique post-solidification [Bonnet et al., 2014]. [Shurin et al., 1977] avaient situé le point eutectique (liquide \Leftrightarrow Fe+TiB₂) à une composition en TiB₂ d’environ 6.3 mol% et à environ 1340 °C (Fig. 1.12).

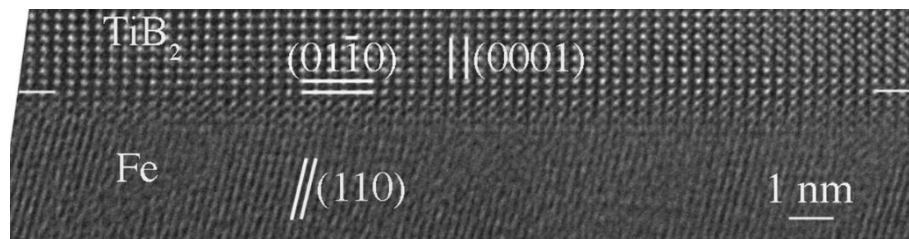


FIGURE 1.11 – Interface entre le fer et le TiB₂. Plan d’interface parallèle au plan (01-10) [Cha et al., 2012].

La composition chimique des premières coulées élaborées par ArcelorMittal est donnée en pourcentage massique dans le tableau 1.3 [Hadjem-Hamouche et al., 2012, Dammak, 2014]. La microstructure du composite Fe–TiB₂ est constituée de deux phases; une matrice en acier et des particules TiB₂ qui précipitent *in-situ* lors de la solidification eutectique qui se fait directement à partir de la fusion de tous les éléments chimiques présents (Fe, Ti, B...).

TABLE 1.3 – La composition chimique du composite Fe–TiB₂ [Dammak, 2014].

Elements	C	Al	Cr	Mn	Ni	Si	Ti	B	P	Ti libre
Masse %	0.04	0.07	0.06	0.09	0.04	0.17	5.4	2.11	0.01	0.73

Ensuite, le semi-produit est coulé sous forme de brames, dont l’épaisseur est de l’ordre de 200 mm, de plaques minces qui passent entre des cylindres contrarotatifs ou de lingots. La température de coulée ne dépasse pas celle du liquidus de l’acier hypereutectique de plus de 40°C. En effet, la transformation eutectique permet justement d’élaborer le composite à des températures assez basses, soit environ 1340 °C (Fig. 1.12). La vitesse de refroidissement lors de la solidification est souvent supérieure ou égale à 0.1°C/s et la température pendant la solidification varie très peu.

Les brames obtenues à la fin de la solidification eutectique sont ensuite généralement laminées à chaud et/ou à froid.

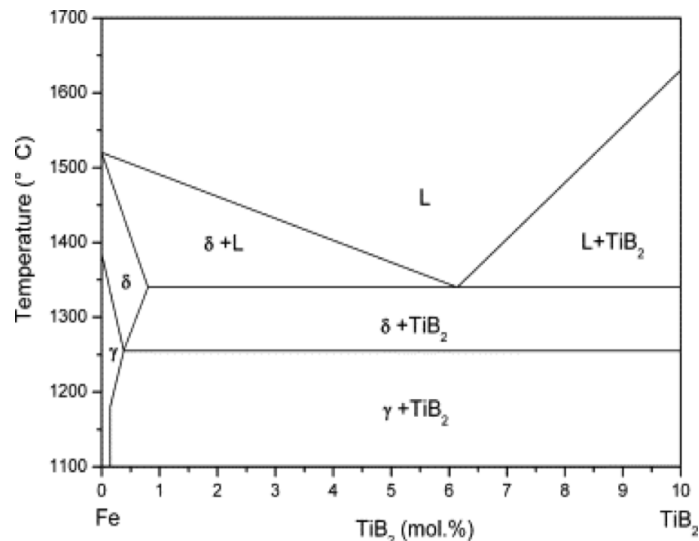


FIGURE 1.12 – Diagramme de phase simplifié de Fe–TiB₂ [Shurin et al., 1977].

Après avoir présenté les composants du matériau de l'étude ainsi que ses méthodes d'élaboration des plus utilisées, une synthèse des travaux qui ont traité le comportement et l'endommagement des composites Fe-TiB₂ seront présentés.

1.2.3 Comportement et endommagement du Fe–TiB₂

Les premières coulées du composite Fe–TiB₂ élaborées par ArcelorMittal dans le cadre du projet ANR ADRERA, ont été examinées dans les travaux de [Hadjem-Hamouche et al., 2012, Dammak et al., 2014, Lartigue-Korinek et al., 2015, Gaspérini et al., 2017, Hadjem-Hamouche et al., 2018, Commisso et al., 2019].

D'autres laboratoires ont utilisé le brevet d'ArcelorMittal pour en élaborer [Huang et al., 2015, Springer et al., 2015]. Les microstructures de ces premières coulées hyper-eutectiques observées sont constituées de cristaux primaires de TiB₂ entourés d'un mélange eutectique ferrite et TiB₂ comme le montre la Figure 1.13.

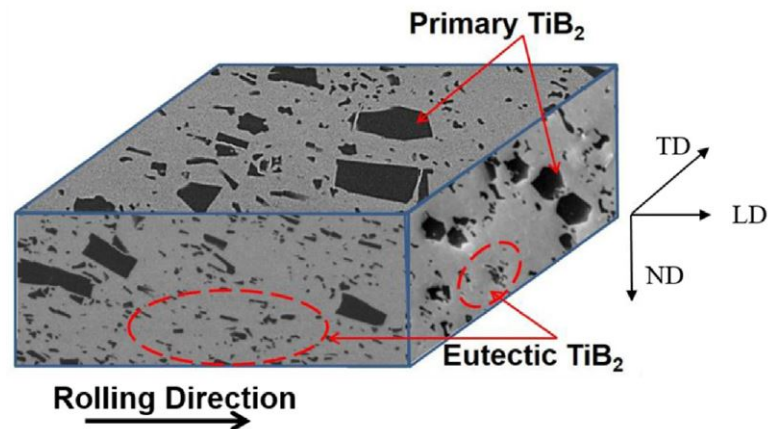


FIGURE 1.13 – Microstructure du composite Fe–TiB₂. Distinction des particules TiB₂ primaires et eutectiques dans la matrice acier [Hadjem-Hamouche et al., 2018].

Ces études se sont toutes intéressées à la caractérisation du comportement et/ou endommagement du composite Fe–TiB₂ produit par solidification eutectique.

Comportement du Fe–TiB₂ Le comportement des premières coulées, élaborées par ArcelorMittal, a été caractérisé par le biais d’essais de flexion trois points *in-situ* MEB sur un composite Fe–14%TiB₂, de traction *in-situ* MEB sur un composite Fe–13%TiB₂ [Hadjem-Hamouche et al., 2012, Hadjem-Hamouche et al., 2018] et aussi par le biais d’essais de cisaillement sur un composite Fe–11%TiB₂ [Dammak et al., 2014].

La courbe sur la Figure 1.14 illustre le comportement en traction du composite Fe–TiB₂. Il a d’abord été montré que le composite contenait deux types de particules : de grandes particules primaires d’une taille moyenne de 11.4 μm qui présentent principalement des sections hexagonales ou prismatiques, et de petites particules eutectiques d’une taille moyenne de 1.6 μm. La taille des grains de la matrice est d’environ 3 μm. Le module d’Young de ce composite est équivalent à 240 GPa et sa densité est de 7.39 cm⁻³, ce qui correspond à une augmentation de la rigidité spécifique d’environ 15% par rapport à l’acier non renforcé.

Les essais de traction *in-situ* MEB de ce composite [Hadjem-Hamouche et al., 2018] ont été couplés au suivi d’endommagement dans le volume par émission acoustique (plus de détails seront donnés dans le paragraphe Endommagement).

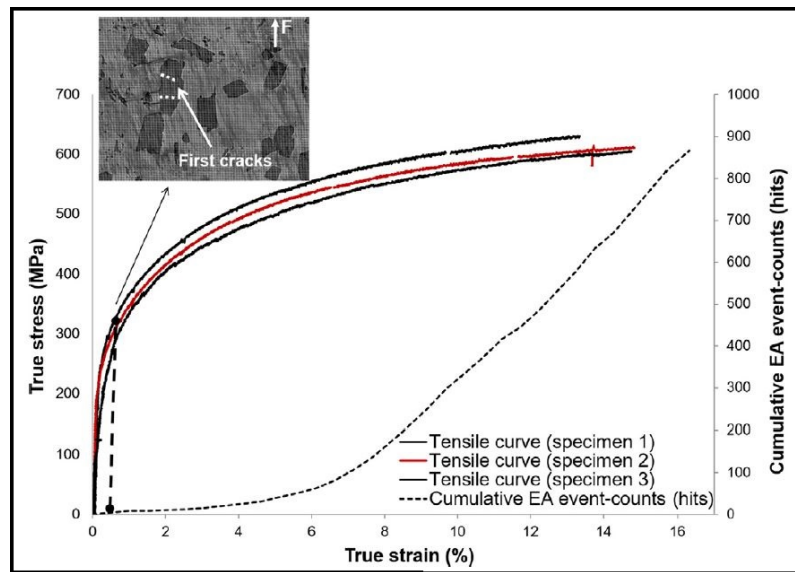


FIGURE 1.14 – Courbes de traction issues d’essais de traction *in-situ* MEB combinés à de l’émission acoustique (EA) en trait discontinu [Hadjem-Hamouche et al., 2018].

Formabilité du Fe–TiB₂ Pour avoir une première approche d’un comportement du Fe–TiB₂ sous chargements complexes, dans le cadre de la mise en forme de tôles, des essais de cisaillement simple (dont le principe est illustré dans la Figure 1.15 [Bouvier et al., 2006]), ont été menés par [Dammak et al., 2014], en appliquant de grandes déformations plastiques cumulées. Ils ont montré que les composites Fe–TiB₂ laminés à chaud et recuits ont une capacité prometteuse à être mis en forme à froid puisqu’ils ont résisté à des essais de cisaillement jusqu’à une grande déformation plastique cumulée. Un effet Bauschinger significatif a été mis en évidence pour ces matériaux, indiquant un écrouissage cinématique important.

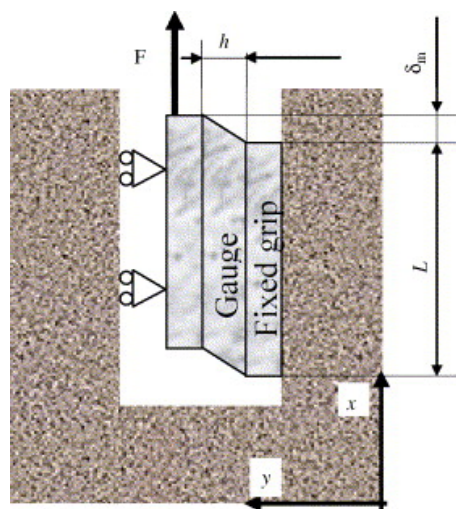


FIGURE 1.15 – Schéma du dispositif de l’essai de cisaillement simple [Bouvier et al., 2006], utilisé dans l’étude de [Dammak et al., 2014].

Endommagement du Fe–TiB₂ Le comportement global du composite Fe–TiB₂ a suivi trois étapes : (i) déformation élastique, (ii) déformation plastique couplée à de l'endommagement et (iii) amorçage puis propagation de fissure jusqu'à la rupture [Hadjem-Hamouche et al., 2012]. Au début de la déformation plastique, l'endommagement du composite s'est manifesté sous la forme de rupture des particules, qui se sont fissurées dans une direction perpendiculaire à l'axe du chargement. Il y a eu ensuite une forte augmentation de la quantité de particules rompues. Puis, au-delà de 80% de la charge maximale, l'endommagement s'est concentré dans une zone. Les auteurs ont conclu que l'endommagement du composite est corrélé à la déformation et que le mécanisme d'endommagement principal est la rupture des particules avec seulement des exemples isolés de décohésion aux interfaces matrice/particules (voir Fig. 1.16) [Hadjem-Hamouche et al., 2012]. Au cours du chargement, [Hadjem-Hamouche et al., 2018] ont constaté que les premiers événements se manifestaient dès le début de la déformation plastique d'un essai de traction *in-situ* MEB couplé à de l'émission acoustique. Le nombre d'évènement EA augmentait considérablement avec le chargement comme illustré sur la Figure 1.14 ; ceci est cohérent avec leurs observations de l'endommagement en surface. Comme une particule peut être multifissurée, le nombre d'évènements enregistrés correspond au nombre de fissures et non au nombre de particules endommagées.

La résistance interfaciale n'est donc pas le facteur limitant du cumul d'endommagement et de la rupture dans le composite Fe–TiB₂. La nucléation des fissures se produit donc par rupture de particules, créant ainsi des micro cavités, qui croissent et fusionnent ensuite avec la fissure macroscopique, qui croit par rupture ductile de la matrice [Hadjem-Hamouche et al., 2012, Dammak et al., 2014, Hadjem-Hamouche et al., 2018].

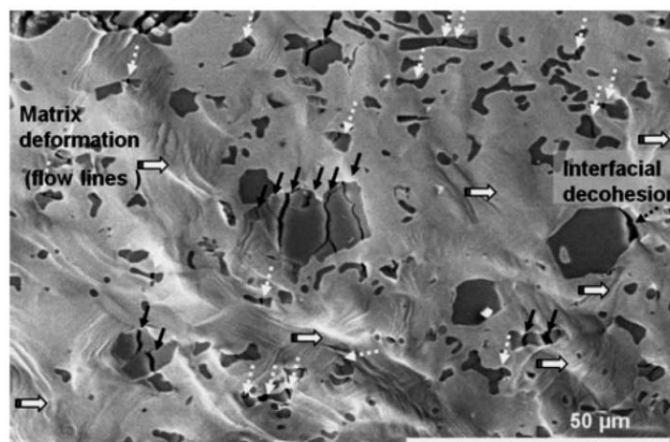


FIGURE 1.16 – Observation d'une zone de l'éprouvette au cours d'un essai de flexion *in-situ* MEB à 80% de la charge maximale. Les flèches noires et les flèches discontinues blanches indiquent les particules primaires et eutectiques fissurées, les flèches blanches épaisses indiquent la déformation plastique dans la matrice, et la flèche noire discontinue indique un seul cas seulement de décohésion à l'interface particule/matrice. [Hadjem-Hamouche et al., 2012].

La microstructure du composite Fe-TiB₂ étudié par l'équipe de Gaspérini *et al.* contient également de grosses particules primaires et de petites particules eutectiques de TiB₂. Le facteur de forme moyen des deux types de particules était proche de 2 sur la section parallèle à la direction de laminage et de 1.5 sur la section perpendiculaire. Les petites particules sont 37 fois plus nombreuses que les primaires et couvrent environ 51% de la fraction surfacique des particules totales. Deux composites Fe-TiB₂ "L" et "S" qui contiennent la même distribution de particules dont la fraction volumique globale est d'environ 11% ont été étudiés dans le travail de [Gaspérini et al., 2017]. La différence entre ces deux composites réside dans le traitement thermomécanique final du composite qui conduit à une grande taille de grain de la matrice du composite L et à des grains fins dans le composite S. Le diamètre moyen de taille de grain du composite L est égal à 18 µm et du composite S à 3 µm. La Figure 1.17 présente des valeurs de contrainte plus élevées pour le composite S (les points noirs représentent les différentes déformations des échantillons utilisés pour l'étude d'endommagement, à savoir 3%, 10% et 27% pour les deux composites).

Leur étude s'est orientée vers l'évolution de l'endommagement dans les composites Fe-TiB₂, expérimentalement et numériquement, afin d'estimer la contrainte à rupture dans les particules de TiB₂ et l'évolution de la fraction surfacique des particules fissurées en fonction de leur distribution de taille (au sein du même composite).

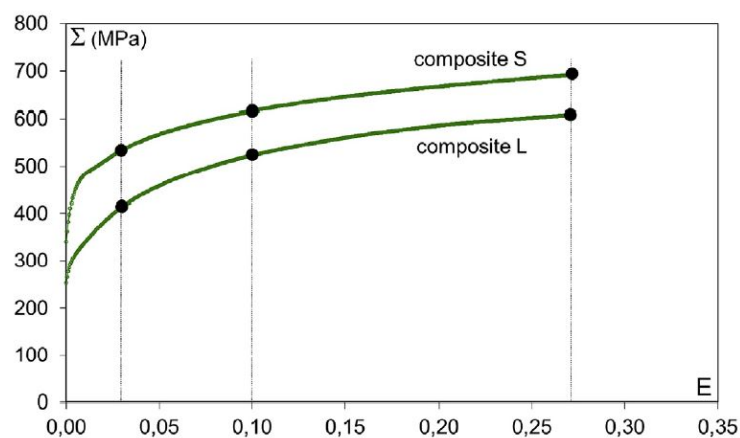


FIGURE 1.17 – Courbes de contrainte-déformation issues d'essais de cisaillement des composites Fe-TiB₂ L (gros grains) et S (petits grains) [Gaspérini et al., 2017].

En supposant le même comportement de particules pour les deux composites L et S, la Figure 1.18 met en évidence la diminution de la contrainte à rupture des particules avec l'augmentation de leur taille, à la déformation $E = 27\%$, pour les deux composites L et S [Gaspérini et al., 2017].

Récemment, [Commisso et al., 2019] ont caractérisé le composite Fe-TiB₂ par diffraction des rayons X au synchrotron. Leurs échantillons ont été soumis à des essais de traction *in-situ* tomographie X pour examiner expérimentalement la répartition des contraintes dans les deux phases (matrice et particules) dans le composite. Un premier transfert de charge de la matrice ferritique vers le renfort a été observé lors

des premiers stades de déformation plastique de la matrice. Ensuite, la contrainte supportée par les particules a été réduite, ce qui a résulté de l'endommagement du composite selon un des mécanismes : rupture des particules ou leur décohésion [Commisso et al., 2019].

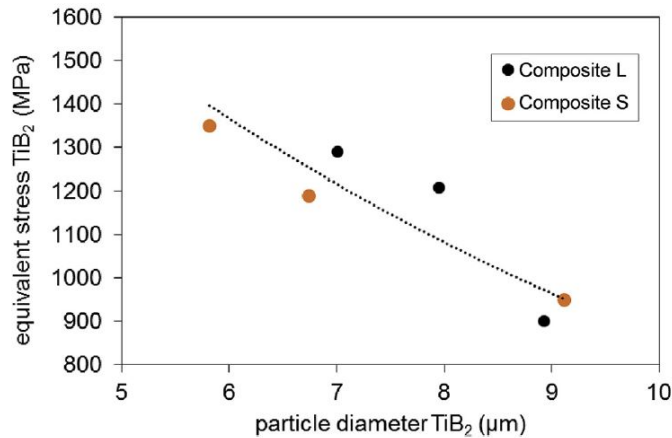


FIGURE 1.18 – La contrainte à rupture des particules TiB₂, déterminée numériquement, en fonction de leur taille [Gaspérini et al., 2017].

[Gaspérini et al., 2017] ont également constaté que pour les deux composites L et S, la valeur de la fraction surfacique des fissures qui apparaissent est beaucoup plus grande au niveau des plus grosses particules (voir Fig. 1.19). Même si cette fraction surfacique augmente au cours du chargement, elle reste très faible au niveau des plus petites particules. Toutefois, la rupture des particules qui se produit engendre une perte de rigidité limitée et progressive du composite, tout en gardant une bonne cohésion à l'interface des particules TiB₂ avec la matrice avoisinante [Gaspérini et al., 2017].

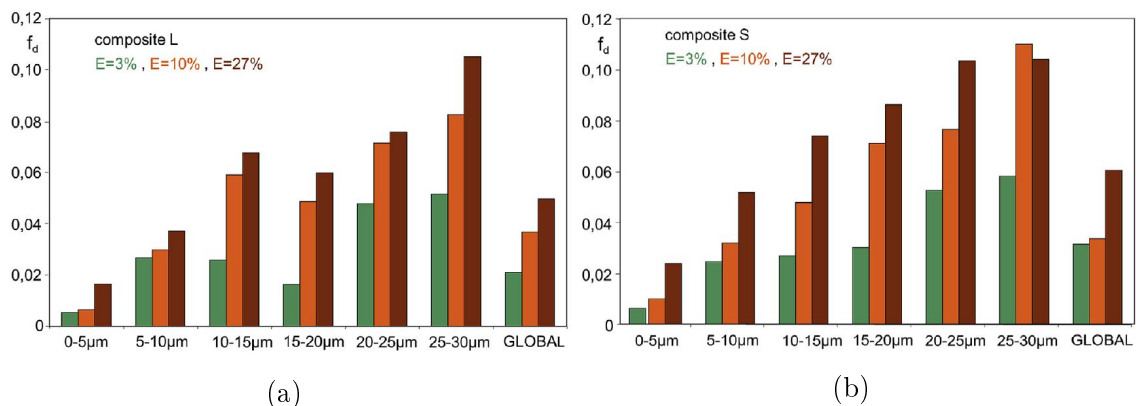


FIGURE 1.19 – Distribution de la fraction surfacique des fissures des particules rompues en fonction de leurs tailles entre 3% et 27% de déformation équivalente au cours d'un essai de cisaillement [Gaspérini et al., 2017].

L'augmentation de la déformation plastique du Fe–TiB₂ entraîne également une forte hausse du nombre de particules fissurées en raison du caractère fragile des particules

TiB₂ [Hadjem-Hamouche et al., 2018]. La Figure 1.20 montre que la majorité des particules primaires présente des fissures multiples. Cela signifie que les transferts de charge entre la matrice et les particules continue, même après les premières fissures. Dans la même étude, l'utilisation d'émission acoustique (EA) pour l'étude de l'endommagement en volume a confirmé que l'endommagement observé en surface est représentatif de l'endommagement dans le volume. Ces évènements d'EA liés à l'endommagement, commencent juste après la limite d'élasticité du composite et augmentent de manière significative avec la déformation.

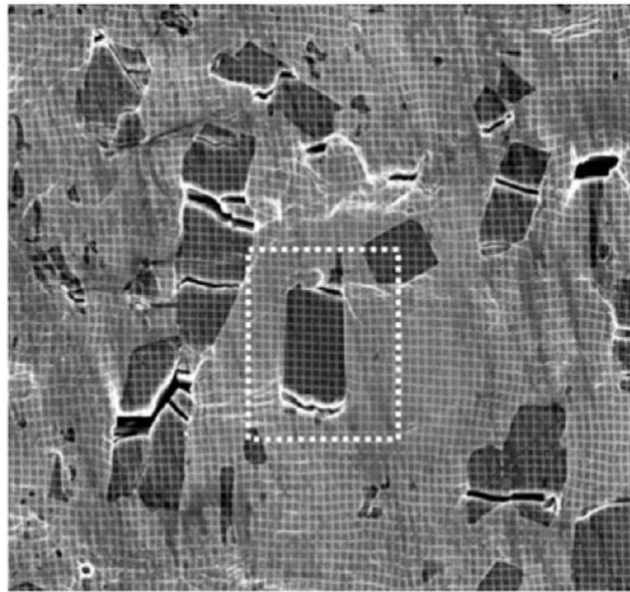


FIGURE 1.20 – Observation d'une zone de l'éprouvette au cours d'un essai de traction *in-situ* MEB (a) après avoir atteint une contrainte de 545 MPa. Aucune décohésion aux interfaces particules/matrice n'est observée [Hadjem-Hamouche et al., 2018].

La majorité de ces études a recommandé une réduction de la taille des particules de TiB₂, notamment en supprimant les particules primaires tout en maintenant une distribution spatiale homogène, pour une meilleure résistance à l'endommagement, puisque ce sont les particules primaires (de plus grandes tailles) qui étaient principalement rompues lors du chargement [Hadjem-Hamouche et al., 2012, Dammak et al., 2014, Gaspérini et al., 2017, Hadjem-Hamouche et al., 2018].

Depuis 2008 [Bonnet et al., 2008], suite à l'élaboration du premier Fe-TiB₂ par solidification eutectique, il y a eu des travaux qui ont étudié, observé, testé et modélisé le comportement et endommagement de ce CMMp. Outre les approches expérimentales, les méthodes d'homogénéisation analytiques et numériques sont intéressantes car elles permettent de prédire le comportement effectif des composites. Elles sont détaillées dans la section 2.

2 Détermination des propriétés élastiques des CMMps par méthodes d'homogénéisation

La détermination des propriétés effectives d'un matériau hétérogène, comme un composite à matrice métallique à renforts particuliers, contenant différentes phases, ayant chacune ses propres propriétés mécaniques, peut être réalisée par le biais de méthodes d'homogénéisation analytiques et/ou numériques. Ces méthodes sont complémentaires des essais expérimentaux car elles permettent de prédire le comportement des composites et peuvent ainsi servir d'outil d'expérimentation numérique.

2.1 Généralités

L'homogénéisation au sens large, vise à déterminer les propriétés macroscopiques globales ou moyennes d'un matériau hétérogène. Les propriétés électriques, magnétiques, mécaniques et/ou thermiques peuvent ainsi être prédites par des approches d'homogénéisation, souvent en passant par un volume élémentaire représentatif (VER) de la microstructure réelle.

Étapes d'homogénéisation

L'homogénéisation par diverses méthodes analytiques ou numériques consiste en la détermination des propriétés et des comportements mécaniques macroscopiques de matériaux hétérogènes, en se basant sur les paramètres et propriétés microscopiques de leurs phases constituantes. La micromécanique vise donc à remplacer le milieu hétérogène par un milieu équivalent homogénéisé en suivant trois étapes :

1. L'analyse de la microstructure réelle du matériau hétérogène à étudier ou si c'est un matériau fictif, définir toutes les propriétés de sa microstructure.
2. La représentation du milieu hétérogène à l'échelle microscopique par le biais d'un VER. La définition des phases, la description de la géométrie et la distribution spatiale de chaque phase ainsi que la définition de leurs propriétés. Le VER doit regrouper toutes les informations liées à la microstructure.
3. L'homogénéisation analytique ou numérique, pour obtenir les propriétés effectives du matériau homogénéisé, basées sur les informations microscopiques du matériau hétérogène.

2.2 Principe de l'homogénéisation

Dans cette partie, la théorie de l'homogénéisation analytique et numérique est introduite pour la détermination des propriétés élastiques d'un composite à matrice métallique.

Le principe de l'homogénéisation peut être représenté par un schéma d'équations (Figure 1.21) qui relie les comportements microscopiques des phases constituantes du composite, aux grandeurs macroscopiques appliquées.

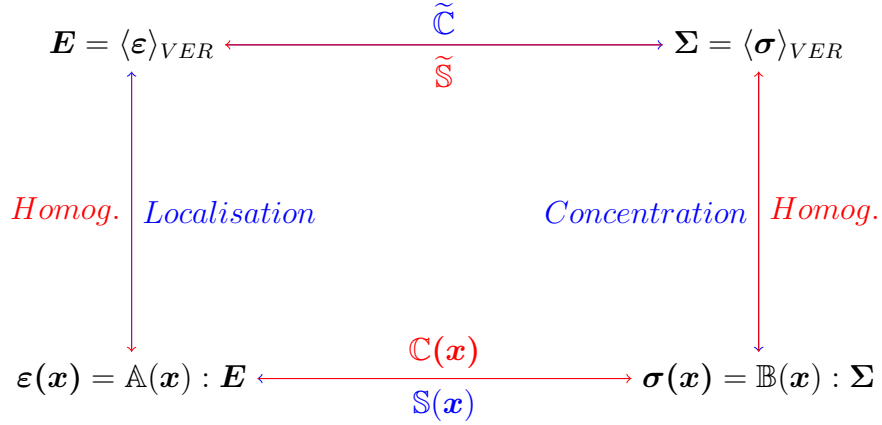


FIGURE 1.21 – Schéma du principe de l’homogénéisation d’un matériau hétérogène par approche micromécanique du comportement élastique effectif.

- \mathbb{A} : tenseur de localisation des déformation,
- \mathbb{B} : tenseur de concentration des contraintes,
- $\tilde{\mathbb{C}}$: tenseur de rigidité effectif,
- $\tilde{\mathbb{S}}$: tenseur de souplesse effectif,
- \mathbb{C} : tenseur de rigidité des phases constituantes,
- \mathbb{S} : tenseur de souplesse des phases constituantes,
- $\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x})$ et $\boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x})$: contrainte et déformation à la position \mathbf{x} dans une phase,
- $\boldsymbol{\Sigma}$ et \mathbf{E} : contrainte et déformation macroscopiques,
- L’opérateur $\langle \cdot \rangle$ est défini comme $\langle f(\mathbf{x}) \rangle_V = \frac{1}{V} \int_V f(\mathbf{x}) dV$, avec V le volume du VER.

La relation entre les contraintes macroscopique et microscopique est donnée par l’équation :

$$\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) = \mathbb{B}(\mathbf{x}) : \boldsymbol{\Sigma} \quad (1.1)$$

La relation entre les déformations macroscopique et microscopique est donnée par l’équation :

$$\boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x}) = \mathbb{A}(\mathbf{x}) : \mathbf{E} \quad (1.2)$$

\mathbb{A} et \mathbb{B} sont généralement non connus, sauf pour le cas des stratifiés. Ils peuvent être approximés par des solutions analytiques ou évalués par des méthodes numériques. Ces techniques utilisées pour calculer ces tenseurs sont appelées schémas d’homogénéisation. Pour les matériaux élastiques linéaires, les principales différences dans les théories existantes résident dans la manière dont elles calculent ces quantités. Dans le cas général, les méthodes analytiques permettent d’estimer la valeur de ces tenseurs en raison de la complexité inhérente au problème.

Le but de la localisation est de trouver une relation entre les quantités microscopiques ($\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x})$ et $\boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x})$) et macroscopiques ($\boldsymbol{\Sigma}$ et \mathbf{E}) pour que les deux relations (1.1)

et (1.2) (dans le schéma de la Figure 1.21) soient vérifiées.

Si c'est la déformation macroscopique qui est imposée :

$$\boldsymbol{\Sigma} = \langle \boldsymbol{\sigma} \rangle = \langle \mathbb{C} : \boldsymbol{\varepsilon} \rangle = \langle \mathbb{C} : \mathbb{A} \rangle : \mathbf{E} \quad (1.3)$$

Si c'est la contrainte macroscopique qui est imposée :

$$\mathbf{E} = \langle \boldsymbol{\varepsilon} \rangle = \langle \mathbb{S} : \boldsymbol{\sigma} \rangle = \langle \mathbb{S} : \mathbb{B} \rangle : \boldsymbol{\Sigma} \quad (1.4)$$

Les équations (1.3) et (1.4) montrent que seules les valeurs moyennes par phase des champs de contrainte et de déformation microscopiques sont requises. Cela simplifie considérablement le problème et facilite un traitement analytique ultérieur, qui peut être de deux types : bornes ou estimations des propriétés homogénéisées.

2.3 Les bornes des propriétés effectives de matériaux hétérogènes

Les bornes classiques sont l'approche de base pour encadrer ou approcher les valeurs exactes des propriétés effectives des milieux hétérogènes. Ces bornes constituent le premier pas dans le domaine d'homogénéisation. Les premières bornes établies sont celles de Voigt et Reuss (VR) [Voigt et al., 1928, Reuss, 1929], qui permettent d'avoir un encadrement du comportement d'un matériau hétérogène lorsque seuls le comportement et la fraction volumique de chaque phase sont connus. Dans le cas particulier d'un comportement macroscopiquement isotrope, les bornes de Hashin et Shtrikman (HS) [Hashin and Shtrikman, 1963] sont plus adaptées. Ces quatre bornes sont les plus connues, les plus globales et les plus utilisées mais plusieurs études ont affiné et recalculé des bornes plus précises pour le comportement d'un composite en fonction de la géométrie de ses renforts : [Hill, 1964] pour des cylindres au comportement axisymétrique, [Walpole, 1969] pour les ellipsoïdes aplatis, [Willis, 1977] pour des ellipsoïdes.

2.4 Homogénéisation par méthodes des champs moyens

Plusieurs approches basées sur la solution d'inclusion d'Eshelby [Eshelby, 1957] ont été développées, bien adaptées aux matériaux hétérogènes et dont la distribution des phases de la microstructure est aléatoire, comme le cas des CMMps. Des champs moyens (mean-field) sont considérés pour chacune de ces phases du matériau comme résumé dans l'article review de [Kanouté et al., 2009]. La différence entre ces méthodes réside dans la nature de la matrice, des phases (géométrie et fraction volumique) et des propriétés du matériau homogénéisé recherché ainsi que du chargement imposé. Ces données sont nécessaires au calcul du tenseur de rigidité du matériau homogénéisé. Il existe dans la littérature plusieurs méthodes d'homogénéisation analytiques permettant de calculer les propriétés effectives d'un quelconque matériau hétérogène. Elles doivent juste se situer entre les bornes pertinentes et exploiter le maximum d'informations disponibles sur la microstructure.

2.4.1 Les méthodes d'estimation des propriétés effectives

Méthode d'Eshelby Pour les matériaux dont les concentrations entre inclusions sont négligeables ($< 5\%$), la déformation dans chaque inclusion est donnée par la solution d'Eshelby [Eshelby, 1957]. Dès que la concentration des particules dépasse les 5%, les bornes de HS et VR sont franchies.

Méthode auto-cohérente C'est un modèle d'homogénéisation implicite qui est basé sur le problème de l'inclusion d'Eshelby et qui permet le calcul des propriétés effectives d'un matériau hétérogène. Son hypothèse principale réside dans la relation de localisation des déformations qui définit le partage de charge entre les différentes phases constituantes, en supposant que chaque phase est noyée dans un milieu infini ayant les propriétés du milieu effectif lui-même. Des exemples d'application de la méthode auto-cohérente ont été donnés par [Hershey, 1954, Kröner, 1958] pour les polycristaux élastiques, par [Budiansky and WU, 1961] pour les polycristaux élastoplastiques et par [Cailletaud, 1992, Fournier et al., 2011] pour les métaux polycristallins soumis à des chargements cycliques. Les approximations auto-cohérentes ont souvent été comparées avec succès à la "solution exacte" donnée par les calculs éléments finis (EF) et les approches variationnelles [Castaneda and Suquet, 1997, González and LLorca, 2000].

Méthode de Mori-Tanaka (MT) [Mori and Tanaka, 1973] est aussi basée sur le problème d'inclusion d'Eshelby [Eshelby, 1957], qui prend en compte les interactions entre les inclusions en supposant que chaque inclusion est noyée dans un milieu infini ayant les propriétés de la matrice, le tout étant soumis à l'infini à la déformation moyenne de la matrice *in-situ* dans le composite. Une solution approchée est donc obtenue, avec une déformation uniforme dans les inclusions. Cette solution peut être considérée valable pour des fractions volumiques inférieures à 30% [Ghossein and Lévesque, 2012]. Le modèle est valide pour des distributions ellipsoïdales de phases. Cette estimation présente l'avantage d'exiger peu de calcul et est très utilisée et validée pour les composites à renforts discontinus. On peut noter qu'on retrouve les résultats donnés par l'approche de HS dans le cas d'une distribution isotrope d'inclusions, avec la matrice comme milieu de référence et où la polarisation y est nulle et uniforme; dans le cas où le module de la matrice est inférieur à celui des renforts, les résultats donnés par MT coïncident avec la borne inférieure de HS.

L'approche Mori-Tanaka est utilisée pour calculer le comportement des matériaux composites, quand une phase peut être clairement identifiée comme la matrice [Mercier and Molinari, 2009]. Ce composite doit donc être sous la forme d'une matrice homogène renforcée avec des particules ayant des formes géométriques bien définies (sphères, sphéroïdes, ellipses...). Pour des renforts sphériques, les modules obtenus par le biais de MT coïncident toujours avec les bornes inférieures (resp. supérieures) de Hashin-Shtrikman (HS) [Hashin and Shtrikman, 1963] lorsque la matrice est la phase la moins rigide (resp la plus rigide). Pour les particules sphéroïdales dont l'orientation est aléatoire, les modules effectifs restent également toujours dans les limites de HS [Hu and Weng, 2000].

2.4.2 Estimation des propriétés mécaniques par méthode de Mori-Tanaka

Ce paragraphe est destiné au calcul des propriétés élastiques d'un composite à N -phases. Les phases r constituantes du composite ont chacune un tenseur de rigidité \mathbb{C}_r et une fraction volumique f_r . Le tenseur de rigidité d'ordre 4, du composite homogénéisé \mathbb{C}^{hom} peut être estimé analytiquement par :

$$\mathbb{C}^{hom} = \sum_{r=0}^N f_r \mathbb{C}_r : \mathbb{A}_r \quad (1.5)$$

\mathbb{A}_r est le tenseur de localisation de déformation d'ordre 4 associé à la phase r . $r = 0$ représente la matrice solide, qui sera par la suite désignée par l'indice m , dont la fraction volumique est f^m et le tenseur de rigidité est \mathbb{C}_m . La fraction volumique de chaque phase r (particules ou cavités) est f^r et son tenseur de rigidité \mathbb{C}_r (avec $1 \leq r \leq N$). Le tenseur de rigidité peut donc être redéfini comme suit :

$$\mathbb{C}^{hom} = \mathbb{C}_m + \sum_{r=1}^N f_r (\mathbb{C}_r - \mathbb{C}_m) : \mathbb{A}_r \quad (1.6)$$

Le calcul du tenseur de localisation \mathbb{A}_r est primordial pour obtenir le tenseur de rigidité du composite. La solution du problème de localisation pour une inclusion ellipsoïdale dans une matrice infinie est obtenue en résolvant le problème d'inclusion d'Eshelby [Eshelby, 1957] :

$$\mathbb{A}_r^{Esh} = [\mathbb{I} + \mathbb{P}_r^i : (\mathbb{C}_r - \mathbb{C}_m)]^{-1}, \quad \text{avec} \quad \mathbb{P}_r^i = \mathbb{S}_r^i : \mathbb{C}_0^{-1} \quad (1.7)$$

$$\mathbb{A}_r = \mathbb{A}_r^{Esh} \left(\sum_{r=0}^N f_r \mathbb{A}_r^{Esh} \right)^{-1} \quad (1.8)$$

l'indice i correspond à la forme et orientation de la phase $r \neq 0$. \mathbb{P}_r^i est le tenseur de Hill d'ordre 4 [Hill, 1965], \mathbb{S}_r^i le tenseur d'Eshelby qui dépend de la forme des phases et du tenseur de rigidité de la matrice \mathbb{C}_m .

Pour déterminer les propriétés effectives de composites dont la répartition des phases n'est pas bien définie (sphérique, ellipsoïdale...), ou dont les particules sont initialement fissurées, l'homogénéisation par méthodes des champs moyens est limitée tandis que des méthodes des champs complets peuvent convenir. Une des approches possible dans ce cas, est l'homogénéisation par transformée de Fourier rapide.

2.5 Homogénéisation par méthode des champs complets

2.5.1 Principe de l'homogénéisation numérique par méthode FFT

L'homogénéisation par des méthodes à champs complets peut être réalisée numériquement soit par la méthode des éléments finis (EF) soit par les méthodes spectrales basées sur la transformée de Fourier rapide (Fast Fourier Transform (FFT)). L'homogénéisation numérique par FFT est une approche alternative à la méthode EF

qui permet de calculer la réponse locale et globale de matériaux hétérogènes périodiques tels que les composites à matrice métallique [Moulinec and Suquet, 1995, Moulinec and Suquet, 1998, Michel et al., 2001]. Les avantages de cette méthode sont résumés ci-dessous :

- Les calculs sont directement effectués à partir de microstructures obtenues par observations microscopiques en 2D (microscopie optique ou microscopie électronique) ou 3D, par tomographie ou reconstruction d’image, sans aucune opération de maillage et qui peut donc facilement être automatisée [Ghossein and Lévesque, 2012],
- Les champs de contraintes et déformations locaux sont directement calculés dans chaque pixel ou voxel de l’image,
- C’est une méthode qui se base sur la complexité des calculs des transformées de Fourier rapides, qui varie en $O(N \log N)$ et qui rend la méthode très efficace et beaucoup plus rapide que la méthode des éléments finis, dont la complexité varie en $O(N^2)$, pour des problèmes linéaires (en élasticité par exemple) [Michel et al., 1999].
- C’est une méthode qui impose des conditions aux limites périodiques, ce qui lui permet de converger vers le volume élémentaire représentatif (VER) choisi [Kanit et al., 2003].

Le principe de l’homogénéisation numérique par méthode FFT consiste à résoudre le problème local qui comprend l’équation d’équilibre, l’équation constitutive (relation entre les contraintes et déformations), et les conditions aux limites sur du VER. L’équation constitutive locale est :

$$\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) = \mathbb{C}(\mathbf{x}) : \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{u}(\mathbf{x})), \quad (1.9)$$

avec $\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x})$ le tenseur de contraintes, $\boldsymbol{\varepsilon}$ le tenseur des déformations et \mathbb{C} le tenseur de rigidité du matériau. Le tenseur de polarisation des contraintes $\boldsymbol{\tau}(\mathbf{x})$, qui correspond aux fluctuations de la contrainte locale associée au milieu hétérogène par rapport à celle découlant du “milieu de référence”, est défini par :

$$\boldsymbol{\tau}(\mathbf{x}) = (\mathbb{C}(\mathbf{x}) - \mathbb{C}^0) : \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{u}(\mathbf{x})), \quad (1.10)$$

avec \mathbb{C}^0 le tenseur de rigidité du milieu homogène de référence. Ceci permet de réécrire l’équation constitutive comme suit :

$$\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) = \mathbb{C}^0 : \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{u}(\mathbf{x})) + \boldsymbol{\tau}(\mathbf{x}). \quad (1.11)$$

Dans ce problème local, le tenseur de polarisation est inconnu. Le problème linéaire élastique dans le VER est donc le suivant [Moulinec and Suquet, 1998] :

$$\left\{ \begin{array}{l} \boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) = \mathbb{C}^0 : \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{u}(\mathbf{x})) + \boldsymbol{\tau}(\mathbf{x}) \\ \mathit{div}(\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x})) = \mathbf{0} \text{ dans le VER } (V) \\ \langle \boldsymbol{\varepsilon} \rangle = \mathbf{E} \\ \mathbf{u} - \mathbf{E} \cdot \mathbf{x} \text{ est périodique sur } \partial V \\ \boldsymbol{\sigma} \cdot \mathbf{n} \text{ est antipériodique sur } \partial V \end{array} \right.$$

La résolution de ce problème linéaire élastique est possible en utilisant l'équation de Lippmann-Schwinger en fonction du paramètre de Green périodique $\boldsymbol{\Gamma}^0$ associé au tenseur de rigidité \mathbb{C}^0 :

$$\boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{u}(\mathbf{x})) = -\boldsymbol{\Gamma}^0 * \boldsymbol{\tau}(\mathbf{x}) + \mathbf{E}. \quad (1.12)$$

Cette équation se résoud dans l'espace de Fourier qui permet de transformer le produit de convolution $*$ en produit tensoriel :

$$\hat{\boldsymbol{\varepsilon}}(\boldsymbol{\xi}) = -\boldsymbol{\Gamma}^0(\boldsymbol{\xi}) : \hat{\boldsymbol{\tau}}(\boldsymbol{\xi}) \quad \forall \boldsymbol{\xi} \neq 0, \quad \hat{\boldsymbol{\varepsilon}}(\mathbf{0}) = \mathbf{0} \quad (1.13)$$

Un algorithme de point fixe a été mis en place par [Moulinec and Suquet, 1998] pour calculer numériquement les champs de contraintes et de déformations.

2.5.2 Applications numériques de la méthode FFT

La méthode FFT a été appliquée avec succès pour calculer les réponses diélectriques [Moreaud, 2006, Jeulin and Moreaud, 2006], mécaniques [Ghossein and Lévesque, 2015, Willot, 2015, Genée et al., 2019], électriques [Willot et al., 2014] ainsi que celles liées à l'optique [Azzimonti et al., 2013] des composites. C'est une méthode qui peut être utilisée pour calculer la réponse physique de microstructures complexes et de toute taille comme par exemple dans le cas de l'étude multi-échelles des nano-composites de caoutchouc chargés de noir de carbone [Jean, 2011], l'étude d'un milieu granulaire (Willot et al, 2013) ou de polycristaux [Prakash and Lebensohn, 2009, Belkhabbaz et al., 2015, Hadjem-Hamouche et al., 2018, Wang et al., 2018] ainsi que pour la détermination des comportements complexes et non linéaires [Lebensohn et al., 2011, Lebensohn et al., 2012, Monchiet and Bonnet, 2013].

Pour les CMMps, les particules sont en général beaucoup plus rigides que la matrice, ce qui crée un contraste très important de propriétés entre la matrice et les renforts. Dans ce cadre de fort contraste des propriétés, le schéma de base [Moulinec and Suquet, 1998], n'est pas très adapté. Plusieurs schémas accélérés [Eyre and Milton, 1999, Michel et al., 2001, Monchiet and Bonnet, 2012] ont donc été développés pour améliorer le taux de convergence dans ce cas. Ces schémas peuvent également être utilisés dans le cas d'apparition de cavités dans le matériau hétérogène vu le contraste des propriétés entre le vide/matrice/particules.

La méthode FFT a beaucoup été utilisée pour obtenir numériquement les propriétés effectives de différents composites. Elle permet de calculer les propriétés effectives précises des composites renforcés par des particules sphériques [Ghossein and Lévesque, 2012], ou ellipsoïdales [Ghossein and Lévesque, 2014] distribuées de façon aléatoire. Elle a également été utilisée pour étudier le comportement thermique d'un matériau multiphase 3D composé de trois phases isotropes qui sont la matrice, les particules et le revêtement [Lemaitre et al., 2015]. Pour mieux modéliser les interfaces particules/matrice, une étude a attribué aux voxels contenant cette interface, une rigidité différente des phases constituantes de manière systématique. Ils considèrent ce voxel comme un stratifié constitué des deux phases (matrice et renfort) dont la rigidité n'est autre que la rigidité du stratifié correspondant [Kabel et al., 2015]. Dans une récente étude, les résultats obtenus par le biais de la méthode FFT sont corrélés aux résultats mesurés par corrélation d'images appliqués au composite Fe-TiB₂ [Hadjem-Hamouche et al., 2018].

La méthode FFT a été validée dans de nombreux cas concernant la détermination des propriétés effectives de composites en général et de CMMps en particuliers. En effet, il y a toujours eu une bonne corrélation des résultats obtenus par homogénéisation numérique basée sur la méthode FFT avec des résultats d'homogénéisation analytique (par mori-tanaka ou le schéma autocohérent) ainsi qu'avec des résultats expérimentaux.

On rappelle que pour effectuer de l'homogénéisation numérique par méthode FFT, il n'y a pas besoin de maillage mais juste d'une microstructure qui peut être générée aléatoirement pour des expérimentations numériques ou reconstruite à partir de données relatives à un matériau réel.

2.6 Reconstruction d'une microstructure par méthode de génération aléatoire

2.6.1 Principe

La reconstruction d'une microstructure quelconque est très utile pour reproduire la morphologie et la répartition des phases constituant la microstructure d'un matériau hétérogène et pouvoir l'utiliser en calcul numérique. Cette reconstruction de microstructures peut se faire de deux manières :

- Reconstruire une image obtenue directement par microscopie (2D) ou tomographie (3D), en se basant sur les niveaux de gris de cette dernière. Il est donc possible de distinguer les différentes phases constituantes du matériau hétérogène (seuillage de niveaux de gris) et transformer cette image en géométrie ou maillage qui peut être exploitable par les outils de calcul numérique. Il faut être très attentif à la variabilité de la répartition des phases dans le matériau pour choisir la zone à reconstruire. Le cas échéant, reconstruire plusieurs images, de différentes zones et effectuer des calculs sur toutes ces images.

- Reconstruire une microstructure en se basant sur une analyse statistique des phases constituant le matériau hétérogène. Pour un CMMp par exemple, le process étant d’abord, d’analyser les tailles, orientations et répartition des renforts dans la matrice, en considérant plusieurs images provenant de différentes zones du matériau. Ensuite, mettre les particules ayant les mêmes tailles et propriétés dans un même groupe. Enfin, les groupes issus de cette analyse statistique pourront être générés selon un algorithme de génération aléatoire de microstructures. C’est la méthode qui est utilisée dans cette étude.

2.6.2 Méthodes de génération aléatoire de microstructures

On distingue deux méthodes de génération aléatoire de microstructures dans la littérature :

1. La méthode **Dynamique Moléculaire** (MD = Molecular Dynamics) est une méthode de génération aléatoire de particules qui permet d’atteindre des fractions volumiques très importantes (50 à 70% selon la forme des particules) [Salnikov et al., 2015]. Elle se base sur la génération aléatoire de toutes les particules dans un premier temps, ensuite en cas d’intersection, il y a déplacement des particules pour s’éloigner les unes des autres selon une physique inspirée de la dynamique moléculaire ; il s’agit de forces appliquées sur les particules qui restent en mouvement jusqu’à ne plus avoir d’intersection entre elles. Des exemples de VERs générés en utilisant cette méthode sont illustrés sur la Figure 1.22. La Figure 1.22a illustre la génération d’une fraction volumique de 86 % de disques en 2D par la méthode MD [Lubachevsky and Stillinger, 1990] et la Figure 1.22b met en avant la génération de 40 % de particules cylindriques et sphériques en 3D en utilisant cette même méthode [Salnikov et al., 2015].
2. La méthode **Random Sequential Adsorption** (RSA) permet de générer des microstructures selon un principe très simple de génération aléatoire et de tests d’intersections. Pour un CMMp, le choix de la position de chaque inclusion (particule saine, particule fissurée ou cavité) est aléatoire en vérifiant, à chaque nouvelle inclusion générée, sa “non-intersection” avec les inclusions déjà générées et fixées. L’opération est répétée jusqu’à atteinte du nombre de particules ou de la fraction volumique ciblée [Widom, 1966, Feder, 1980, Rintoul and Torquato, 1997, Segurado and Llorca, 2002, Melro et al., 2008, Melro et al., 2012, Salnikov et al., 2015, Schneider et al., 2016]. La génération des particules peut suivre un ordre décroissant en fonction de la taille (diamètre ou facteur de forme) des particules pour une optimisation de temps de génération. La RSA s’est révélée efficace pour des fractions volumiques inférieures à 30% (Figure 1.23). Cependant, c’est une méthode qui, pour des fractions volumiques élevées (> 30%), peut s’avérer assez lente et parfois in-

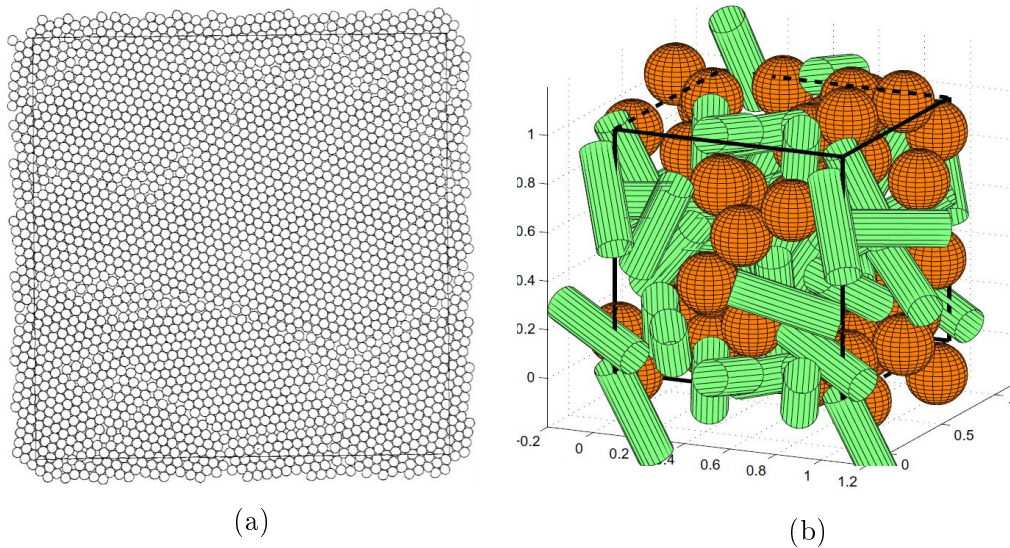


FIGURE 1.22 – Exemples de générations de VERs en utilisant l’algorithme de dynamique moléculaire (a) en 2D par [Lubachevsky and Stillinger, 1990] et (b) en 3D par [Salnikov et al., 2015].

adaptée.

La méthode RSA est beaucoup utilisée pour plusieurs raisons :

- C’est une méthode efficace pour des fractions volumiques de particules $< 30\%$ (la fraction volumique des inclusions du matériau de l’étude, ne dépassera pas les 15%),
- Le temps de génération aléatoire de microstructures par la méthode RSA est très faible pour une fraction volumique des particules $< 15\%$ (Fig. 1.23),
- L’utilisateur a une certaine facilité à générer différentes formes de particules, de cavités et de fissures,
- Elle permet de respecter la condition de périodicité, nécessaire pour certains types de calculs numériques comme la méthode FFT (ce qui est le cas pour la méthode MD aussi).

2.6.3 Représentativité des microstructures générées aléatoirement

Le volume élémentaire représentatif (VER) est un élément clé dans la modélisation des matériaux hétérogènes. Il n’est pas unique et dépend de la propriété estimée, de la précision requise et du nombre de mesures (numériques ou expérimentales) qui seront effectuées. Globalement, le VER peut être considéré comme le plus petit volume d’un matériau hétérogène, qui a la caractéristique d’être assez grand pour être statistiquement équivalent au matériau considéré dans l’étude. D’une part, il doit être capable de représenter toutes les hétérogénéités de sa microstructure. D’autre part, pour être en mesure de représenter le matériau et être considéré comme un élément de volume de la mécanique des milieux continus, le VER doit être le plus

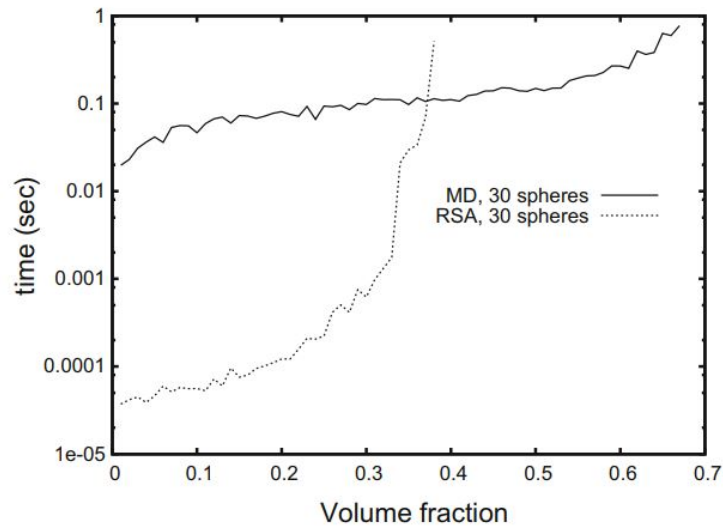


FIGURE 1.23 – Comparaison du temps de génération aléatoire pour les méthodes RSA et MD [Salnikov et al., 2015].

petit possible [Dirrenberger et al., 2019].

La définition originale de [Hill, 1963] exige qu’un VER (i) soit une structure type de tout le matériau hétérogène, en moyenne et (ii) contienne un nombre suffisant de renforts pour que les valeurs des modules apparents soient effectivement indépendants des valeurs de la force appliquée et/ou du déplacement, pour autant que ces valeurs soient “macroscopiquement uniformes”.

Si des microstructures aléatoires sont envisagées, les propriétés effectives du composite peuvent être évaluées selon la procédure présentée par [Kanit et al., 2003]. Dans cette procédure, pour un nombre donné de renforts représentés, plusieurs microstructures sont générées aléatoirement et les propriétés effectives sont calculées pour chacune d’entre elles. Le nombre de simulations est considéré comme suffisant lorsque les propriétés effectives sont comprises dans un intervalle de confiance donné, dont la largeur est inférieure à un certain seuil. Le processus peut être répété pour un nombre croissant de renforts si celui qui est fixé au début n’est pas suffisant tout en gardant les mêmes propriétés des particules telles que la fraction volumique et le facteur de forme. Le VER est déterminé lorsque les propriétés effectives moyennes convergent. L’étude de [Moussaddy et al., 2013] a montré que cette procédure est précise lorsque le facteur de forme des particules est inférieur à 30, ce qui est le cas dans cette étude.

[Pélissou et al., 2009] ont amélioré l’approche de [Kanit et al., 2003] en introduisant une incertitude à la fois à la valeur moyenne et à la variance, et l’ont appliquée à des problèmes non linéaires. Ensuite, [Dirrenberger et al., 2014] ont étendu la méthode originale à une microstructure “artificielle” démontrant que l’approche est applicable même à des matériaux très complexes.

Dans cette étude, c'est l'approche de [Ghossein and Lévesque, 2012] qui sera utilisée. Il a repris l'étude de [Kanit et al., 2003], et affirme que pour converger, le nombre n de simulations est suffisant si l'inégalité (1.14) est vérifiée.

$$\max(X) \leq 0.1\%, \quad X = \frac{T_{1-\alpha}^{n-1} S_E}{E\sqrt{n}}. \quad (1.14)$$

E est le module d'Young du composite et T est le quantile de la distribution de la loi student avec $n - 1$ degrés de liberté et un seuil de confiance qui est souvent pris équivalent à $1 - \alpha = 0.95$. Cette approche a été appliquée par [Ghossein and Lévesque, 2012] pour un composite renforcé avec des particules sphériques et ensuite avec des particules ellipsoïdales, dans les études [Ghossein and Lévesque, 2014, Ghossein and Lévesque, 2015].

Ainsi, après avoir vu comment déterminer les propriétés élastiques des CMMps, que ce soit par le biais des méthodes d'homogénéisation analytiques ou numériques, vient l'étude de leur endommagement.

3 Modélisation de l'endommagement ductile

3.1 Généralités sur l'endommagement ductile des métaux

Le terme "endommagement" est très souvent utilisé pour décrire la dégradation des propriétés d'un matériau [Maire and Chaboche, 1997]. Deux approches permettent d'en rendre compte :

- La première approche, phénoménologique, pour coupler le cumul d'endommagement avec le comportement d'un matériau, est basée sur la mécanique continue de l'endommagement (Continuum Damage Mechanics (CDM)), où l'endommagement est considéré comme une variable d'état interne (scalaire ou tensorielle), D , qui décrit les effets des événements microscopiques de façon phénoménologique et macroscopique [Kachanov, 1999]. C'est un outil purement macroscopique qui ne décrit pas physiquement et micromécaniquement les caractéristiques locales du matériau. Cette approche peut être illustrée de manière simplifiée par la fraction volumique d'un élément de volume endommagé dans l'équation :

$$D = \frac{dV_i - dV_v}{dV_i} = \frac{dV_D}{dV_i} \quad (1.15)$$

dV_v est le volume du vide qui s'est créé en conséquence de l'endommagement dans l'élément de volume initial dV_i et dV_D est donc le volume endommagé dans ce même élément de volume. Cette variable D agit directement sur les propriétés mécaniques en tout point du solide : la contrainte σ [Rabotnov, 1969], la déformation ε [Lemaitre, 1985] et finalement le module

d'Young E en appliquant la loi de Hooke :

$$\sigma = \frac{\sigma_D}{1-D}, \quad \varepsilon = \frac{\sigma_D}{E_D}, \quad E_D = E(1-D) \quad (1.16)$$

L'indice D correspond au matériau endommagé. La variable d'endommagement D est comprise entre 0 et 1, $D = 0$ correspond au matériau sain et $D = 1$ à la rupture totale du matériau.

- La deuxième approche, micromécanique, se base sur les phénomènes physiques de nucléation, croissance et coalescence des cavités dans un matériau. Cette cavitation est décrite par la variable interne f_v qui représente la fraction volumique de vide dans un matériau homogène. Le comportement plastique macroscopique d'un matériau est modifié avec la présence de ces cavités. La variable d'endommagement f_v relative à ce phénomène physique est définie comme étant la fraction volumique de vide (équation 1.17).

$$f_v = \frac{\text{volume des cavites}}{\text{volume total}} \quad (1.17)$$

3.2 Modèles d'endommagement ductiles micromécaniques

Depuis les années 70, la prise en compte de l'endommagement ductile avec des modèles micromécaniques a fait l'objet de nombreuses études. On peut distinguer de nos jours, deux types de modèles d'endommagement :

- **Les modèles découplés** prennent en compte une variable externe qui prédit la rupture lorsqu'une valeur critique est atteinte. L'endommagement calculé n'a aucun effet sur les caractéristiques mécaniques du matériau.

Rice et Tracey [Rice and Tracey, 1969] ont développé un modèle découplé basé sur la croissance de cavités. Leur approche prend en compte la croissance d'une cavité sphérique dans un milieu rigide infini parfaitement plastique. L'expression de l'évolution de l'endommagement ductile est donnée par l'équation :

$$\frac{dR}{R} = \alpha \exp\left(\frac{3\sigma_H}{2\sigma_{eq}}\right) d\bar{\varepsilon}^p, \quad (1.18)$$

R est le rayon actuel de la cavité, α une constante, σ_H la contrainte hydrostatique, σ_{eq} la contrainte équivalente. Le modèle de Rice et Tracey considère une cavité isolée et ne prend pas en compte les interactions entre les différentes cavités et l'évolution de la déformation plastique équivalente $d\bar{\varepsilon}^p$.

L'avantage des modèles découplés est qu'ils sont faciles à implémenter et possèdent peu de paramètres à identifier puisque l'endommagement n'est pas

considéré pendant la caractérisation. Leur principal défaut est que l'endommagement n'est pas couplé aux champs mécaniques.

- **L'approche couplée** permet de rendre compte, dans la loi de comportement, de la dégradation des propriétés mécaniques due au développement de l'endommagement.

Gurson [Gurson, 1977] fut le premier à introduire un couplage entre le comportement et l'endommagement basé sur la croissance de cavités sphériques en s'inspirant des travaux préalables de Rice et Tracey [Rice and Tracey, 1969]. Ensuite, Chu et Needleman [Chu and Needleman, 1980] ont abordé et modélisé la nucléation de ces cavités qui vont croître au cours du chargement. Enfin, la phase de coalescence a été modélisée par [Thomason, 1985] qui a proposé un modèle micromécanique qui permet de déterminer la charge limite à laquelle débute la coalescence qui mène par la suite à la rupture finale.

3.2.1 Croissance des cavités

Durant cette étape de croissance, l'écoulement plastique de la matrice engendre la déformation et grossissement des cavités.

→ Modèle de Gurson

La première hypothèse de Gurson [Gurson, 1977] est que la fonction de charge pour les matériaux ductiles évolue par la présence de vides. Après accumulation de cavités, la capacité du matériau à supporter la charge appliquée diminue. Le modèle initial de Gurson ne considère que la phase de croissance de ces cavités. Son étude a porté sur une seule cavité sphérique noyée dans une matrice dont la forme est sphérique avec un taux de déformation homogène sur bord de la sphère extérieure. Cette matrice est considérée homogène et supposée rigide parfaitement plastique obéissant au critère de plasticité de von Mises. Son critère d'écoulement plastique inclut une dépendance à la partie hydrostatique qui a un effet sur l'évolution du rayon de la cavité. L'originalité du modèle de Gurson est l'introduction de la fraction volumique de vide f_v dans la fonction de charge, exprimée en fonction de la contrainte macroscopique Σ [Gurson, 1977] :

$$\phi(\Sigma) = \left(\frac{\Sigma_{eq}}{\sigma_0} \right)^2 + 2f_v \cosh \left(\frac{3\Sigma_m}{2\sigma_0} \right) - 1 - f_v^2 = 0 \quad (1.19)$$

Avec $\Sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2} \mathbf{s} : \mathbf{s}}$ contrainte macroscopique équivalente de von Mises (\mathbf{s} : déviateur des contraintes),

Σ_m : contrainte moyenne,

σ_0 : Limite d'élasticité de la matrice homogénéisée.

Il est facile de vérifier que, lorsqu'il n'y a pas de vide dans le matériau ($f_v = 0$), la fonction de charge devient identique à celle de von Mises.

La loi d'écoulement plastique macroscopique est obtenue par normalité, car le passage du microscopique au macroscopique conserve cette propriété ; le taux de déformation macroscopique eulérien est donné, en fonction du multiplicateur plastique $\dot{\lambda}$, par :

$$\mathbf{D}^p = \dot{\lambda} \frac{\partial \Phi}{\partial \boldsymbol{\Sigma}}(\boldsymbol{\Sigma}) \quad , \quad \dot{\lambda} \begin{cases} = 0 & \text{si } \Phi(\boldsymbol{\Sigma}) < 0 \\ \geq 0 & \text{si } \Phi(\boldsymbol{\Sigma}) = 0 \end{cases} \quad (1.20)$$

À partir de la conservation de masse, le changement du volume apparent et l'incompressibilité plastique de la matrice, en considérant une croissance des cavités dans le matériau, la vitesse d'évolution de la fraction volumique est donnée par :

$$\dot{f}_{\text{croissance cavites}} = (1 - f) \text{tr}(\mathbf{D}^p) \quad (1.21)$$

L'écrouissage est pris en compte en utilisant l'approche heuristique de [Gurson, 1977] ; la contrainte d'élasticité constante σ_0 dans le critère (1.19) est remplacée par une contrainte d'élasticité moyenne $\bar{\sigma}$ donnée par l'équation :

$$\bar{\sigma} = \sigma(\bar{\varepsilon}), \quad (1 - f_v) \bar{\sigma} \dot{\bar{\varepsilon}} = \boldsymbol{\Sigma} : \mathbf{D}^p \quad (1.22)$$

avec $\sigma(\varepsilon)$ la fonction d'écrouissage qui donne la limite d'élasticité en fonction de la déformation plastique cumulée ε , et $\bar{\varepsilon}$ est une valeur moyenne de la déformation équivalente. L'évolution de $\bar{\varepsilon}$ est également donnée dans l'équation 1.22.

→ Modèle de Gurson-Tvergaard-Needleman

Cette extension du modèle Gurson bien connue sous le nom de modèle GTN a été proposée, de façon heuristique, par Tvergaard and Needleman [Tvergaard and Needleman, 1984]. Cette loi de comportement complète le modèle de Gurson initial en supprimant deux de ses limites. La première étant l'écart qu'il y a entre quelques simulations micromécaniques de rupture ductile sur des cellules élémentaires de formes plus réalistes que la sphère creuse de Gurson et les résultats expérimentaux et la seconde est l'impossibilité de décrire les étapes de nucléation et de coalescence.

Tvergaard et Needleman [Tvergaard and Needleman, 1984] proposent ainsi de remplacer la porosité f_v par un paramètre f_v^* , dépendant de la fraction volumique de vides à partir de laquelle la coalescence intervient. Ils ont également contribué à l'ajout des paramètres d'ajustement q_1 , q_2 et q_3 dans l'expression de la surface de charge :

$$\phi(\boldsymbol{\Sigma}) = \left(\frac{\Sigma_{eq}}{\sigma_0} \right)^2 + 2q_1 f_v^* \cosh \left(\frac{3q_2 \Sigma_m}{2\sigma_0} \right) - 1 - q_3 (f_v^*)^2 = 0 \quad (1.23)$$

→ D'autres extensions du modèle de Gurson

De nombreux travaux ont donc développé et généralisé le critère proposé par Gurson à d'autres formes de cavités et à des conditions de chargement plus générales.

- Le modèle de Gologanu-Leblond-Devaux (GLD) [Gologanu et al., 1993, Gologanu et al., 1994, Gologanu et al., 1997] est une des premières extensions du modèle GTN qui prend en compte les effets de forme des cavités, pour remédier à la limitation du modèle GTN qui ne considère que des cavités sphériques. Plusieurs autres travaux ont apporté des améliorations dans ce contexte [Gărăjeu et al., 2000, Madou and Leblond, 2012a, Madou and Leblond, 2012b, Morin et al., 2015a].
- Une autre extension significative est au niveau de l'écoulement. Le modèle initial de Gurson décrit un comportement parfaitement plastique. [Leblond et al., 1995] ont étendu le modèle au cas d'une matrice à écoulement isotrope. Le modèle Gurson a également été étendu au cas d'un comportement plastique avec écoulement cinématique [Mear and Hutchinson, 1985, Ragab, 2004]. Récemment, une extension pour les matériaux ductiles poreux présentant un écoulement isotrope et cinématique a été proposée par [Morin et al., 2017].
- Quelques travaux [Benzerga and Besson, 2001, Monchiet et al., 2008, Keralavarma and Benzerga, 2010] ont étendu le modèle de Gurson en remplaçant le comportement plastique isotrope de von Mises par le comportement plastique anisotrope de Hill [Hill, 1948]. En effet, une autre limitation du modèle GTN est de considérer un comportement isotrope dans la fonction de charge. Les observations ont prouvé que l'anisotropie plastique de la matrice autour des cavités peut avoir une influence sur l'évolution de l'endommagement.
- L'introduction de la viscoplasticité dans le modèle GTN est possible [Leblond et al., 1994, Nègre et al., 2003]
- La nucléation des cavités n'était pas prise en compte avant l'introduction d'un modèle phénoménologique de Chu et Needleman [Chu and Needleman, 1980, Needleman, 1987].
- [Pardoën, 2006] a amélioré à la fois la modélisation de la croissance des cavités et la prédiction de rupture en couplant son modèle au critère de coalescence de [Thomason, 1990].

3.2.2 Nucléation des cavités

La nucléation a été définie par [Curran et al., 1987] comme l'apparition de cavités ou de fissures microscopiques qui définit la limite de continuité du matériau. Ainsi, dans les métaux polycristallins avec des grains de quelques micromètres, l'apparition de vides avec des tailles d'environ un micromètre dans les joints de grains ou à l'intérieur des grains constituerait une nucléation.

La nucléation des cavités a été introduite par le modèle phénoménologique de Chu et Needleman [Chu and Needleman, 1980, Needleman, 1987]. Ce modèle qui se base sur des analyses micromécaniques, fournit sous sa forme générale, le taux de nucléation des cavités en fonction des taux de déformation et de contrainte du matériau. Il est composé de deux termes de nucléation de cavités, l'un associé à la déformation contrôlée et l'autre à la contrainte contrôlée :

$$\dot{f}_{\text{nucléation}} = B(c_1\dot{\sigma}_{eq} + c_2\dot{\sigma}_m) + D\dot{\bar{\epsilon}} \quad (1.24)$$

En pratique, le terme associé à la contrainte contrôlée est généralement négligé $B = 0$; sa dépendance à la contrainte hydrostatique le rend sensible aux instabilités, ce qui favorise la localisation précoce de l'écoulement [Pan et al., 1983, Benzerga and Leblond, 2010, Benzerga et al., 2016]. En outre, le terme de déformation D , bien qu'il ne soit pas associé à un critère énergétique, est généralement considéré comme suffisant pour rendre compte de la nucléation des cavités au niveau macroscopique [Benzerga and Leblond, 2010, Benzerga et al., 2016] :

$$D = \frac{f_N}{s_N\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{1}{2}\left(\frac{\bar{\epsilon} - \epsilon_N}{s_N}\right)^2\right) \quad (1.25)$$

$\bar{\epsilon}$ est la déformation plastique moyenne, f_N la fraction volumique des cavités nucléées, ϵ_N la déformation moyenne de nucléation des cavités et s_N un écart type.

3.2.3 Coalescence des cavités

La rupture finale d'un matériau implique la croissance de cavités voisines jusqu'à leur coalescence. Cette étape de coalescence des cavités intervient quand leur croissance atteint un seuil critique. Ce mécanisme se produit très rapidement et est difficile à observer. La fonction f_v^* proposée par [Tvergaard and Needleman, 1984] dans l'équation (1.23) avait pour but de tenir compte des effets de la coalescence rapide des cavités à la rupture.

Pour illustrer ce phénomène de coalescence, la Figure 1.24 montre plusieurs cavités qui se connectent progressivement ensemble, via un processus de coalescence, au cours de la déformation d'alliages de magnésium à haute température (la plus grande cavité est en jaune tandis que les autres sont en bleu) [Lhuissier et al., 2013].

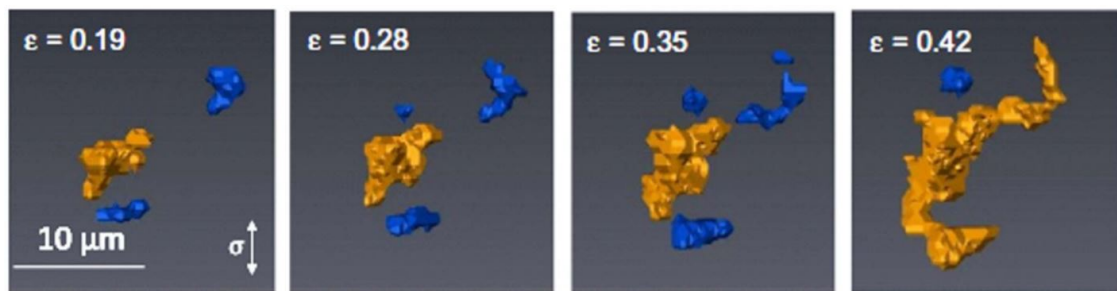


FIGURE 1.24 – Exemple de coalescence : plusieurs cavités se connectent progressivement ensemble via un processus de coalescence [Lhuissier et al., 2013].

[Thomason, 1985] fut le premier à proposer une analyse limite en proposant un modèle micromécanique qui permet de déterminer la charge limite de coalescence, d'un vide prismatique contenu dans un élément prismatique et d'un vide cylindrique contenu dans un élément cylindrique. Pour lui, la coalescence apparaît entre les cavités, en conséquence de la localisation de la déformation plastique. Pour les cavités très aplaties, le critère de [Thomason, 1985] n'est pas très adapté pour en déterminer la charge limite. Dans les travaux de [Benzerga et al., 2001], une amélioration heuristique a donc été présentée. Ce modèle a ensuite été revisité et amélioré, pour obtenir un critère de coalescence purement analytique [Benzerga and Leblond, 2014, Morin et al., 2015b, Turki et al., 2015]. Puis, un critère macroscopique, pour des matériaux ductiles poreux, qui tient compte à la fois de la croissance et de la coalescence des cavités a été développé par [Morin et al., 2016]. Ces critères de coalescence sont utilisés en parallèle avec ceux de la croissance.

Ainsi, la déformation plastique au cours d'un procédé de formage comme l'emboutissage ou le laminage à froid peut générer de la nucléation de cavités dans la matrice, de la fissuration et/ou décohésion des particules, selon le composite considéré. D'autant plus qu'une faible adhérence entre les renforts et la matrice ou une introduction involontaire d'inclusions résiduelles lors de la fabrication peuvent être à l'origine de la nucléation des cavités dans le CMMp. Ces cavités qui se créent, dont la fraction volumique varie selon le matériau, peuvent être la cause d'une éventuelle baisse de rigidité du composite.

3.3 Relation entre baisse de rigidité et endommagement des CMMps

3.3.1 Intérêt de la prédiction de baisse de rigidité des CMMps

La mise en forme d'un composite à matrice métallique à renforts particuliers peut engendrer l'apparition de différents mécanismes d'endommagement traités dans la section 1.1.4 : nucléation de vide dans la matrice, rupture des particules et/ou décohésion aux interfaces matrice/renforts (Fig. 1.2). Le laminage à froid du composite Al-Al₂O₃ [Lee and Subramanian, 1992] par exemple, a fait apparaître une quantité considérable de particules endommagées. Dans les travaux de [Poole and Charras, 2005], l'endommagement sous forme de particules fissurées a été

introduit volontairement par laminage à froid dans le composite Al-Si. Par conséquent, l'apparition de cavités suite à ces différents mécanismes qui se manifestent, engendre inévitablement une baisse de la rigidité des CMMps.

Pour de nombreuses pièces de structures en CMM à renforts particuliers céramiques, le principal critère de dimensionnement est la rigidité. Ces pièces seront pour la plupart, mises en forme soit par des procédés à chaud ou à froid avant leur utilisation. Par conséquent, il est intéressant de connaître, modéliser et prédire l'évolution de cette rigidité d'un CMMp donné, au cours du chargement.

3.3.2 Synthèse des travaux ayant mesuré et/ou estimé la baisse de rigidité des CMMps

Plusieurs travaux ont étudié la baisse ou perte de rigidité de composites renforcés avec des particules céramiques ou de matériaux comme la fonte à graphite sphéroïdal (GS) qui peut être considérée comme un composite à matrice métallique affaibli par des particules de graphite. Parmi ces travaux :

1- Le composite Al-Al₂O₃ Dans l'article [Lee and Subramanian, 1994], le module d'Young du composite Al-Al₂O₃, est mesuré en utilisant la méthode de résonance dynamique. La variation des modules de ces composites, qui sont laminés à froid et à chaud, est mise en avant, en fonction du taux de réduction de leur épaisseur par laminage. Un taux de réduction (écrouissage) de x% correspond à une diminution de x% de l'épaisseur de la tôle laminée. Le laminage à chaud provoque moins d'endommagement aux renforts que le laminage à froid. Ce qui permet d'avoir des composites laminés à chaud, plus proches d'un comportement isotrope, avec un module d'Young plus élevé (Fig. 1.25). Cette étude montre que les différentes valeurs des modules d'Young augmentent aux premiers stades du laminage et baissent par la suite. Pendant le laminage, il y a trois paramètres qui influencent la valeur du module d'Young : (i) la redistribution des particules Al₂O₃, (ii) la formation de texture et (iii) l'apparition de microfissures. Lors des premières passes de laminage chaud ou froid, c'est la redistribution des particules ainsi que la texturation de la matrice qui favorisent l'augmentation des valeurs des modules d'Young. Plus le taux de réduction augmente, plus le nombre et la fraction volumique des microfissures augmentent, ce qui engendre la baisse des valeurs des modules d'Young pour les deux composites LAC et LAF dans les deux directions L et T (Fig. 1.25).

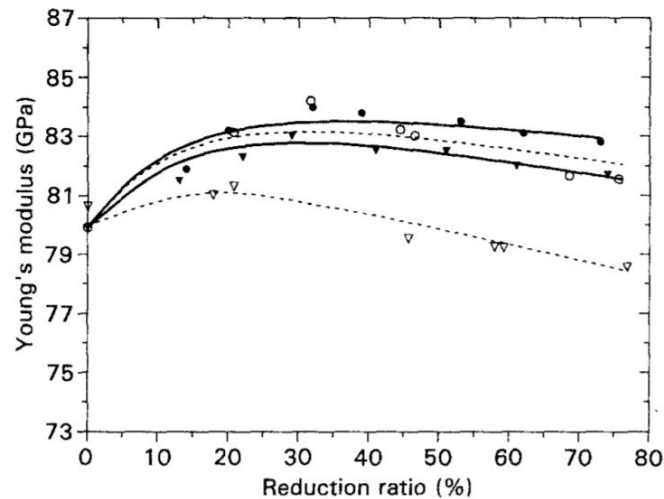


FIGURE 1.25 – Modules d'Young mesurés expérimentalement des composites Al- Al_2O_3 (—) laminé à chaud (LAC) (- - -) laminé à froid (LAF) dans les directions longitudinales (L) et transversale (T) : (▽) LAF - T, (○) LAF - L, (▼) LAC - T, (●) LAC - L [Lee and Subramanian, 1994].

La baisse de rigidité suite au laminage à froid est plus importante que la baisse de rigidité suite au laminage à chaud et vice versa pour la hausse de rigidité suite aux premières passes de laminage.

2- La fonte GS La baisse de rigidité de la fonte à graphite sphéroïdal (fonte GS) a été mesurée par [Murakami et al., 1998], au cours des essais de traction charge/décharge, pendant la décharge. Sa microstructure, sur la Figure 1.26, rappelle celle d'un composite à matrice métallique, qui au lieu d'être renforcé, est affaibli par les particules de graphite, qui ont un module de rigidité très faible. Les mécanismes d'endommagement prépondérants de ce matériau sont la décohésion à l'interface particules de graphite/matrice ainsi que la rupture ductile de la matrice ferritique induite par la déformation plastique et la nucléation et croissance de micro cavités à l'interface [Murakami et al., 1998].

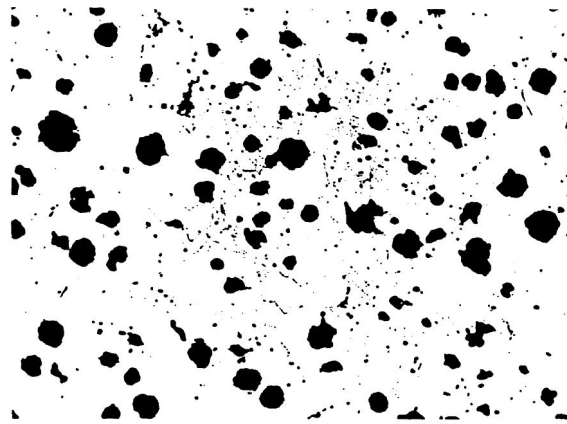


FIGURE 1.26 – Microstructure de la fonte GS de l'étude [Murakami et al., 1998].

La courbe de contrainte-déformation issue d'un essai de traction simple de la fonte GS est donnée sur la Figure 1.27 [Murakami et al., 1998]. Les modules d'Young ainsi que les coefficients de Poisson mesurés lors de l'essai sont donnés dans la Figure 1.28. D'un côté, il y a le module d'Young axial qui initialement était égal à 169 GPa et qui baisse jusqu'à la valeur 151 GPa juste avant la rupture, ce qui fait une baisse de module d'environ 11 % (voir Figure 1.28a). Cette baisse de rigidité est due principalement à la décohésion à l'interface particules de graphite/matrice qui contribue à l'initiation et la croissance de cavité dans le matériau. D'un autre côté, le coefficient de poisson ν_{12} qui baisse de la valeur 0.285 à 0.265, ce qui équivaut à 8 % de baisse. Cette baisse de coefficient de poisson, explique le passage du comportement global du matériau d'un comportement isotrope initialement à un comportement anisotrope à cause de l'évolution de l'endommagement anisotrope [Murakami et al., 1998].

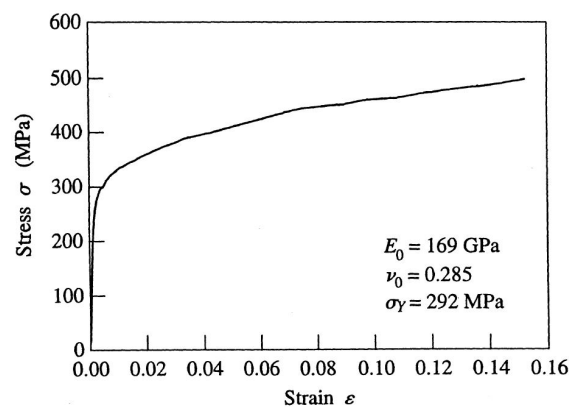


FIGURE 1.27 – Courbe contraintes-déformations vraies de la fonte GS de l'étude [Murakami et al., 1998].

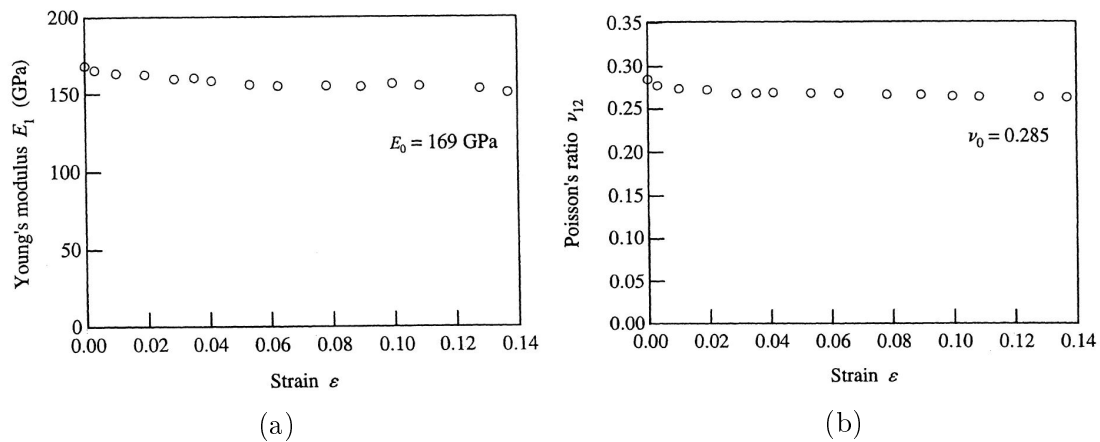


FIGURE 1.28 – Baisse de rigidité de la fonte GS lors du chargement [Murakami et al., 1998]. (a) Baisse du module d'Young et (b) Baisse du coefficient de Poisson.

Le composite Al-SiC_p Les baisses de rigidité des composites à matrice d'alliage aluminium X2080 renforcés avec 15 % et 20 % de particules en carbure de silicium (SiC_p) ont été déterminées dans l'étude de [Derrien et al., 1999]. Le mécanisme d'endommagement prépondérant dans ces composite est la rupture des particules et a été déterminé par des essais de traction *in-situ* MEB. Ils ont observé, expérimentalement, des bandes de déformation plastique à l'extrémité de la fissure créée au niveau de la particule fissurée. Ces déformations intenses en bout de fissure, conduisent par la suite à la décohésion des précipités, et c'est la croissance des micro-cavités nucléées qui transformera cette bande de déformation en fissure macroscopique. Pour étudier l'effet de cet endommagement sur les propriétés de ce composite, ils ont mesuré l'évolution du module d'Young lors d'un essai de traction qui peut baisser entre 10 à 15% par rapport aux valeurs initiales. La Figure 1.29 illustre les courbes de traction ainsi que celles de la baisse du module d'Young au cours du chargement des deux composites Al-SiC_p renforcés avec 15 % et 20 % de particules SiC_p [Derrien et al., 1999].

La Figure 1.29b montre également que la baisse du module d'Young du composite Al-SiC_p varie selon la fraction volumique des renforts. En effet, à la même déformation macroscopique, le taux de baisse du module est plus important pour le composite Al-20%SiC_p.

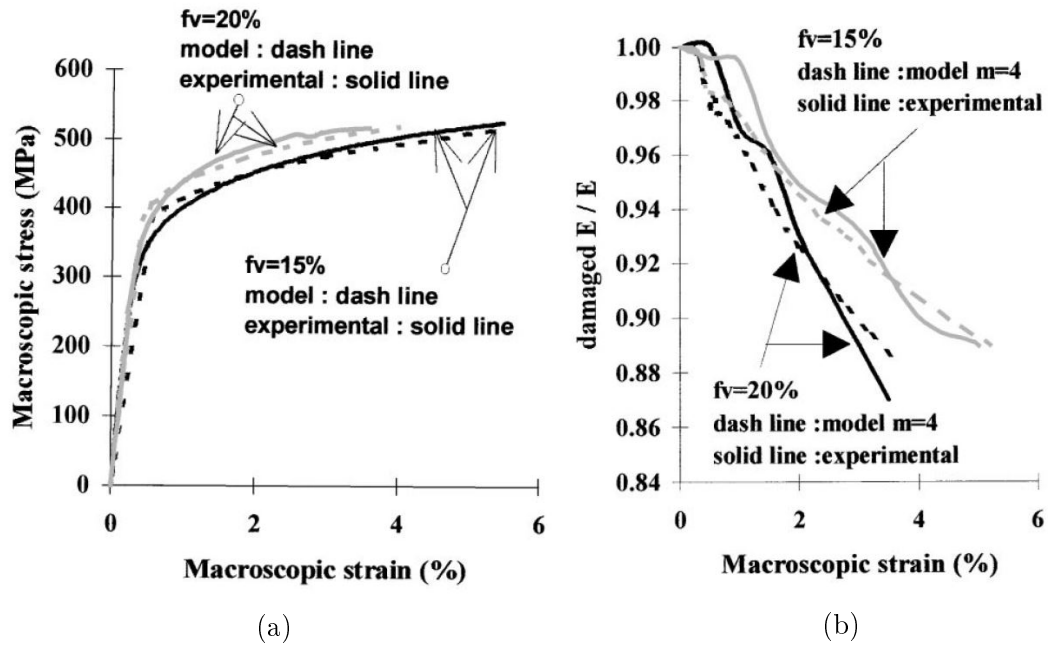


FIGURE 1.29 – (a) Courbe contraintes-déformations macroscopiques du composite Al-SiC_p (b) Baisse de module d'Young au cours du chargement du composite Al-SiC_p [Derrien et al., 1999].

[Derrien et al., 1999] ont également modélisé le comportement en traction jusqu'à rupture de composites Al-SiC. Ils ont utilisé l'approche de Mori-Tanaka étendue au comportement non linéaire par le biais de modules sécants modifiés pour l'application aux matériaux poreux [Hu, 1996]. Dans ces composites, la rupture des particules SiC est le principal mécanisme d'endommagement et une loi de Weibull est utilisée pour définir la probabilité de rupture qui augmente avec la contrainte et avec la taille des particules. À chaque étape de chargement, la contrainte dans les particules est calculée par le modèle de Mori-Tanaka et si le critère de rupture local est activé, les particules fissurées (fissures type penny-shape) sont intégrées dans le modèle. À proximité des particules fissurées, la nucléation et la croissance de cavités dans la matrice est alors favorisée par la forte déformation plastique dans les bandes de cisaillement. Ces cavités dans la matrice contribuent à la baisse de rigidité effective du composite et sont donc également prises en compte. Les champs de contraintes et déformations près des particules rompues sont calculés en utilisant les champs Hutchison Rice Rosengren (HRR) modifiés pour prendre en considération les vides dans la matrice, ce qui permet d'avoir accès au taux de croissance de vide dans la matrice adjacente (Fig. 1.30). Le tenseur de rigidité du composite est alors recalculé à chaque étape du chargement pour prendre en considération toutes les sources d'endommagement. La diminution du module d'Young longitudinal calculé lors d'un essai de traction est représentée sur la Figure 1.29b avec les résultats expérimentaux.

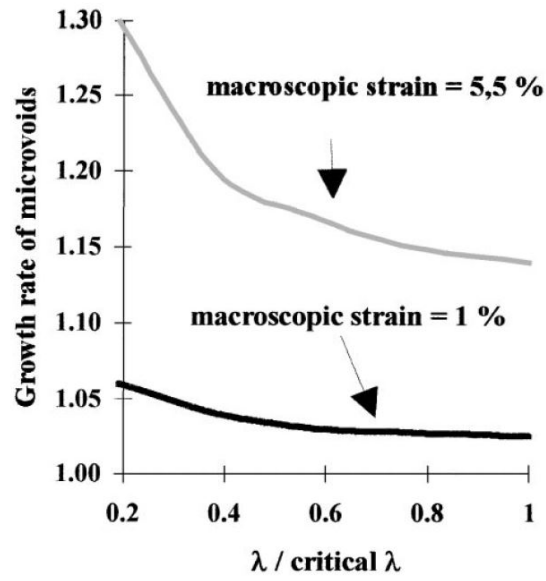


FIGURE 1.30 – Taux de croissance des micro-cavités à proximité d’une particule rompue. [Derrien et al., 1999].

CHAPITRE

2

MATÉRIAUX DE L'ÉTUDE : LES COMPOSITES FE-TIB₂ LAC ET LAF

Ce chapitre est consacré à la présentation du matériau de l'étude : le composite Fe-TiB₂ ainsi qu'à la détermination de ses propriétés effectives. Dans un premier temps, les techniques de caractérisation de la microstructure et du comportement de ce composite sont présentées, suivies de son procédé d'élaboration. Les modules d'Young du matériau, dans le sens du laminage et perpendiculairement au sens du laminage, sont d'abord mesurés expérimentalement. Ensuite, une reconstruction des microstructures observées est réalisée en se basant sur une analyse statistique des microstructures des composites Fe-TiB₂ laminés à chaud et à froid, ce qui permettra la détermination de leurs propriétés effectives, par calcul numérique, basé sur la méthode FFT. Il y aura également une confrontation des résultats obtenus expérimentalement, numériquement et analytiquement. Et puisque la génération aléatoire de microstructure permet une exploration de différents paramètres, les effets de la fraction volumique, du facteur de forme et de l'éventuelle désorientation des particules TiB₂ sur les modules élastiques du composite seront étudiés.

1 Matériaux de l'étude : les composites Fe-TiB₂

Les matériaux qui sont caractérisés dans cette étude sont des nouveaux composites à matrice ferritique renforcée avec des particules de diborure de titane, produits par solidification eutectique : les composites Fe-TiB₂. Lors de la solidification par le procédé de coulée continue, les particules de TiB₂ précipitent selon une réaction eutectique. La taille de la microstructure est proportionnelle à la vitesse locale de solidification qui diminue de la peau vers le cœur du produit. Plus la vitesse de

refroidissement à la solidification augmente, plus la microstructure finale est fine [Bonnet et al., 2008]. Ensuite, après la coulée continue, les brames obtenues vont subir soit :

- Un laminage à chaud (LAC),
- Un laminage à chaud suivi d'un laminage à froid (LAF).

Après laminage à froid, les échantillons subissent un traitement de recristallisation. Le cycle thermique est donné sur la Figure 2.1.

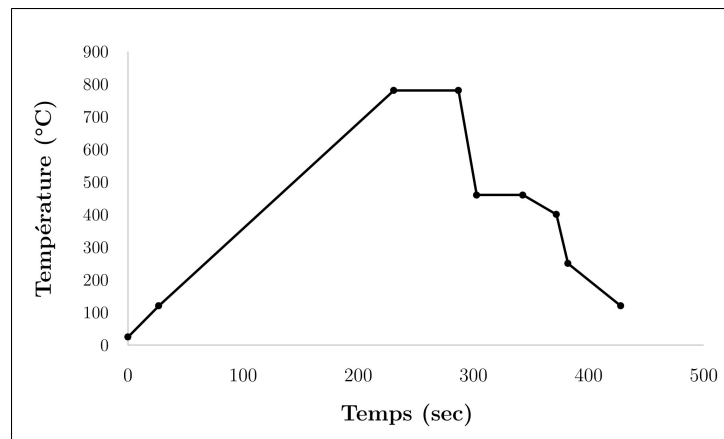


FIGURE 2.1 – Cycle thermique de recristallisation appliqué aux échantillons laminés à froid.

Ces nouveaux composites sont élaborés et fournis par ArcelorMittal sous forme de plaques. Celles qui sont laminées à chaud ont une épaisseur de 2.5 mm. Pour des épaisseurs plus faibles, une étape supplémentaire de laminage à froid est nécessaire. Les produits LAF fournis par ArcelorMittal ont une épaisseur de 1.5mm.

ArcelorMittal a apporté des améliorations au composite Fe-TiB₂ au niveau de sa composition et des conditions de solidification. Ceci dans le but de se rapprocher du point eutectique, essayer de supprimer ou à minima diminuer la fraction de particules hyper-eutectiques et d'homogénéiser la taille et la distribution des particules primaires et eutectiques tout en veillant à avoir la taille la plus fine possible de ces particules.

La composition chimique ainsi que le procédé de fabrication de ces composites Fe-TiB₂ LAC et LAF ont été modifiés par rapport aux précédentes coulées étudiées par [Hadjem-Hamouche et al., 2012, Dammak et al., 2014, Hadjem-Hamouche et al., 2018]. La nouvelle composition chimique est donnée dans le tableau 2.1.

TABLE 2.1 – La composition chimique du composite Fe-TiB₂.

Éléments	C	Al	Cr	Mn	Ni	Si	Ti	B	P	Ti libre
Masse%	0.04	0.07	0.06	0.09	0.04	0.17	5.4	1.69	0.01	1.66

La différence entre la composition chimique du matériau de cette étude et celui des anciennes coulées réside dans le pourcentage de bore (B) et du titane (Ti). En effet, pour le matériau de cette étude, le pourcentage de bore est plus faible et celui du titane libre est plus important, ce qui donne un ratio Ti/B plus élevé. La nouvelle microstructure est alors constituée d'une matrice full ferritique et de particules en TiB₂.

2 Caractérisation microstructurale des composites Fe-TiB₂

Une préparation minutieuse des échantillons ou éprouvettes du Fe-TiB₂, prélevés dans des plaques fournies par ArcelorMittal, est une étape très importante, avant de passer aux observations microscopiques. Ceci est dû à la grande différence de dureté des deux phases constituant ce composite : matrice en acier ductile et particules de TiB₂ très dures.

2.1 Techniques de caractérisation microstructurale

Préparation métallographique Après découpe, les échantillons et éprouvettes sont généralement enrobés dans de la résine pour faciliter l'étape de polissage. L'enrobage se fait à chaud pour des petits échantillons et la poudre utilisée est de la résine phénolique conductrice (chargée en carbone) qui est adaptée aux observations au MEB. Pour les éprouvettes qui sont utilisées lors des essais *in-situ* MEB, l'enrobage se fait à froid en utilisant une résine qui se dissout à l'acétone, afin de pouvoir facilement désenrober avant les essais.

En termes de polissage, les éprouvettes de Fe-TiB₂ sont polies mécaniquement en utilisant des disques diamantés en nids d'abeille adaptés à ce type de matériau contenant des phases dont la dureté est comprise entre 150 et 2000 HV. L'échantillon passe ensuite sur des disques de finition avec des suspensions de diamants de taille de particules 9, 3 et 1 µm, puis l'OPS. Pour être capable d'observer les éventuelles cavités/vides dans ce matériau, déjà existantes dans le matériau brut ou qui apparaissent après chargement, ces étapes ne sont pas suffisantes. En effet, s'il y a des cavités, elles peuvent être partiellement ou totalement obstruées par la matrice ferritique ductile qui s'étale lors du polissage mécanique. Par conséquent, une étape de polissage électrolytique (en utilisant une solution à base d'éthanol, d'éther monobutylique et d'acide perchlorique) est mise en place après le polissage mécanique pour mettre en relief ces vides, notamment pour le composite laminé à froid. Les conditions des deux polissages (temps, vitesse, débit, tension etc.) ont été optimisées pour avoir le meilleur état de surface possible.

Caractérisations microstructurales La caractérisation microstructurale des composites Fe-TiB₂ nécessite différentes techniques expérimentales qui seront brièvement présentées.

- **Microscopie optique**

Un microscope optique, de résolution assez fine pour distinguer les particules qui sont de tailles microscopiques, est parfois suffisant pour vérifier l'état de surface, voir l'orientation des particules ou constater, comme première approche, si la répartition des particules est assez homogène sur tout l'échantillon. Dès lors qu'une analyse plus poussée est requise, à des grossissements plus importants, un microscope électronique à balayage est nécessaire.

- **Microscopie électronique**

La microscopie électronique à balayage (ou MEB) est basée sur l'interaction électrons / matière provoquant entre autres, l'émission d'électrons secondaires (SE, pour secondary electrons en anglais), d'électrons rétrodiffusés (BSE, pour backscattered electrons en anglais) ou de rayons X. Les électrons secondaires permettent d'obtenir un contraste topographique de l'échantillon avec une bonne résolution. Ce mode de détection a été utilisé, au cours de cette thèse, essentiellement pour l'observation des faciès de rupture. Les électrons rétrodiffusés permettent d'avoir un contraste chimique des phases avec une résolution moins bonne que celles des électrons secondaires. Afin de bien distinguer entre les deux phases et caractériser la microstructure et l'endommagement du composite (morphologie des particules, leurs distributions dans la matrice, fissuration, décohésion, ...), ces deux modes ont été combinés et ont ainsi permis de superposer les deux contrastes topographique et chimique tout en gardant une bonne résolution.

Les observations microscopiques dans un MEB permettent d'atteindre des grossissements plus importants lors de la caractérisation de la microstructure du matériau. Dans le cas du composite Fe-TiB₂, c'est la forme, la taille, la fraction volumique, l'orientation et la répartition des particules qui sont recherchées. Il servira aussi au suivi et à la quantification de l'endommagement du composite. Au cours de cette thèse, deux MEB ont été utilisés pour la caractérisation de la microstructure et l'endommagement du Fe-TiB₂ : un MEB Zeiss Evo MA10 à filament tungstène et équipé de détecteurs d'électrons secondaires, rétrodiffusés et de rayons X. Il est situé sur le site du PIMM au CNAM Paris. Le second MEB est un Hitachi 4800 équipé des mêmes types de détecteurs. Ce dernier est un MEB à émission de champ (FEG) disponible à l'ENSAM. La tension qui a été choisie pour l'observation des échantillons est de 20 kV.

- **Diffraction des électrons rétrodiffusés**

La diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron BackScatter Diffraction, EBSD) est une technique d'analyse cristallographique locale des matériaux cristallins. Elle

permet de mesurer des cartographies d'orientations (reconstruction de la microstructure à partir de la mesure des orientations cristallographiques) et des phases. Plusieurs données, outre la texture cristallographique elle-même, sont accessibles à partir de ces cartographies comme la morphologie et la taille de grains, l'énergie élastique stockée dans le matériau et quelques déformations élastiques et plastiques.

Cette technique est basée sur l'acquisition et l'analyse des clichés de diffraction de Kikuchi obtenus à partir de l'interaction entre un faisceau d'électrons et la surface d'un échantillon cristallin. L'analyse de ces clichés et plus précisément leur indexation, permet de déterminer l'orientation des grains constitutifs du matériau. Les électrons rétrodiffusés, issus de l'interaction faisceau d'électrons/échantillon et se trouvant en incidence de Bragg avec les plans réticulaires réflecteurs vont diffracter selon deux cônes de diffraction appelés cônes de Kossel. L'intersection de ces cônes de Kossel avec un diapositif de détection (écran d'une caméra) forme un diagramme de Kikuchi (figure 2.2).

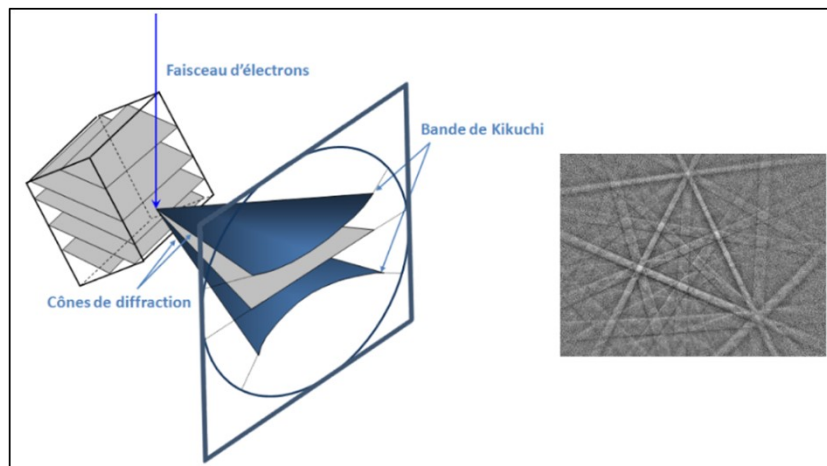


FIGURE 2.2 – Principe de l'EBSD et diagramme de Kikuchi [Geoscience Montpellier, 2015].

Le succès de la phase d'indexation nécessite une bonne qualité de diagramme de diffraction, ce qui passe par une préparation métallographique minutieuse de l'échantillon. Expérimentalement, l'obtention des diagrammes Kikuchi nécessite l'inclinaison de l'échantillon pour former un angle de 70° entre sa surface et le faisceau d'électrons incident (angle pour lequel le coefficient de rétrodiffusion est optimum).

Dans le cadre de cette thèse, les analyses EBSD ont été réalisées chez ArcelorMittal à Maizières. Les données présentées ont été acquises à partir d'un MEB FEG Jeol 7001-F et d'un système EBSD d'acquisition rapide HKL (Oxford Instrument). Les données ont été acquises avec un pas d'indexation qui varie de 0.1 à 0.3 μm pour les composites LAF et LAC. Lors des analyses, il a été considéré qu'une désorientation de plus de 15° correspondait à un joint de grains.

• Pycnométrie eau

La mesure des masses volumiques de différents échantillons de Fe-TiB₂ dans plusieurs zones des plaques fournies est un indicateur de l'homogénéité ou de l'hétérogénéité de la distribution des particules dans le composite. La technique de mesure de densité utilisée est illustrée sur la Figure 2.3. Elle est basée sur le principe d'Archimède. On commence par mesurer la masse de l'échantillon sec dans l'air : $m_{ech-air}$ (Fig. 2.3a). Ensuite, on mesure la masse de ce même échantillon, sur un plateau d'une balance, immergé dans un liquide (de l'eau pour notre étude) : $m_{ech-eau}$ (Fig. 2.3b), à température ambiante. La température du liquide au moment de la mesure est très importante puisqu'elle entraîne des variations de la masse volumique du liquide et par conséquent, de celle de l'échantillon. Il faut éviter la formation de bulles d'air dans le liquide au risque de fausser la mesure. La masse volumique de l'échantillon est calculée selon l'équation :

$$\rho_{ech} = \frac{m_{ech-air}}{m_{ech-air} - m_{ech-eau}}(\rho_{eau} - \rho_{air}) + \rho_{air} \quad (2.1)$$

ρ_{air} et ρ_{eau} sont respectivement les densités de l'air et de l'eau.

Pour un même échantillon, la mesure a été répétée cinq fois, pour plus de fiabilité. Les masses volumiques de tous les échantillons du composite Fe-TiB₂, de cette étude sont égales à 7.51 ± 0.02 g/cm³ pour le laminé à chaud et à 7.4 ± 0.02 g/cm³ pour le laminé à froid. La répartition des particules au sein de la matrice ferritique est donc homogène.

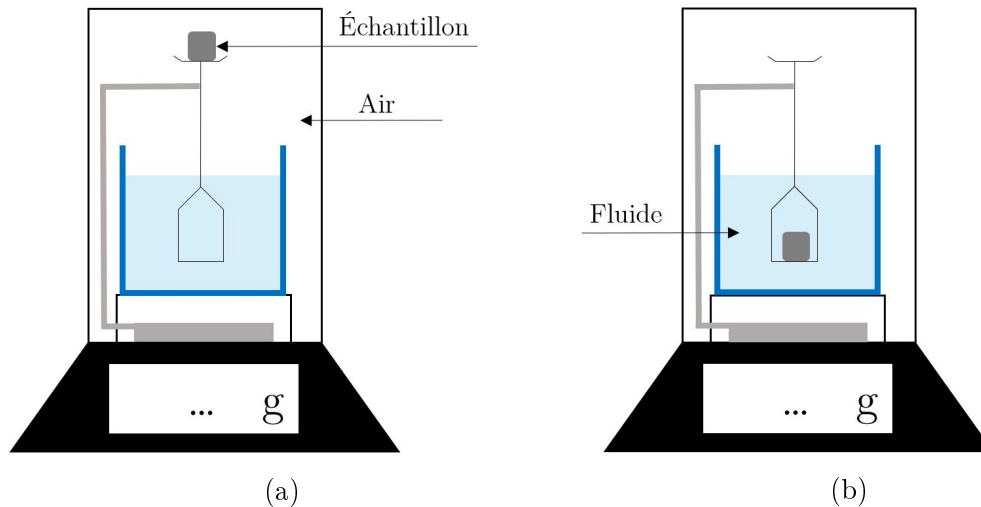


FIGURE 2.3 – Méthode de la double-pesée : (a) mesure de la masse dans l'air et (b) dans l'eau (b).

2.2 Microstructures des matériaux

Les observations MEB (Fig. 2.4), mettent en avant une matrice ferritique renforcée avec des particules TiB₂ (en noir). Les principales observations sont réalisées sur

les deux surfaces : le plan longitudinal (RD, TD) et transversal (TD, ND) (voir le schéma sur la figure 2.4e). Les particules sont toujours divisées en deux familles ; des particules hexagonales primaires de TiB₂ et un mélange eutectique de ferrite et de TiB₂. En revanche, la distribution de toutes les particules est homogène et on remarque que les particules primaires sont peu nombreuses (elles sont de forme hexagonale et apparaissent dans les sections transversales, désignées avec des flèches blanches sur les figures 2.4b et 2.4d).

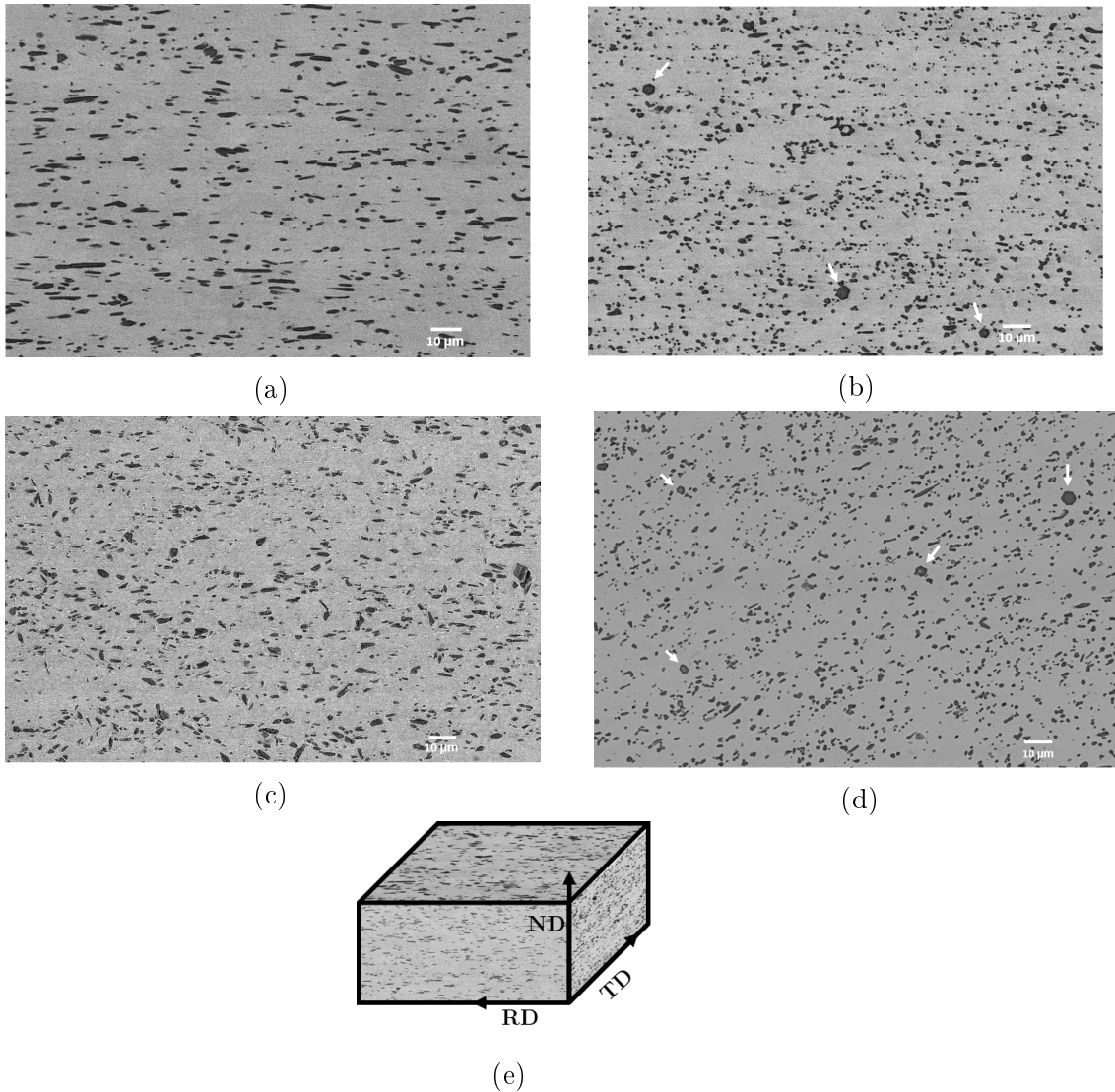
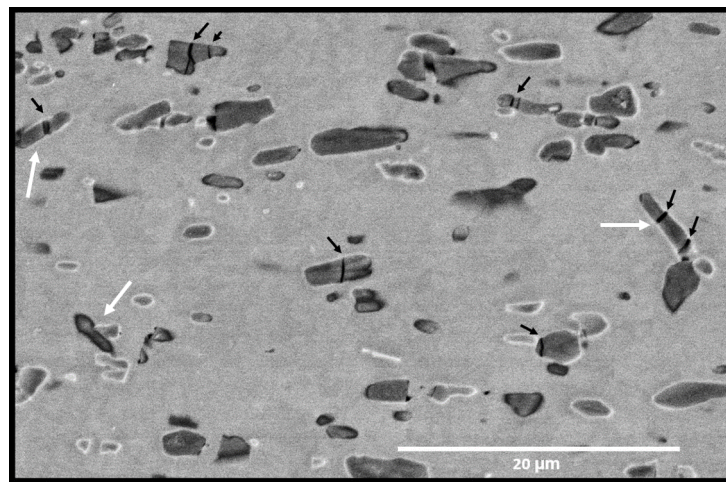


FIGURE 2.4 – Observations microscopiques du composite Fe-TiB₂ (les particules TiB₂ apparaissent en noir et la matrice en gris clair) : (a) microstructure du LAC dans le plan longitudinal, (b) microstructure du LAC dans le plan transversal, (c) microstructure du LAF dans le plan longitudinal et (d) microstructure du LAF dans le plan transversal. (e) Schéma des plans d’observation : le plan longitudinal correspond au plan ((RD, TD)) et transversal au plan ((TD, ND)).

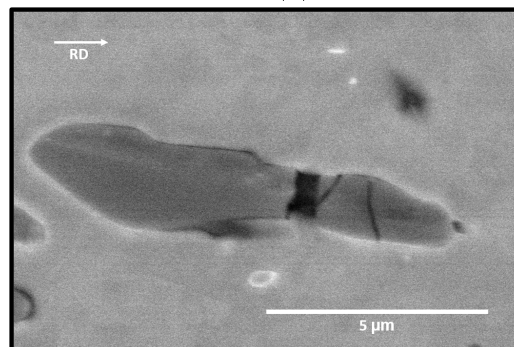
Pour rappel, les particules en TiB₂ présentent un comportement élastique “isotrope transverse” (voir Fig. 1.8) avec des propriétés effectives dans la direction transversale

qui sont supérieures à celles dans la direction longitudinale et une faible densité $\rho = 4.5 \text{ g/cm}^3$ [Okamoto et al., 2010]. Cette isotropie transverse est particulière au vu de la géométrie des particules qui sont majoritairement allongées et alignées dans le sens du laminage.

En comparant avec la microstructure des coulées précédemment élaborées par Arcelor et étudiées par [Hadjem-Hamouche et al., 2012, Dammak, 2014, Hadjem-Hamouche et al., 2018], on remarque que le nombre de particules primaires a considérablement diminué et leurs tailles sont tellement proches des tailles des particules eutectiques, qu'elles pourraient être confondues à première vue. La figure 2.4a montre une répartition des renforts TiB₂ dans la matrice ferritique uniforme et homogène. En analysant les microstructures, en surface dans le sens longitudinal, on constate que la géométrie des particules est ellipsoïdale.



(a)



(b)

FIGURE 2.5 – (a) Détails de la microstructure du composite LAF. Les particules rompues sont indiquées par des flèches noires et les particules désorientées par des flèches blanches, (b) Exemple d'une particule fissurée dans le composite LAF.

En plus de la diminution de l'épaisseur des plaques, une des principales caractéristiques du procédé de laminage à chaud est une ré-orientation de la grande majorité des particules TiB₂ dans la direction de laminage, sans les endommager puisqu'en

atteignant de hautes températures, la matrice ferritique devient suffisamment malléable. En revanche, pendant le laminage à froid, qui s'opère à température ambiante, la rupture ou fissuration de quelques particules est inévitable comme on l'observe sur la figure 2.5. On remarque aussi que malgré la réorientation des particules dans le sens du laminage, quelques-unes (désignées par des flèches blanches sur la figure 2.5a) restent tout de même désorientées de quelques degrés (c'est le cas aussi pour le Fe-TiB₂ LAC). Globalement, la fraction volumique des particules est la même pour les deux composites car il s'agit du même matériau avant le laminage mais des vides apparaissent dans le composite LAF suite à la rupture des particules. L'analyse microstructurale mettra en évidence, en détail, les principales différences entre les microstructures des composites laminés à chaud et à froid. Toutes ces données seront prises en compte lors de la reconstruction des microstructures.

2.3 Textures cristallographiques des matériaux

La caractérisation de la microstructure et de la texture des composites LAC et LAF a été réalisée par EBSD chez ArcelorMittal, sur des surfaces de $1 \times 1 \text{ mm}^2$. L'analyse des cartographies d'orientations dans le plan (RD, TD) selon la direction de laminage, en termes de morphologie des grains et de répartition dans la matrice, révèle des grains ferritiques équiaxes (Fig. 2.6a et 2.6b). Les figures de pôles représentées sur les deux figures 2.6c et 2.6d mettent en évidence une faible texture cristallographique de la matrice ferritique dans les deux composites Fe-TiB₂ LAC et LAF.

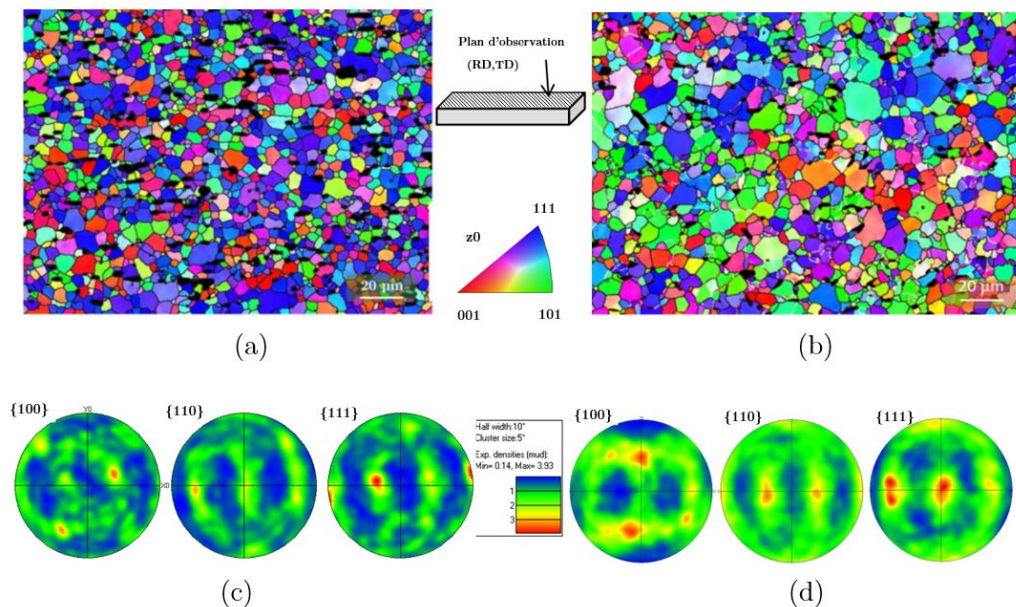


FIGURE 2.6 – Cartographies d'orientations des grains de la ferrite dans le plan (RD, TD) selon la direction de laminage des composites Fe-TiB₂ (a) LAF et (b) LAC (les particules TiB₂ sont en noir). Figures de pôles $\{100\}$, $\{110\}$ et $\{111\}$ dans les plans (RD, TD) (c) LAF et (d) LAC.

La distribution de la taille de grains du composite Fe-TiB₂ LAF resp. LAC est

représentée sur la Figure 2.7a resp. 2.7b. La taille moyenne des grains est estimée autour de 3 μm pour les deux composites.

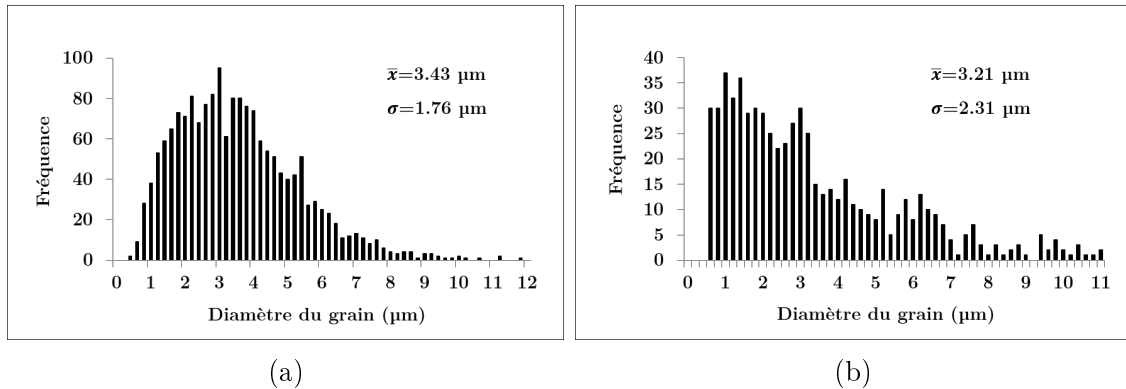
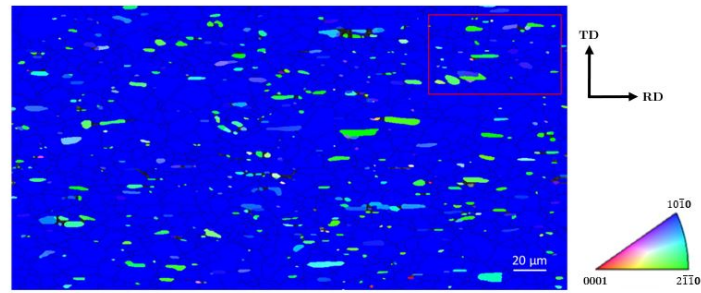


FIGURE 2.7 – Distribution de tailles des grains des composites Fe-TiB₂ (a) LAF et (b) LAC.

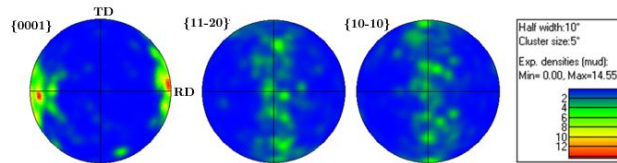
Les mesures EBSD ont également permis de mettre en évidence la texture cristallographique des particules TiB₂ qui s'avère être la même dans les deux composites LAC et LAF. La figure 2.8a montre la cartographie d'orientations des particules, dans le composite LAF, sur le plan (RD, TD) selon la direction ND. Une texture marquée est observée avec l'axe *c* de la structure cristalline hexagonale des TiB₂ orienté principalement dans la direction du laminage comme le montre la figure de pôle {0001} de la figure 2.8b.

Par ailleurs, les figures 2.8a, 2.9a et les profils de désorientations de la figure 2.9 montrent que certaines particules de TiB₂ ne sont pas monocristallines. Le caractère polycristallin est indiqué par la présence de particules multicolores sur les cartographies d'orientations des TiB₂ (Fig. 2.8a, 2.9a).

Ce caractère peut également être mis en évidence en traçant l'évolution de la désorientation d'un point à un autre, ou le cumul de désorientations par rapport à un point donné de la particule comme le montre les profils de la figure 2.9. Les désorientations dans les particules monocristallines sont très faibles et ne dépassent pas quelques degrés (voir la figure 2.9b pour la particule 1). Cependant, elles sont très importantes, pouvant dépasser un angle de 50°, dans certaines particules polycristallines (voir les figures 2.9c et 2.9d pour les particules 2 et 3).

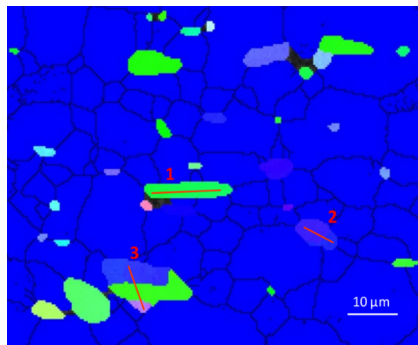


(a)

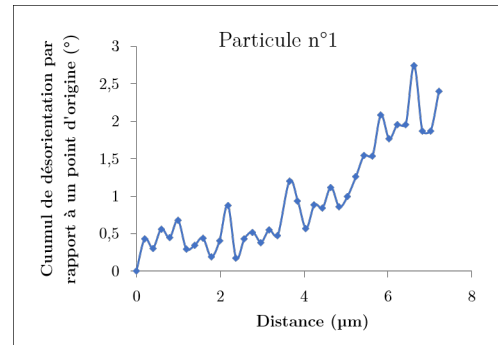


(b)

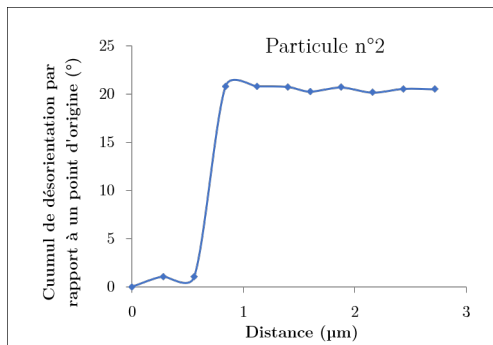
FIGURE 2.8 – (a) Cartographie d'orientations des particules TiB₂, (b) figures de pôles {0001}, {1120} et {1010} obtenues par EBSD dans le plan (RD, TD).



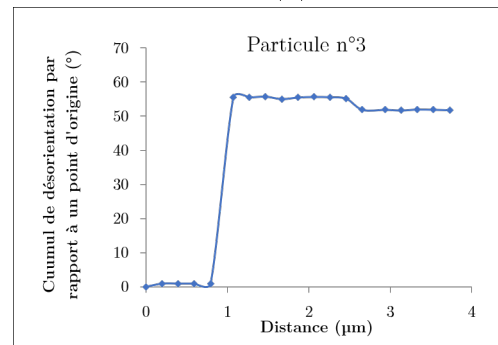
(a)



(b)



(c)



(d)

FIGURE 2.9 – (a) Détail de la cartographie d'orientations des particules TiB₂ de la figure 2.8. Évolution de la désorientation cumulée à l'intérieur de la particule TiB₂ (b) monocristalline num. 1 (c) polycristalline num. 2 et (d) polycristalline num. 3.

Les observations MEB et EBSD ont permis de faire une analyse qualitative de la

microstructure des deux composites Fe-TiB₂ LAC et LAF. Cependant, une analyse quantitative est essentielle pour reconstruire une microstructure représentative des matériaux de l'étude.

3 Analyse et reconstruction des microstructures des composites Fe-TiB₂

3.1 Analyse quantitative des paramètres morphologiques des particules TiB₂

Les images, acquises au MEB avec plusieurs niveaux de gris, permettent une caractérisation des microstructures des composites, notamment des formes, tailles et fractions volumiques des particules en suivant des étapes de binarisation illustrées sur la figure 2.11. Elles permettent aussi la quantification de cavités ou fissures (voir Fig. 2.10), si elles existent, ainsi que la détermination de la fraction (en volume ou en nombre) des particules fracturées ou ayant subi une décohésion au niveau de leurs interfaces. Le logiciel d'analyse d'images "imageJ" et des codes "Python" ont été utilisés pour la caractérisation de la microstructure des composites Fe-TiB₂.

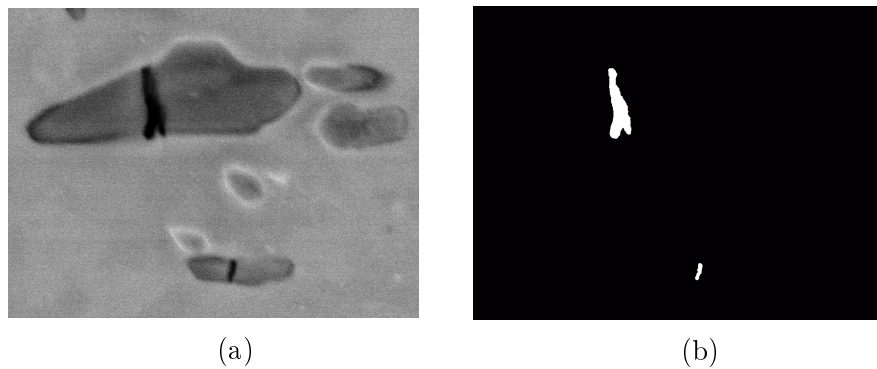


FIGURE 2.10 – Illustration de la méthode de détection du vide (fissures dans ce cas), en utilisant un seuillage de niveaux de gris.

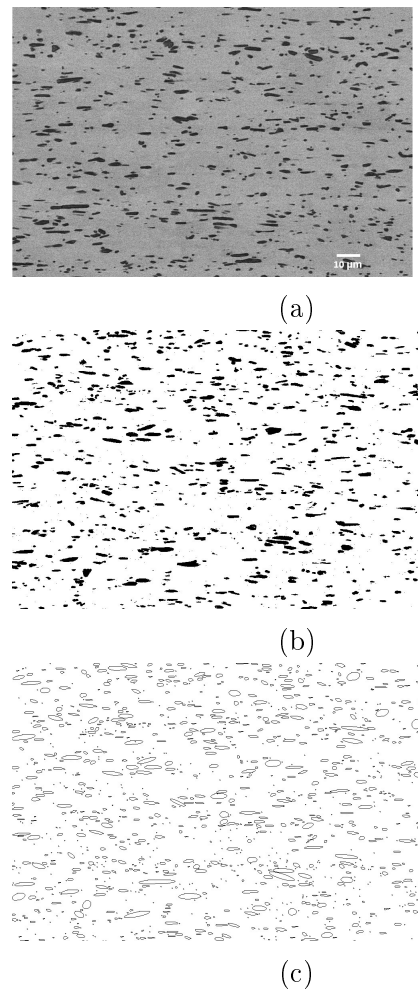
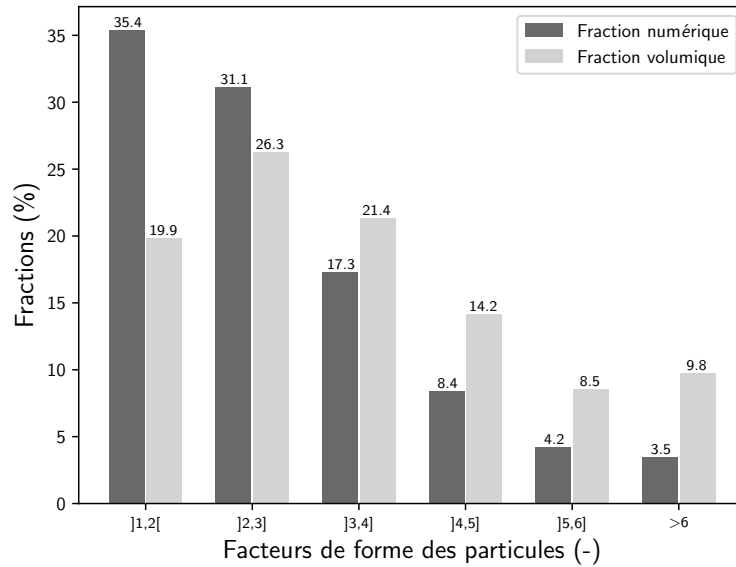


FIGURE 2.11 – Illustration des étapes d’analyse d’image MEB pour la caractérisation d’une microstructure saine. (a) Image initiale, (b) binarisation et (c) distinction de chaque particule pour mesurer tous les paramètres qui y sont associés : longueur, largeur, élançement, surface etc.

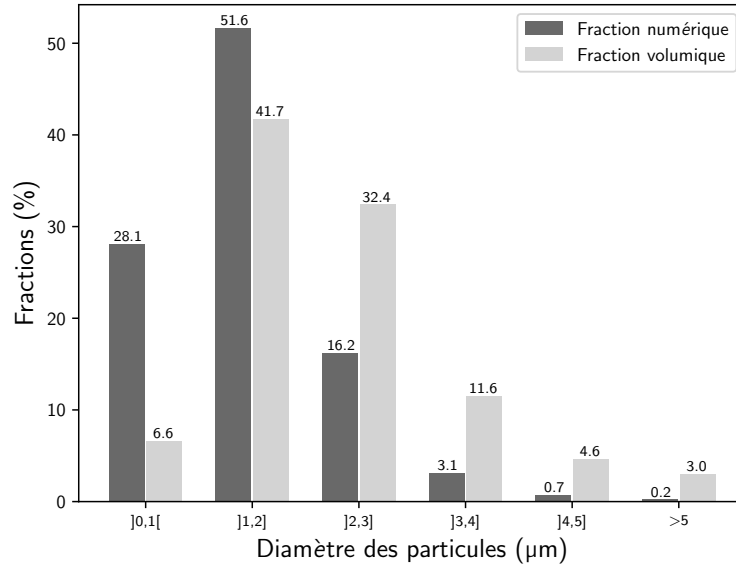
Le composite Fe-TiB₂ laminé à chaud Divers échantillons ont été prélevés sur les plaques de composite Fe-TiB₂ LAC. Une analyse statistique de la fraction volumique, des tailles et formes des particules a été réalisée. Cette analyse a permis de déterminer une fraction volumique moyenne des particules de TiB₂ ($v_f = 10\%$) à la fois dans le plan parallèle au sens de laminage ((RD, TD)) et dans le plan perpendiculaire au sens du laminage ((TD, ND)). Suite à cette analyse, les particules ont été classées selon leurs (i) rapports de forme dans le sens de laminage, et leurs (ii) diamètres dans le sens transversal (figure 2.12).

Les rapports de forme ou élançement (le rapport entre le grand axe et petit axe) des ellipses représentant les particules, donnés sur la figure 2.12a, sont classés de 1 à 6. Pour la répartition des particules en nombre, les particules dont l’élançement est le plus faible sont les plus nombreuses et plus l’élançement augmente, plus le nombre des particules diminue. En revanche, on remarque que leur distribution est

relativement homogène en fonction de la fraction volumique.



(a)



(b)

FIGURE 2.12 – Résultat de l'analyse d'images MEB du composite Fe-TiB₂ LAC. Répartition des particules (a) selon leur élancement dans le sens du laminage ((RD, TD)) et (b) selon leurs diamètres dans le sens perpendiculaire à la direction du laminage ((TD, ND)).

La distribution des diamètres équivalents par rapport à la surface des particules, donnée sur la figure 2.12b, révèle que la majorité des particules ont des diamètres

compris entre 1 et 4 μm . Leur contribution moyenne à la fraction volumique est d'environ 92 % et la contribution des particules restantes est inférieure à 8 %.

Les diamètres choisis qui représenteront toutes les particules, sont donc 2 et 3 μm . Ainsi, la répartition des groupes choisie est la suivante : (a) 20% de la fraction volumique totale des particules est la fraction volumique des particules ayant un élanement de 1, (b) 27% des particules ont un élanement de 2, (c) 23% des particules ont un élanement de 3, et enfin (d) une moyenne de 30% des particules ont un élanement de 6.

Les analyses statistiques des microstructures, selon les propriétés géométriques des particules, ont permis de choisir de classer les particules en 5 groupes. Ainsi, la fraction moyenne de chaque groupe, les diamètres et les élanements des particules sont donnés dans le tableau 2.2 pour le LAC.

TABLE 2.2 – Classification des 5 groupes (G1, G2, G3, G4 and G5) de particules du composite LAC.

Groupe	G1	G2	G3	G4	G5
Diamètre (μm)	2	3	3	3	2
Élanement	6	3	2	1	1
Fraction numérique des particules %	30	23	27	10	10
Fraction volumique des particules %	3	2.3	2.7	1	1

Le composite Fe–TiB₂ laminé à froid Une caractéristique importante du composite laminé à froid est qu'il contient une fraction volumique de vide moyenne d'environ $v_f = 0.15$ %. Ces vides sont sous forme de fissures dans les particules, majoritairement perpendiculaires à la direction de laminage. Elles sont révélées lors des observations MEB, réalisées après polissage électrolytique (voir figure 2.5). Les ouvertures de ces fissures font en moyenne de 1 μm .

La rupture des particules pendant le laminage à froid conduit à des élanements différents de ceux observés dans le composite laminé à chaud. La répartition des particules reste la même puisque le composite LAF s'obtient à partir du LAC. La quantification du nombre de particules rompues a donné les résultats suivants : 45% des particules dont l'élanement est égale à 6, 40% des particules dont l'élanement est égale à 3, 30% des particules dont l'élanement est égale à 2 et 30% des particules dont l'élanement est égale à 1, sont rompues. Ainsi, les tailles, les fractions en nombre de particules du composite Fe–TiB₂ LAF et la fraction en nombre de fissures dans chaque groupe de particules sont données dans le tableau 2.3.

TABLE 2.3 – Classification des 5 groupes (G1, G2, G3, G4 and G5) de particules et fissures du composite LAF.

Groupe	G1	G2	G3	G4	G5
Diamètre (µm)	2	3	3	3	2
Élancement	6	3	2	1	1
Fraction des particules %	30	23	27	10	10
Fraction des particules fissurées %	45	40	30	30	30

Toutes ces analyses statistiques serviront de base à la génération aléatoire de microstructures représentatives des deux composites de l'étude : Fe-TiB₂ LAC et LAF.

3.2 Reconstruction des microstructures représentatives du Fe-TiB₂

3.2.1 Méthodologie

Pour la reconstruction des microstructures, on se base sur les résultats d'analyse d'images des microstructures des deux matériaux Fe-TiB₂ LAC et LAF. Puisque la fraction volumique des particules est inférieure à 30%, la méthode utilisée est la méthode de génération aléatoire de microstructures RSA dont les étapes sont détaillées dans le chapitre bibliographie. Pour appliquer l'algorithme RSA, la fraction volumique ou la fraction en nombre des particules est nécessaire. Les données du tableau 2.3 permettront de générer les particules TiB₂ d'abord, puis les fissures, selon la fraction des particules rompues de chaque groupe dans le cas du composite LAF.

L'analyse statistique d'images MEB 2D dans les deux directions, servira de base pour générer des microstructures 3D représentatives de composites Fe-TiB₂. Tous les paramètres géométriques et topologiques définissant la microstructure peuvent alors être facilement modifiés afin d'introduire de la porosité ou des fissures comme observé dans le cas du Fe-TiB₂ LAF, ou pour explorer des distributions alternatives de constituants. En effet, une expérimentation numérique est tout à fait envisageable en variant différents paramètres tels que les fractions volumiques (de particules et/ou de vides) et l'orientation des particules par rapport à la direction de laminage.

Afin de réduire le temps de génération des microstructures, les plus grandes particules sont générées en premier suivies des plus petites. Des exemples de microstructures reconstruites de matrices Fe renforcées avec $v_f = 10$ % de particules, pour les composites Fe-TiB₂ laminés à chaud et à froid, sont donnés dans la figure 2.13.

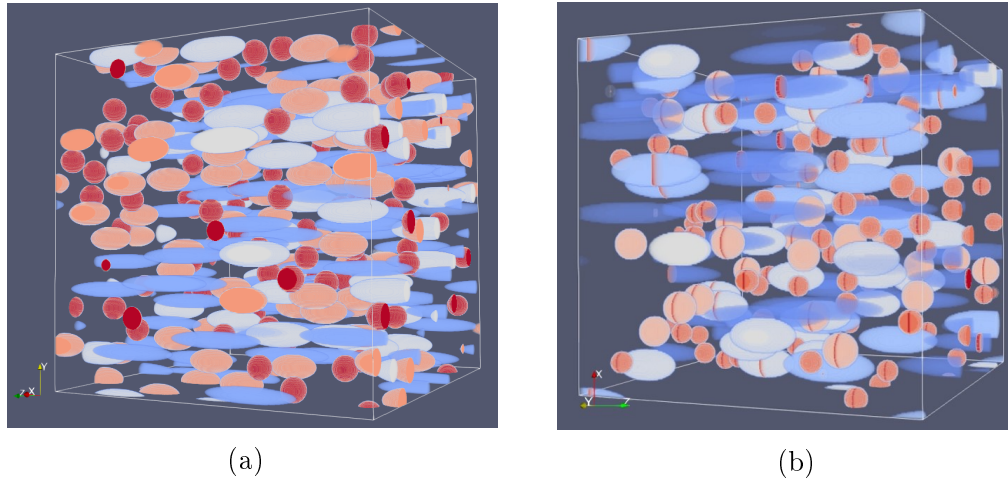


FIGURE 2.13 – Exemples de microstructures reconstruites du composite Fe-TiB₂ (taille du VER = 512³ voxels). (a) composite LAC et (b) composite LAF.

3.2.2 Choix du volume élémentaire représentatif (VER)

La génération aléatoire des microstructures est réalisée sur un ordinateur de bureau 64 bits avec 128 Go de RAM et un processeur Intel Xeon Gold 6140, 2.30 GHz, Ubuntu 16.04 LTS. Un exemple de temps CPU associé aux générations de microstructure utilisant la méthode RSA est présenté dans le tableau 2.4 pour chaque résolution de VER : ((128)³, (256)³ et (512)³).

Pour les trois résolutions, les mêmes tailles de particules (en voxel) ont été choisies. Le but était de fixer la taille de voxel de la plus petite particule TiB₂ reconstruite qui devrait être la plus ellipsoïdale et d'éviter les artefacts de voxélisation pour les trois discrétisations. Une augmentation de la résolution (de (128)³ à (512)³) permet de :

- Augmenter le nombre de particules,
- Fournir une distribution plus aléatoire des particules,
- Atteindre plus exactement la fraction volumique de particules souhaitée.

L'erreur relative sur la fraction volumique des particules générées, dont la formule est donnée par :

$$e = \left| \frac{Vf_{\text{souhaite}} - Vf_{\text{atteint}}}{Vf_{\text{souhaite}}} \right|, \quad (2.2)$$

est fournie dans le tableau 2.4 pour chaque résolution.

TABLE 2.4 – Temps CPU nécessaire pour la génération de microstructure par la méthode RSA, nombre des particules générées et erreur relative sur la fraction volumique des particules générées pour le composite Fe-TiB₂ laminé à chaud et à froid, pour les trois résolutions.

Résolution du VER	temps CPU (secondes)		Nombre de parti- cules	e (%)
	LAC	LAF		
RSA-(128) ³	14.9	28.5	56	9
RSA-(256) ³	119.1	185.0	449	2
RSA-(512) ³	1097.2	1359.7	3595	1

Comme attendu, le temps CPU et le nombre de particules générées sont les plus élevés pour la discrétisation (512)³, pour les composites laminés à chaud et à froid. De plus, pour la résolution (128)³, l'erreur relative sur la fraction volumique des particules réellement générées est la plus élevée. Pour une fraction volumique souhaitée équivalente à $v_f = 10\%$, la fraction volumique réellement générée est équivalente à $v_f = 9.1\%$, pour la résolution (128)³, tandis que pour (256)³ resp. (512)³, les fractions volumiques atteintes sont : $v_f = 9.8\%$ resp $v_f = 9.9\%$. Le temps CPU de génération du composite LAF est plus élevé que celui du composite LAC, simplement parce que les particules sont générées en premier suivies des fissures. Ces microstructures reconstruites et représentatives des deux composites Fe-TiB₂ LAC et LAF constituent des données d'entrée à des calculs d'homogénéisation numérique basés sur la méthode FFT qui seront présentés dans la section 4.2.

Ce matériau composite Fe-TiB₂ LAC ou LAF selon la pièce industrielle finale, est destiné à fabriquer des pièces dont la rigidité spécifique est le critère principal de dimensionnement. Une caractérisation de ses propriétés élastiques, expérimentale et numérique est essentielle. Une méthodologie a donc été mise en place dans cet objectif.

4 Caractérisation du comportement élastique du composite Fe-TiB₂

4.1 Détermination expérimentale des modules élastiques des composites Fe-TiB₂

4.1.1 Techniques expérimentales et méthodologie

Pour caractériser le comportement mécanique d'un matériau, un essai de traction monotone fait partie des premières approches vers lesquelles on s'oriente, juste après les observations microscopiques. Pour caractériser le comportement élastique en particulier, c'est la mesure du module d'Young qui est recherchée ici.

Essai de traction Les essais de traction monotone macroscopiques ont été réalisés sur une machine MTS (Fig. 2.14a), équipée d’une cellule de charge de capacité 100 kN avec des mors autoserrants qui maintiennent les éprouvettes pendant l’essai. La vitesse de déformation est de $2.7 \cdot 10^{-4} s^{-1}$.

Les essais de traction ont été réalisés à température ambiante sur des éprouvettes plates de type haltères, dont la géométrie est donnée dans la Figure 2.14b. Cette éprouvette lisse est utilisée pour réaliser ces essais de traction macroscopiques de référence, afin de déterminer le comportement mécanique du matériau sous chargement uniaxial. Les champs de déformation et contrainte sont homogènes dans toute l’éprouvette et la valeur de la triaxialité vaut dans ce cas $T = 1/3$.

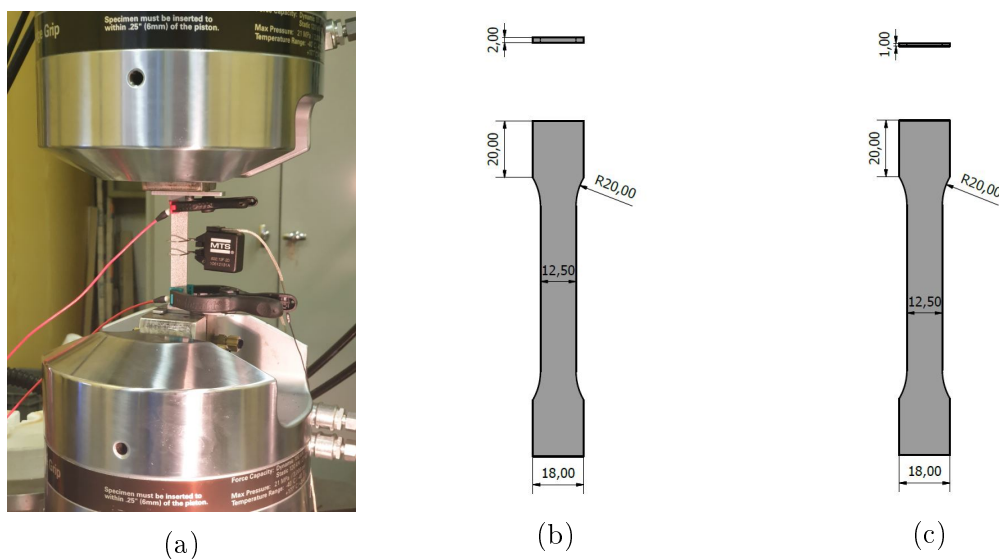


FIGURE 2.14 – (a) Dispositif expérimental : montage d’un essai de traction monotone sur éprouvette lisse et les géométries des éprouvettes lisses destinées aux essais de traction monotone (b) LAC et (c) LAF.

Méthodes de mesures des modules élastiques Plusieurs méthodes ont été utilisées pour mesurer le module d’Young du composite Fe-TiB₂ à température ambiante :

- Des méthodes statiques à travers des essais de traction avec mesure de déformation et de contrainte :
 - Pour les essais de traction simple effectués sur le Fe-TiB₂ LAC, un extensomètre axial MTS a été utilisé.
 - Les essais de traction simple réalisés pour le composite Fe-TiB₂ LAF ont été réalisés à ArcelorMittal et c’est un extensomètre double face (Clip-ton de classe 0.2) de Zwick qui a été utilisé en parallèle des jauges de contrainte HBM 1-LY41-3/350, appliquées sur les deux faces de l’éprouvette. La validation du facteur de jauge fut préalablement effectuée à l’aide

d'une résistance shunt.

Pour les essais statiques, une précharge à 180 MPa est préalablement appliquée (bien au dessous de la limite élastique qui est aux environs de 250 MPa) à toutes les éprouvettes, pour éliminer les artefacts de flexion et un minimum de deux passages est appliqué (cycles de charge / décharge continus) à la même contrainte. La pente du domaine élastique au niveau du troisième chargement est utilisée pour déterminer le module d'Young de chaque éprouvette.

- Des essais dynamiques basés sur la méthode de résonance en flexion ont été utilisés pour la mesure du module d'élasticité à partir de la fréquence propre de l'échantillon. L'éprouvette utilisée pour ce type d'essai, réalisé à Arcelor-Mittal, est de section rectangulaire, dont les dimensions sont : $L = 50$ mm, $l = 9.8$ mm avec $L/T > 20$. Deux fils sont utilisés pour le maintien en position de l'échantillon et des piézo-vibrateurs sont appliqués sur ce dernier. Pour chaque éprouvette, les dimensions (longueur et épaisseur) et la densité sont soigneusement mesurées. Ensuite, les fréquences de vibration sont balayées pour détecter la fréquence de résonance de chaque échantillon. Pour une éprouvette de section rectangulaire en flexion, le module d'Young peut être calculé par la formule suivante :

$$E = \left(\frac{48\pi^2}{\alpha^2} \right) \rho f^2 \frac{L^4}{t^2} T \frac{t}{L}, \quad (2.3)$$

où f est la fréquence de résonance, ρ la densité, L la longueur de l'échantillon (50 mm) et t l'épaisseur (qui peut varier de 1 à 2.5 mm). Le paramètre α dépend des paramètres expérimentaux : pour une poutre rectangulaire "libre" avec $\alpha = 22.37$ [Devalan, 2010]. Le paramètre T est un facteur de correction dont la valeur est donnée par la formule :

$$T = 1 + 6.858 \frac{t^2}{L}. \quad (2.4)$$

4.1.2 Mesures expérimentales des modules élastiques

Cette sous section résume les mesures expérimentales des modules élastiques des composites Fe-TiB₂ laminés à chaud et à froid dans les deux directions longitudinale et transversale. Un facteur adimensionnel $a = E_{RD}/E_{TD}$ est calculé pour donner une première estimation de l'anisotropie des deux matériaux, où E_{RD} et E_{TD} désignent respectivement le module élastique longitudinal dans le plan ((RD, TD)) suivant la direction RD et le module élastique transversal toujours dans le plan ((RD, TD)) et suivant la direction TD (se référer au schéma de la figure 2.4e). Au moins trois essais, dans chaque direction, pour chaque type de mesure, ont été effectués. L'écart type de mesure des modules est de ± 3 GPa pour toutes les méthodes de mesure.

Modules élastiques du Fe-TiB₂ LAF Les modules élastiques du Fe-TiB₂ laminé à froid ont été mesurés dans les deux directions : sens de laminage (RD) et perpendiculairement au sens du laminage (TD). Le tableau 2.5 résume les résultats obtenus en utilisant les trois méthodes. Il est intéressant de noter que les trois méthodes donnent des résultats très proches. L'anisotropie élastique est caractérisée par le facteur adimensionnel a .

TABLE 2.5 – Mesures des modules élastiques du composite Fe-TiB₂ LAF dans les deux directions : RD et TD.

Méthodes expérimentales	Modules élastiques (GPa)		Facteur a
	E_{RD}	E_{TD}	
Extensomètre	222.4	233.9	0.95
Jauge de déformation	223.5	230.2	0.97
Résonance	223.4	233.9	0.95

On constate d'abord un gain de la rigidité spécifique du composite Fe-TiB₂ LAF (dans la direction TD) d'environ 11% par rapport à un acier classique. On note ensuite une différence d'environ 10 GPa entre les modules élastiques longitudinal et transversal obtenus expérimentalement, ce qui conduit à un facteur d'anisotropie a d'environ 0.95.

Modules élastiques du Fe-TiB₂ LAC On vient de voir que les différentes méthodes utilisées pour mesurer les modules élastiques des échantillons du composite Fe-TiB₂ laminés à froid, à température ambiante donnaient les mêmes résultats. Ainsi, seule la mesure statique par extensomètre lors d'un essai de traction macroscopique est considérée pour le composite laminé à chaud. Les propriétés élastiques sont fournies dans le tableau 2.6.

TABLE 2.6 – Mesures des modules élastiques du composite Fe-TiB₂ LAC dans les deux directions : RD et TD.

Méthode expérimentale	Modules élastiques (GPa)		Facteur a
	E_{RD}	E_{TD}	
Extensomètre	230.4	233.7	0.98

On obtient un gain de rigidité spécifique du composite Fe-TiB₂ LAC d'environ 13%. Les modules élastiques du composite LAC sont très proches et la différence constatée entre le module dans la direction RD et le module dans la direction TD est d'environ 4 GPa ; le facteur d'anisotropie a est d'environ 0.98. Ceci implique une anisotropie élastique un peu moins prononcée pour le composite LAC.

On constate également que le module élastique longitudinal du composite laminé à chaud est plus élevé que celui du composite laminé à froid. En effet la présence de

fissures perpendiculaires à la direction de laminage dans le composite LAF, diminue le facteur de forme des particules outre le vide nucléé.

4.2 Détermination analytique et numérique des propriétés effectives des composites Fe–TiB₂

Cette section est consacrée au calcul des propriétés effectives des composites Fe–TiB₂ LAC et LAF par le biais de méthodes d’homogénéisation analytique et numérique. C’est principalement le module d’Young dans les deux directions longitudinale et transversale ainsi que la distance à l’isotropie du tenseur de rigidité des deux composites qui seront calculés. Les résultats de calculs sont ensuite confrontés aux mesures expérimentales.

4.2.1 Description des simulations numériques

Afin de calculer numériquement les propriétés effectives des composites Fe–TiB₂ laminés à chaud et à froid, la méthode FFT est utilisée et le schéma lagrangien augmenté est choisi puisqu’il y a un contraste assez élevé entre les propriétés mécaniques de la matrice, des particules et des vides (sous forme de fissures). Les simulations sont réalisées à l’aide du logiciel CraFT développé au LMA [Moulinec and Suquet, 1998, Michel et al., 2001].

Pour les simulations numériques, les microstructures reconstruites en utilisant la procédure décrite dans la section 3.2 basée sur l’analyse d’images MEB sont considérées.

On rappelle que pour la microstructure du composite Fe–TiB₂ laminé à chaud, la fraction volumique des particules est de $v_f = 10\%$. Concernant les composites laminés à froid, il y a une fraction volumique supplémentaire de fissures, qui est autour de $v_f = 0.15\%$. En termes de comportement local des phases, on considère un comportement élastique linéaire isotrope pour la matrice ferritique, qui est caractérisée par un module d’Young $E = 210$ GPa et un coefficient de Poisson $\nu = 0.3$.

Les particules sphéroïdales de TiB₂ ont un comportement “isotrope transverse” avec des propriétés transversales supérieures à leurs propriétés longitudinales. On considère le tenseur de rigidité obtenu expérimentalement par [Okamoto et al., 2010] :

$$\mathbb{C}_{\text{TiB}_2} = \begin{pmatrix} 654.5 & 56.5 & 98.4 & 0 & 0 & 0 \\ 56.5 & 654.5 & 98.4 & 0 & 0 & 0 \\ 98.4 & 98.4 & 454.5 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 526.4 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 526.4 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 598 \end{pmatrix} \quad (\text{GPa}). \quad (2.5)$$

4.2.2 Validation du choix du VER

Tout d’abord, l’analyse s’oriente vers l’effet de la résolution du VER sur les propriétés effectives du composite, afin de choisir et valider le choix d’une taille de

VER appropriée. Trois résolutions de VER ((128)³, (256)³ and (512)³ voxels) sont étudiées. Le temps CPU, associé à une simulation numérique basée sur la méthode FFT, est donné dans le tableau 2.7, pour chaque résolution.

TABLE 2.7 – Les temps CPU nécessaires aux calculs des propriétés élastiques des composites Fe-TiB₂ laminés à chaud et à froid, par calcul numérique basé sur la méthode FFT, pour trois résolutions de VER.

Résolution du VER	Temps CPU (secondes) LAC	LAF
FFT-(128) ³	23.6	28.5
FFT-(256) ³	168.5	1870.8
FFT-(512) ³	1331.1	17882.7

Une augmentation de la résolution du VER conduit naturellement à une augmentation du temps CPU nécessaire pour effectuer un calcul complet des propriétés élastiques des composites Fe-TiB₂ laminés à chaud ou à froid. De plus, on peut remarquer que les calculs, dans le cas des composites laminés à froid, nécessitent plus de temps CPU en raison de la présence de fissures. En effet, le contraste infini des phases induites par les fissures est connu pour augmenter le nombre d'itérations dans les calculs FFT [Moulinec and Suquet, 1998].

Ensuite, il est nécessaire d'effectuer une analyse statistique des calculs afin d'obtenir des résultats représentatifs. Pour une résolution donnée, n VERs sont générés sur la base de la procédure de reconstruction de microstructure décrite dans la section 3.2, et sont utilisés pour calculer les propriétés effectives globales. D'après [Ghossein and Lévesque, 2012] (voir aussi [Kanit et al., 2003]), le nombre n de simulations est suffisant si l'inégalité suivante est vérifiée :

$$\max(X_{RD}, X_{TD}) \leq 0.1\%, \quad X_{RD} = \frac{T_{1-\alpha}^{n-1} S_{E_{RD}}}{E_{RD} \sqrt{n}}, \quad X_{TD} = \frac{T_{1-\alpha}^{n-1} S_{E_{TD}}}{E_{TD} \sqrt{n}}. \quad (2.6)$$

Dans l'équation 2.6, E_{RD} et E_{TD} désignent le module de Young respectivement dans la direction de laminage (rolling direction) et la direction transversale (transversal direction), et T est le quantile de la distribution de la loi de Student avec $n - 1$ degrés de liberté et un niveau de confiance généralement fixé à $1 - \alpha = 0.95$ (voir [Ghossein and Lévesque, 2012]).

Le critère défini par l'équation 2.6 est alors appliqué pour les trois résolutions du VER considérées : (128)³, (256)³ and (512)³. Ce critère permet d'obtenir le nombre minimum de calculs nécessaires pour atteindre la représentativité. Tout calcul fait, la convergence est atteinte après 4 calculs pour la résolution de (128)³, 3 calculs pour la résolution de (256)³ et 2 calculs pour la résolution de (512)³.

Ainsi, en prenant en compte (i) le temps CPU (de génération et de calcul des particules), (ii) l'erreur faite sur la fraction volumique des particules réellement générées

(due à la méthode de génération détaillée dans la section 3.2), et (iii) le nombre de calculs nécessaires pour obtenir des résultats représentatifs, une discrétisation de $(256)^3$ est choisie pour tous les calculs, dans la suite du manuscrit.

4.2.3 Résultats numériques et analytiques

Après avoir choisi une résolution du VER de 256^3 et une analogie entre la taille des particules en pixels et en micromètre de $1\ \mu\text{m}$ correspondant à 3 pixels, les microstructures sont reconstruites et les calculs FFT sont effectués. Cette sous-section résume tous les résultats obtenus par simulation numérique basée sur la méthode FFT. De plus que quelques comparaisons avec la méthode analytique de Mori-Tanaka seront proposées quand cette dernière est adaptée (en l'absence de fissures notamment).

Propriétés effectives du composite Fe-TiB₂ LAC Les composantes non nulles du tenseur de rigidité (exprimées avec la notation de Kelvin) obtenues, sont données dans le tableau 2.8. Ces coefficients vérifient approximativement les relations $C_{11} = C_{22}$, $C_{44} = C_{55}$, and $C_{66} = C_{11} - C_{12}$.

TABLE 2.8 – Valeurs moyennes des coefficients non nuls du tenseur de rigidité du composite Fe-TiB₂ LAC, obtenus après les calculs FFT.

	Coefficients du tenseur de rigidité (GPa)						
	C_{11}	C_{22}	C_{33}	C_{44}	C_{55}	C_{66}	$C_{11} - C_{12}$
FFT- $(256)^3$	329	329	322.7	176.8	176.9	176.6	176.6

Les modules d'Young calculés numériquement par la méthode FFT dans les deux direction (E_{RD} and E_{TD}) sont donnés dans le tableau 2.9, avec la prédiction analytique du modèle de Mori Tanaka. La première constatation est que les modules d'élasticité prédits obtenus par la méthode FFT sont en très bon accord avec les résultats fournis par le schéma de Mori-Tanaka et que le module d'élasticité transverse (E_{TD}) est relativement supérieur au module dans le direction de laminage (E_{RD}).

Afin de caractériser l'écart à l'isotropie du comportement macroscopique du composite, la distance "Log-Euclidienne"¹ de [Moakher and Norris, 2006], est considérée, ce qui permet de déterminer le tenseur isotrope le plus proche d'un tenseur donné. Le module de Young E_{iso} associé au tenseur isotrope le plus proche du tenseur de rigidité des composites Fe-TiB₂ est déterminé dans les deux cas (analytique et numérique).

Ce module E_{iso} , ainsi que les distances ($d_{\text{Log-Euclidean}}$) entre les tenseurs anisotropes déterminés (soit par le schéma FFT ou Mori-Tanaka) et leurs tenseurs isotropes les

1. La distance Log-Euclidienne est invariante par inversion du tenseur de rigidité, ce qui permet la détermination du tenseur isotrope le plus proche (unique) [Moakher and Norris, 2006, Morin et al., 2020].

plus proches respectifs, sont donnés dans le tableau 2.9, permettant l'évaluation de l'écart à l'isotropie.

TABLE 2.9 – Les modules d'Young du composite Fe-TiB₂ LAC, dans les deux directions (RD and TD), calculés par la méthode FFT et comparés à ceux obtenus par homogénéisation analytique par la méthode de Mori-Tanaka et la distance Log-Euclidienne à l'isotropie du tenseur de rigidité.

	E _{RD} (GPa)	E _{TD} (GPa)	E _{iso} (GPa)	d _{Log-Euclidienne}
FFT-(256) ³	228.6	232.8	232	0.018
Mori-Tanaka	228.6	232.4	232	0.018

Comme la distance Log-Euclidienne est liée à l'erreur relative entre deux tenseurs [Derrien et al., 2018], les valeurs obtenues dans les deux cas (environ 0.018) confirment que les modules d'élasticité prédits des composites Fe-TiB₂ sont très proches de l'isotropie. Ce comportement isotrope global est lié à une compétition entre le comportement "isotrope transverse" et la forme sphéroïdale des particules (voir [Derrien et al., 2018] pour une analyse complète de la concurrence entre le matériau et l'anisotropie morphologique dans les composites Fe-TiB₂). En effet, les particules TiB₂ sont sphéroïdales et élançées dans la direction de laminage avec un facteur de forme moyen de 3.23. Ces particules ont un module d'Young transversal supérieur au module d'Young longitudinal (dans le sens du laminage).

Propriétés effectives du composite Fe-TiB₂ LAF Les composantes non nulles du tenseur de rigidité du composite Fe-TiB₂ LAF (exprimées avec la notation de Kelvin) sont données dans le tableau 2.10. Comme dans le cas des composites laminés à chaud, ces coefficients vérifient approximativement les relations $C_{11} = C_{22}$, $C_{44} = C_{55}$, et $C_{66} = C_{11} - C_{12}$. Ceci implique que le composite LAF présente aussi un comportement isotrope transverse.

TABLE 2.10 – Valeurs moyennes des coefficients non nuls du tenseur de rigidité du composite Fe-TiB₂ LAF, obtenus après les calculs FFT.

	Coefficients du tenseur de rigidité (GPa)						
	C ₁₁	C ₂₂	C ₃₃	C ₄₄	C ₅₅	C ₆₆	C ₁₁ - C ₁₂
FFT-(256) ³	328	328.1	313.2	174.3	174.3	176.7	176.9

Les modules élastiques calculés numériquement par la méthode FFT dans les deux directions (E_{RD} and E_{TD}) sont donnés dans le tableau 2.11. Il est à noter que le module d'Young dans le sens transversal n'est pas affecté par la présence de fissures, puisque les fissures des particules rompues sont perpendiculaires à la direction de laminage, alors qu'une diminution significative du module d'Young dans le sens du laminage est observée, par rapport au composite laminé à chaud. Ces résultats numériques ne peuvent être comparés aux résultats analytiques car l'approche du champ

moyen basée sur le schéma de Mori-Tanaka ne prend pas en compte les fissures.

TABLE 2.11 – Les modules d’Young du composite Fe-TiB₂ LAF, dans les deux directions (RD and TD), calculés par la méthode FFT et comparés à ceux obtenus par homogénéisation analytique par la méthode de Mori-Tanaka et la distance Log-Euclidienne à l’isotropie du tenseur de rigidité.

	E_{RD} (GPa)	E_{TD} (GPa)	E_{iso} (GPa)	$d_{\text{Log-Euclidienne}}$
FFT-(256) ³	222.3	232.6	230	0.033

Les distances entre les tenseurs d’élasticité des composites Fe-TiB₂ LAF déterminés numériquement et ceux de leurs tenseurs isotropes les plus proches (environ 0.033), sont plus élevées que dans le cas du composite LAC (0.018). Ceci implique que la présence des vides (sous forme de fissures) diminue également l’isotropie globale du composite. Le module d’Young associé au tenseur de rigidité isotrope le plus proche du composite LAF ($E_{iso} = 230$ GPa) est inférieur à celui du composite LAC ($E_{iso} = 232$ GPa). Les propriétés effectives, ainsi que l’isotropie des composites Fe-TiB₂ LAC, diminuent après le laminage à froid.

Microstructure fictive isotrope la plus proche du Fe-TiB₂ LAC Comme le comportement élastique du Fe-TiB₂ LAC est quasiment isotrope, on propose d’approximer sa microstructure par une microstructure fictive plus simple. L’objectif est d’aboutir à un modèle plus simple qui pourra être conjointement utilisé avec un modèle d’endommagement. Ainsi, les particules ellipsoïdales de différents facteurs de formes sont toutes, sans exception, remplacées par des sphères au comportement élastique isotrope, tout en maintenant la même fraction volumique de renforts $v_f = 10\%$ (voir figure 2.15).

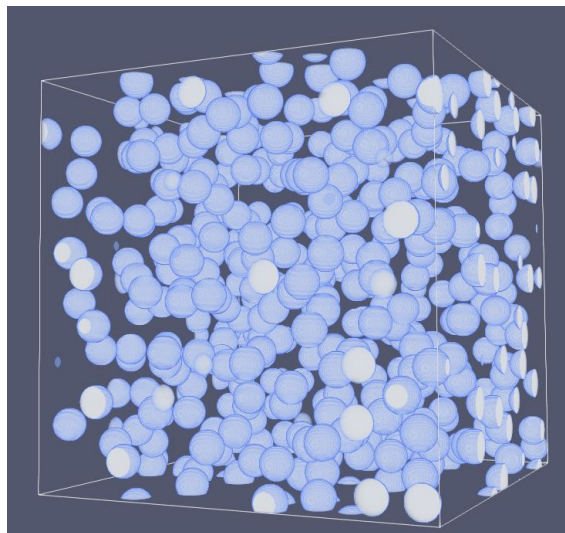


FIGURE 2.15 – Génération aléatoire de sphères.

L'objectif principal de ce calcul numérique est de trouver le comportement isotrope des particules sphériques qui permettrait d'avoir le comportement élastique le plus proche de celui de la microstructure du Fe-TiB₂ LAC reconstruite suite aux analyses statistiques. Ceci permettra d'appliquer le modèle d'endommagement développé dans le cadre de cette étude (détaillé dans le dernier Chapitre).

Une matrice ferritique dont le module d'Young est égal à 210 GPa et un coefficient de poisson égal à 0.33 renforcée avec des particules sphériques dont le module d'Young est égal à 583.5 GPa et un coefficient de poisson égal à 0.11 donnent, par calcul numérique basé sur la méthode FFT, un module d'Young isotrope du composite qui vaut $E = 232$ GPa (valeur du module d'Young du tenseur de rigidité isotrope le plus proche E_{iso} au tenseur de rigidité de la microstructure réelle reconstruite). [Okamoto et al., 2010] donne dans son article un comportement isotrope du TiB₂ avec un module d'Young isotrope égal à $E = 583.5$ GPa, un module de cisaillement à $G = 262.6$ GPa et un coefficient de poisson à $\nu = 0.11$. Par conséquent, le comportement du composite Fe-TiB₂ LAC peut être supposé quasi équivalent au comportement élastique d'un composite renforcé avec des particules de TiB₂ sphériques isotropes au comportement donné par [Okamoto et al., 2010].

4.2.4 Discussion

La méthodologie de reconstruction des microstructures, des deux composites Fe-TiB₂ LAC et LAF compte de nombreux avantages. Elle permet de rendre compte de données exhaustives de fraction volumique, taille, géométrie et répartition des particules de plusieurs images MEB, tandis qu'une seule image capturée à un seul endroit donné peut ne pas être représentative du matériau. Elle permet également de générer une microstructure moyenne représentative d'un composite donné, avec une fraction volumique de renforts, des données géométriques et une fraction de particules rompues fixes, pour toutes les microstructures générées. Il y a également la possibilité de faire varier quelques paramètres et étudier leurs effets sur le comportement du matériau.

La microstructure reconstruite est donc considérée représentative du matériau réel étudié suite à une analyse statistique de ses paramètres géométriques (principalement le diamètre et le facteur de forme). Suite aux observations MEB, on a également supposé que toutes les particules étaient orientées dans la direction de laminage. C'est le cas pour la majorité des particules. En revanche, on observe de rares particules désorientées (de quelques degrés) par rapport à la direction de laminage.

Des expérimentations numériques seront réalisées, pour étudier l'effet de cette désorientation mais également de quelques autres paramètres, qui pourraient varier lors de la mise en forme du composite, sur les propriétés élastiques des deux composites Fe-TiB₂ LAC et LAF. Le second objectif de ces expérimentations numériques est de donner quelques pistes à suivre ou à éviter pour l'amélioration des propriétés élastiques lors de l'élaboration du composite Fe-TiB₂.

5 Expérimentations numériques

La modélisation numérique par la méthode FFT, basée sur la reconstruction de microstructures et sur l'analyse statistique (résumée dans les deux tableaux 2.2 et 2.3 pour les deux composites Fe-TiB₂ LAC et LAF) est utilisée pour une expérimentation numérique en apportant quelques modifications à la microstructure.

Cette expérimentation numérique permet d'étudier l'effet de la fraction volumique des particules sur les propriétés effectives du composite, notamment les modules élastiques et la distance à l'isotropie du tenseur de rigidité ainsi que l'effet de l'élanement et de la désorientation des particules par rapport à la direction de laminage.

5.1 Effet de la fraction volumique des particules

Pour étudier numériquement l'effet de la fraction volumique des particules TiB₂ sur les propriétés effectives du composite, on fixe la fraction en nombre de chaque groupe de particules (G1,...,G5) et on choisit des fractions volumiques inférieures et supérieures aux fractions volumiques des composites Fe-TiB₂ de l'étude : LAC (10% de particules) et LAF (10% de particules et 0.15% de vide). On fait donc varier la fraction volumique des particules de 9 à 13%. La variation de la fraction volumique des particules entrainera la variation de la fraction volumique de vide pour le composite laminé à froid de 0.14% à 0.2%. Les modules élastiques, associés à cette variation de fractions volumiques, dans les directions longitudinale et transversale des composites Fe-TiB₂ LAC et LAF, déterminés numériquement par calcul FFT, sont représentés sur la Figure 2.16.

On remarque qu'une fraction volumique de particules plus élevée engendre une augmentation des valeurs des modules élastiques dans les deux sens (RD et TD) et pour les deux composites (LAC et LAF). Pour le composite LAC, plus la fraction volumique des particules augmente, plus l'augmentation des modules élastiques est rapide puisqu'il ne contient aucune particule rompue. Pour le composite LAF, la fraction volumique des vides augmente avec la fraction volumique des particules, ce qui creuse d'avantage l'écart entre les deux modules E_{RD} et E_{TD} .

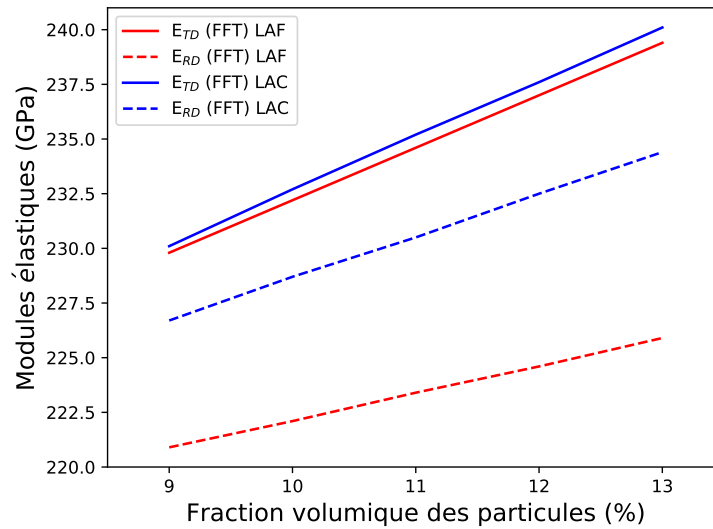


FIGURE 2.16 – Évolution des modules d’Young des composites Fe-TiB₂ laminés à chaud et à froid, dans deux directions (RD et TD) en fonction de la fraction volumique des particules, obtenues par calcul numérique basé sur la méthode FFT.

Suite à la détermination des propriétés effectives des composites Fe-TiB₂ LAC et LAF contenant différentes fractions volumiques de renforts, il est intéressant d’étudier l’écart à l’isotropie de chaque tenseur de rigidité, de chaque matériau, en fonction de cette fraction volumique des particules. La distance à l’isotropie est représentée sur la Figure 2.17.

On constate une différence au niveau de l’évolution de la distance à l’isotropie de chaque matériau (LAC et LAF) en fonction de la fraction volumique des particules TiB₂. Le composite dont le comportement est le plus proche de l’isotropie est le composite laminé à chaud renforcé avec la fraction volumique de particules la plus faible. Ce comportement “quasi-isotrope” du composite laminé à chaud est dû à un couplage entre le facteur de forme des particules et leur comportement anisotrope intrinsèque. En effet, comme mentionné précédemment, le module d’Young d’une particule TiB₂ dans le sens travers est plus grand que sont module dans le sens longitudinal. En revanche, le composite dont le comportement est le plus éloigné de l’isotropie est le composite laminé à froid renforcé avec la fraction volumique de particules la plus importante. En effet, la rupture des particules, diminue le facteur de forme des particules rompues et par conséquent, l’élancement moyen de toutes les particules TiB₂.

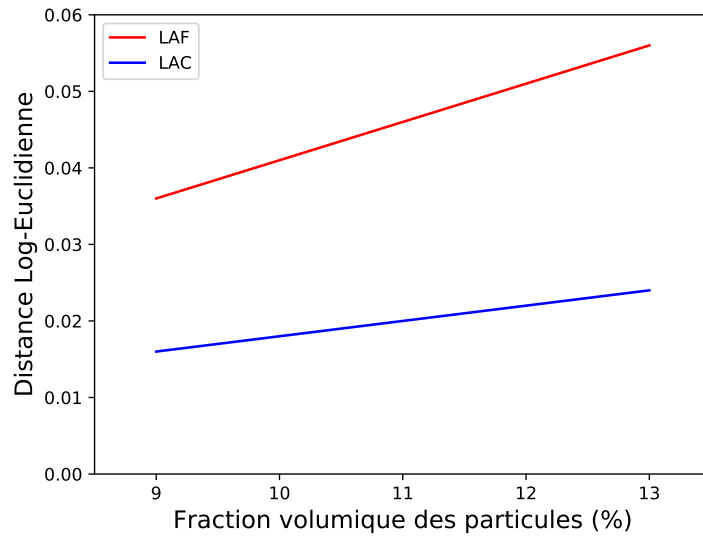


FIGURE 2.17 – Distance à l'isotropie (Log-euclidienne) pour les composites Fe-TiB₂ laminés à chaud et à froid en fonction de la fraction volumique des particules.

Ainsi, l'effet du laminage à froid, et donc des particules rompues, augmenterait l'écart à l'isotropie. La rupture des particules conduit non seulement à la baisse du facteur de forme des particules rompues (et également du facteur de forme moyen de toutes les particules), mais aussi à la création de vide au détriment de la fraction volumique de la matrice et/ou des particules. Ces résultats suggèrent que les fissures, induites par le processus de laminage à froid, diminueraient certainement l'isotropie globale du composite Fe-TiB₂, mais cette diminution serait également plus importante si la fraction volumique des particules est plus grande.

Ces résultats supposent également qu'il y aurait un effet du facteur de forme des particules TiB₂ sur les modules élastiques du composite.

5.2 Effet du facteur de forme des particules

Le facteur de forme ou l'élanement des particules est un paramètre géométrique qui influence le comportement élastique des composites à matrice métallique. Il est d'autant plus intéressant d'étudier son effet sur les deux modules élastiques du composite Fe-TiB₂ LAC en raison du comportement isotrope transverse des particules TiB₂.

La figure 2.18 illustre l'évolution des deux modules élastiques E_{TD} et E_{RD} en fonction de l'élanement des particules TiB₂ pour une matrice ferritique au module d'Young isotrope $E = 210$ GPa renforcée avec une fraction volumique de 10% de particules (ayant toutes le même facteur de forme) au comportement donné dans l'équation (2.5). Cette courbe montre que pour une même fraction volumique de renforts, le module élastique dans le sens travers E_{TD} diminue et le module élastique dans le sens long E_{RD} augmente avec l'augmentation de l'élanement des particules. L'évolution

est très importante d'un élanement 1 à un élanement 6 puis de plus en plus faible au delà (surtout pour le module E_{RD}). Les deux courbes se croiseront pour des particules TiB₂ dont l'élanement est égal à 20. Au delà de cet élanement, la tendance s'inverse et la valeur du module élastique dans le sens travers E_{TD} devient inférieure à celle du module élastique dans le sens longitudinal E_{RD} .

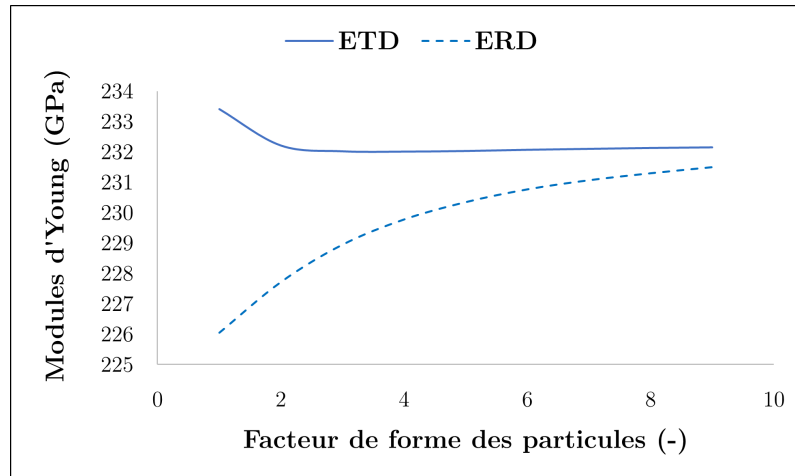


FIGURE 2.18 – Évolution des deux modules élastiques E_{TD} et E_{RD} du composite Fe-TiB₂ LAC en fonction de l'élanement de ses renforts.

Le facteur de forme a donc une influence sur les modules élastiques du composite de l'étude. En effet, plus le facteur de forme des particules TiB₂ augmente, plus les deux modules se rapprochent. À une certaine valeur, la tendance des deux modules peut s'inverser.

5.3 Effet de l'orientation des particules

Effets de l'orientation des particules en fonction de leur élanement

L'expérimentation numérique permet également d'étudier l'effet de la désorientation des particules sur les propriétés effectives d'un matériau. L'exemple d'une matrice ferritique renforcée avec une fraction volumique de 10% de particules sphéroïdales de TiB₂, ayant le même facteur de forme est considérée. On profite des outils à disposition pour étudier l'effet d'une désorientation de ces particules TiB₂ en variant les deux paramètres : (i) le facteur de forme des particules ($el = 1$, $el = 3$, $el = 6$ et $el = 9$ comme illustré sur la figure 2.19) et (ii) l'angle de désorientation des particules (de 0° à 90° comme illustré sur le schéma de la figure 2.20) par rapport à la direction de laminage.

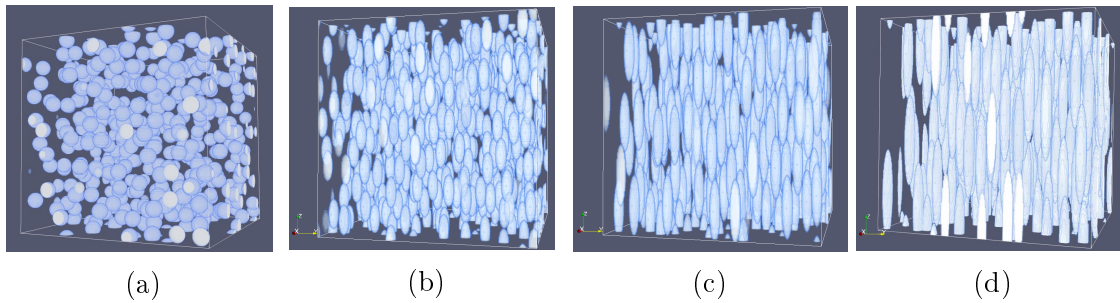


FIGURE 2.19 – Microstructures générées aléatoirement d’une fraction volumique de 10% de particules ellipsoïdales dont l’élancement est égal à (a) $el = 1$, (b) $el = 3$, (c) $el = 6$ et (d) $el = 9$.

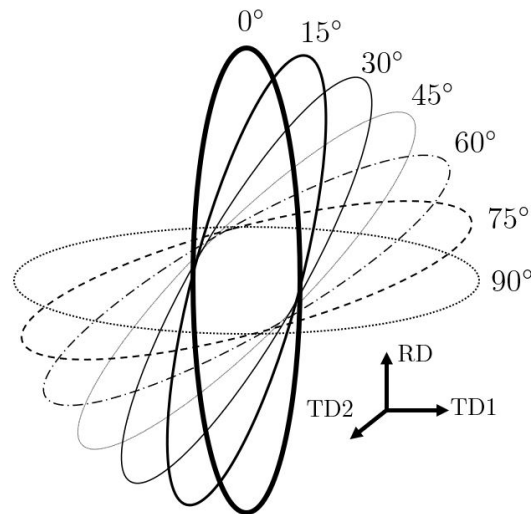


FIGURE 2.20 – Schéma des désorientations d’une particule de 0 à 90 °.

Puisque les particules de cette microstructure sont toutes désorientées suivant un seul axe, les deux modules transversaux seront différents et une moyenne des deux n’est plus représentative. On a constaté que pour tous les calculs, le module E_{TD2} ne changeait pas puisque la rotation se faisait suivant l’axe dans la direction TD2.

On trace le ratio E_{RD}/E_{TD1} obtenu pour les différentes configurations et on remarque que l’effet de la désorientation des particules TiB₂ sur l’écart entre les deux modules transvers E_{TD1} et longitudinal E_{RD} est plus prononcé pour les renforts sphériques et que plus l’élancement est important, plus l’effet de la désorientation des particules sur cet écart est faible. En effet, comme on l’a bien constaté dans la section 5.2, sur la figure 2.18, plus l’élancement augmente, plus les deux modules (E_{RD} et E_{TD}) sont proches et c’est grâce à cela que l’orientation des particules très élancées influence peu et que l’orientation des particules peu élancées a un effet plus important sur l’écart entre les deux modules.

On remarque également que les courbes sont symétriques par rapport à 45°. En effet, pour une désorientation de 45°, pour tous les élancements de particules, le ratio

E_{RD}/E_{TD1} est égal à 1. Pour une désorientation ω° ($\omega < 45^\circ$) donnée, le module d'Young travers d'une microstructure (pour tous les élargissements des particules), est égal au module d'Young longitudinal de la même microstructure pour une désorientation $(90 - \omega)^\circ$.

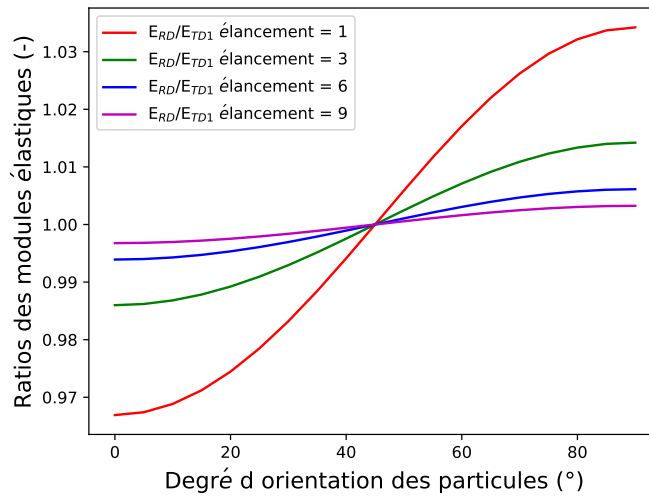


FIGURE 2.21 – Évolution du ratio E_{RD}/E_{TD1} d'une matrice ferritique renforcée avec une fraction volumique de 10% de particules TiB₂ en fonction de leur désorientation.

Pour une même orientation et même fraction volumique des particules, les deux propriétés qui contribuent à l'augmentation ou la diminution des deux modules élastiques (E_{RD} et E_{TD}) ont été préalablement distinguées : le facteur de forme et le comportement anisotrope des particules TiB₂.

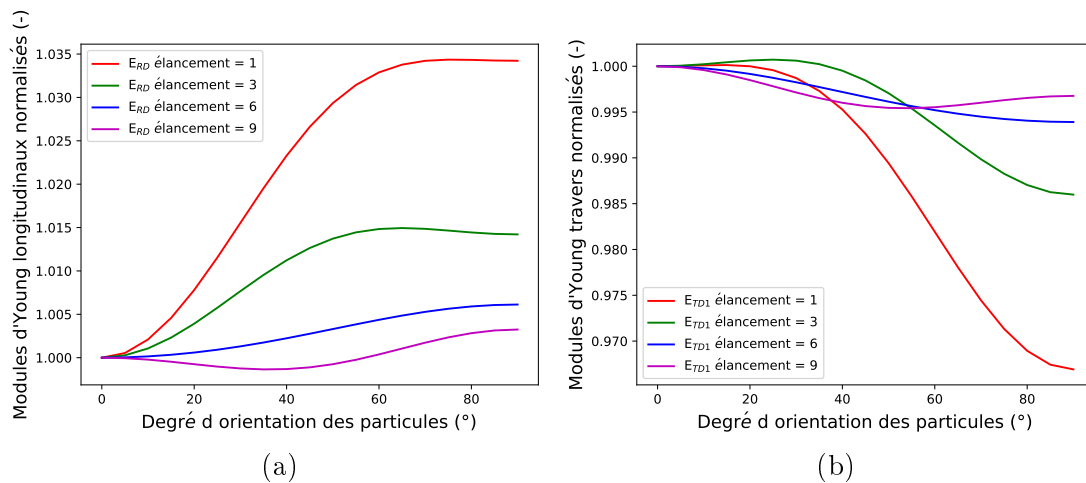


FIGURE 2.22 – Évolution des modules d'Young d'une matrice ferritique renforcée avec une fraction volumique de 10% de particules TiB₂ en fonction de leurs élargissements, (a) E_{RD} et (b) E_{TD1} .

Concernant les valeurs normalisées des deux modules E_{RD} et E_{TD} (voir Fig. 2.22) des quatre configurations expérimentales, on remarque que pour les faibles élancements, l'effet de l'anisotropie transverse est plus marqué. On remarque également que l'effet de la désorientation des particules sur les deux modules E_{RD} et E_{TD} est d'autant plus marqué que l'élancement est faible.

Effet de l'orientation des particules sur les modules d'Young du Fe-TiB₂

Pour les précédents calculs numériques basés sur la méthode FFT (donnés dans la section 4.2.3 et liés à nos microstructures reconstruites représentatives des matériaux de l'étude), on a fait l'hypothèse que toutes les particules sont alignées dans la même direction, ce qui est globalement en accord avec les analyses d'images. Cependant, on peut observer localement, au maximum un tiers des particules d'un élancement 6, légèrement inclinées de quelques degrés (ce qui correspond à une fraction volumique de $v_f = 1\%$ et à 10% de la fraction volumique totale des particules) avec un angle de désorientation variable.

Pour étudier l'effet de la désorientation des particules TiB₂ sur les modules élastiques des composites Fe-TiB₂ LAC et LAF de cette étude, on considère la valeur maximale de particules désorientées (soit un tiers des particules d'élancement 6). Différentes microstructures sont donc générées :

- Les deux microstructures des composites Fe-TiB₂ LAC et LAF initiales pour lesquelles il n'y a eu aucune désorientation des particules. Les modules d'Young dans les directions TD1 et RD (voir Fig. 2.20) associés à ces microstructures sont notés E_{TD1_0} et E_{RD_0} .
- Trois microstructures du composite Fe-TiB₂ LAC, avec un tiers des particules dont l'élancement est égal à $el = 6$ sont inclinées de : 30°, 45° et 60°, par rapport à la direction de laminage. Les microstructures reconstruites modifiées associées à ces trois configurations sont données sur les figures 2.23a, 2.23c et 2.23e pour le composite Fe-TiB₂ LAC.
- Trois microstructures du composite Fe-TiB₂ LAF, avec un tiers des particules dont l'élancement est égal à $el = 6$ sont inclinées de : 30°, 45° et 60°, par rapport à la direction de laminage. Les microstructures reconstruites modifiées associées à ces trois configurations sont données sur les figures 2.23b, 2.23d et 2.23f pour le composite Fe-TiB₂ LAF.

On note que pendant le laminage à froid, toutes les particules qui s'endommagent, se fissurent au milieu et perpendiculairement à la direction de laminage.

Hypothèse La fraction numérique des particules fissurées est la même pour les particules orientées et désorientées par rapport à la direction de laminage.

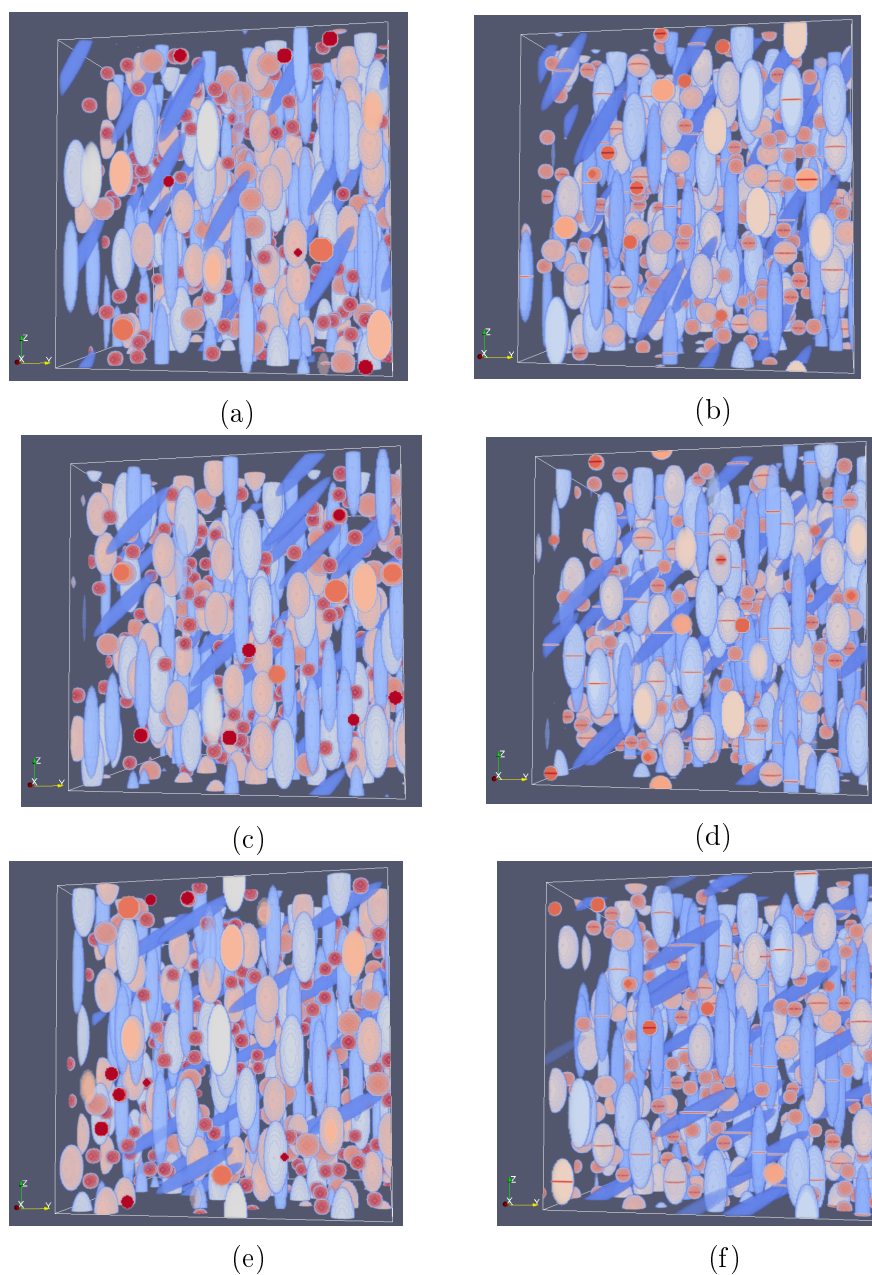
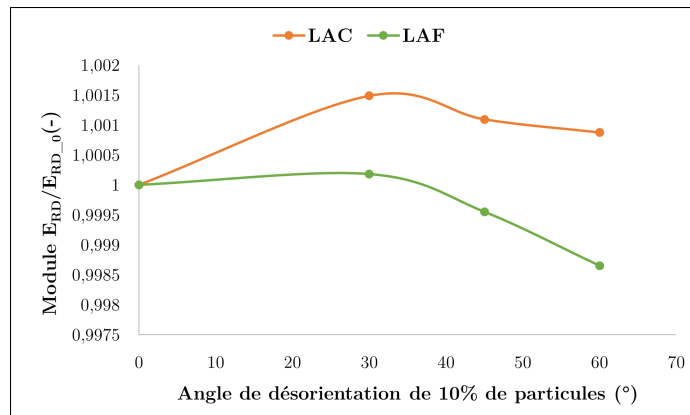


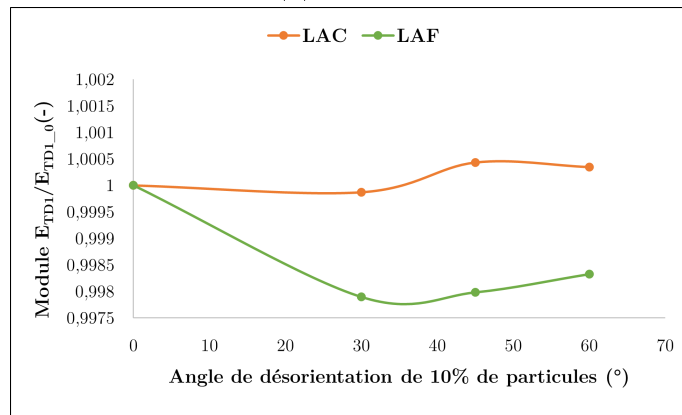
FIGURE 2.23 – Reconstruction de la microstructure du composite Fe-TiB₂ LAC et LAF avec un tiers de particules dont l'élongement est égal à $el = 6$ sont inclinées de : (a) et (b) 30°, (c) et (d) 45° et (e) et (f) 60°, par rapport à la direction de laminage. (a), (c), (e) Fe-TiB₂ LAC, (b), (d) et (f) Fe-TiB₂ LAF.

Les modules élastiques normalisés par rapport aux modules de la microstructure non modifiées (E_{TD1_0} et E_{RD_0}) de toutes ces configurations des composites Fe-TiB₂ LAC et LAF reconstruites sont données sur la figure 2.24. L'objectif étant de vérifier qu'il y a peu d'effet de la désorientation d'un maximum de 10% des particules, sur les deux modules E_{RD} et E_{TD1} des composites :

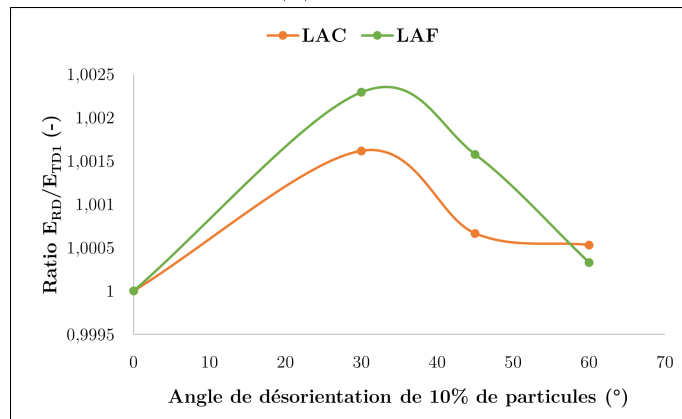
- En étudiant les tendances des courbes de la figure 2.24, on remarque que pour une désorientation d'un tiers des particules dont l'élanement est $el = 6$, la variation des deux modules E_{RD} et E_{TD1} par rapport aux modules de la microstructure de base, est plus prononcée pour le composite LAF que pour le LAC. En revanche, pour les deux composites Fe-TiB₂, quand un des modules augmente, l'autre diminue et vice versa,
- Concernant le ratio E_{RD}/E_{TD1} , sa valeur augmente pour les trois degrés de désorientation d'un tiers de particules ayant un élanement $el = 6$,
- On remarque également que malgré, la baisse comme l'augmentation du module E_{RD} ou du module E_{TD1} ainsi que l'augmentation du ratio E_{RD}/E_{TD1} , leurs variations sont est très faibles. On peut en conclure que la désorientation d'un tiers de particules ayant un élanement $el = 6$, ce qui correspond à une fraction volumique d'1% de particules, a peu d'influence sur les modules élastiques E_{RD} et E_{TD1} du composite Fe-Ti₂ LAC et LAF. En revanche, bien que très faible (inférieur à 0.25%), l'effet de la désorientation de ces particules est plus prononcé pour le composite Fe-TiB₂ LAF.



(a)



(b)



(c)

FIGURE 2.24 – Évolution des modules d'Young normalisés des composites Fe-TiB₂ LAC et LAF contenant 10% de particules (dont l'élongement est égal à $el = 6$) désorientées de 0°, 30°, 45° et 60° : (a) E_{RD}/E_{RD_0} , (b) E_{TD1}/E_{TD1_0} et (c) le ratio E_{RD}/E_{TD1} .

6 Conclusion

L'analyse microstructurale des deux composites laminé à chaud (LAC) et laminé à chaud puis à froid (LAF) a mis en évidence une matrice très faiblement texturée et des particules TiB₂ allongées dans la direction de laminage, fortement texturées avec l'axe c de leur structure cristalline hexagonale orientée dans la direction de laminage.

La détermination des modules d'Young initiaux des deux composites Fe-TiB₂ par calculs analytiques et numériques a mis en évidence un comportement quasi-isotrope du Fe-TiB₂ LAC grâce à la compétition entre l'éclatement des particules dans le sens du laminage et leur comportement isotrope transverse (avec un module travers plus grand que le module longitudinal). Pour le composite Fe-TiB₂ LAF, l'isotropie est moins marquée en raison de la rupture des particules qui diminue l'éclatement moyen des particules en plus de créer du vide dans le composite.

L'outil de génération aléatoire de microstructure ainsi que les calculs numériques par méthode FFT ont également permis d'effectuer des expérimentations numériques en faisant varier la fraction volumique des renforts, leurs éclatements ainsi que leur orientation par rapport à la direction de laminage. Les principaux effets constatés sont que (i) tous les modules élastiques augmentent avec l'augmentation de la fraction volumique des particules, (ii) les deux modules d'Young dans le sens longitudinal et transversal sont de plus en plus proches avec l'augmentation de l'éclatement des particules et (iii) la désorientation des particules ayant l'éclatement le plus faible a l'effet le plus important sur les valeurs des modules élastiques.

Enfin, en appliquant une désorientation de 30°, 45° et 60° à un tiers des particules à l'éclatement $el=6$, il a été constaté que la variation des deux modules ne dépassait pas 0.25% par rapport au matériau initial où toutes les particules sont orientées dans la direction de laminage. L'hypothèse de considérer que toutes les particules sont orientées dans le sens du laminage est donc vérifiée.

CHAPITRE

3

ENDOMMAGEMENT DU COMPOSITE FE-TIB₂-LAC : ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

Ce chapitre est consacré à l'étude de l'endommagement dans le composite Fe-TiB₂ laminé à chaud. L'évolution de l'endommagement du Fe-TiB₂ est suivie à l'aide d'essais de flexion trois points in-situ MEB. Cet endommagement est ensuite quantifié, en surface et dans le volume, en fonction de la déformation, en couplant des essais de traction et de l'émission acoustique. Puis, des essais de traction de charge/décharge ont permis de mesurer la baisse de modules progressive du composite Fe-TiB₂ laminé à chaud.

1 Méthodologie et techniques expérimentales

L'objectif de ce chapitre est d'étudier l'apparition et l'évolution de l'endommagement au cours d'un chargement mécanique du Fe-TiB₂ laminé à chaud (LAC). Le choix s'est porté sur le composite LAC parce que sa microstructure est saine et ne contient aucun endommagement initial contrairement au LAF. Il convient de noter que l'étude de l'endommagement, sous chargement, du laminé à froid est également intéressante mais n'a pas été considérée dans ce travail et fera l'objet d'études ultérieures.

Plusieurs méthodes et dispositifs expérimentaux peuvent être utilisés pour la détermination du ou des mécanismes d'endommagement des composites Fe-TiB₂ LAC de cette étude. Il est intéressant d'étudier l'endommagement à plusieurs échelles afin de

comprendre les mécanismes microscopiques et leur influence sur les propriétés macroscopiques. Les techniques expérimentales suivantes ont été sélectionnées : des essais mécaniques de traction et de flexion *in-situ* MEB, des mesures du modules d'Young lors d'essais de charge/décharge avec extensométrie, des observations de l'endommagement en surface au microscope électronique à balayage et un suivi en volume par émission acoustique. Ces méthodes sont complémentaires car elles permettent d'acquérir des informations (i) qualitatives quant aux mécanismes physiques d'endommagement à une échelle microscopique (images MEB), et (ii) quantitative avec une estimation de l'endommagement moyen (émission acoustique) et de la baisse de rigidité macroscopique (essais de traction charge-décharge).

1.1 Essais de flexion *in-situ* MEB

Des essais de flexion *in-situ* MEB ont permis d'acquérir des informations détaillées sur les mécanismes d'endommagement qui se manifestent au cours du chargement. Une mini machine destinée aux essais mécaniques *in-situ* MEB a été utilisée. Cette machine peut contenir différents montages tels que la traction ou la flexion. Pour cette étude, la configuration utilisée est le montage de flexion à trois points (Fig. 3.1a). Il aurait été également intéressant d'effectuer des essais de traction *in-situ* MEB. Cependant, ces essais n'ont pas été concluants en raison de problèmes de mesure de la force appliquée.

L'éprouvette utilisée est un parallélépipède, de longueur $L = 50\text{mm}$ et de section $l \times e = 2 \times 2 \text{ mm}^2$, qui est bien centré par rapport aux appuis. Afin de localiser la zone de déformation maximale, les éprouvettes ont été entaillées à l'aide d'une scie de précision à fil diamanté (Fig. 3.1). Afin de révéler la microstructure, la section transversale qui contient l'entaille de 0.3 mm de longueur, a été polie mécaniquement. L'éprouvette a ensuite été montée sur la machine, dont la cellule de charge a une capacité maximale de 5 kN, de telle façon que la section polie puisse être observée au MEB.

Le schéma de la figure 3.1b montre les différentes zones à une distance importante en avant de l'entaille, sur la surface observée de l'éprouvette, qui sont soit en compression soit en traction. Seule la zone qui est en traction, devant l'entaille (voir Fig. 3.1a), est observée et suivie au MEB au cours des essais de flexion. Les éprouvettes sont sollicitées à la vitesse 0.2 mm/min.

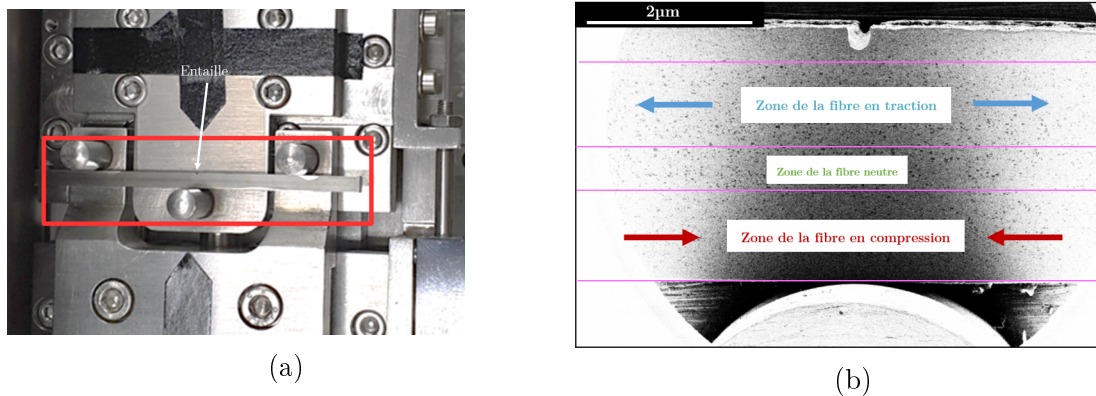


FIGURE 3.1 – (a) Montage du dispositif expérimental d'un essai de flexion *in-situ* MEB et (b) schéma de l'état de contrainte dans l'éprouvette sollicitée loin de l'entaille.

1.2 Essais de traction macroscopique et suivi d'endommagement

Des essais de traction macroscopique ont été réalisés sur une machine électromécanique Instron 5581 d'une capacité de 50 kN, ou sur une machine hydraulique MTS d'une capacité de 100 kN, illustrées sur la Figure 3.2. Un extensomètre clip-on axial de chez Instron a été utilisé pour toutes les mesures de déformations (voir Fig. 3.2a). Différents types d'essais ont été réalisés sur ces deux machines :

1. Essais de traction monotone sur éprouvettes lisses avec suivi d'endommagement en volume à l'aide de capteurs d'émission acoustique,
2. Essais de traction interrompus à différents taux de déformation, afin de suivre et quantifier l'endommagement en surface au MEB,
3. Essais de traction de charge/décharge avec mesure de module d'Young à chaque charge/décharge pour quantifier la baisse de rigidité du composite Fe-TiB₂ LAC,
4. Essais de traction monotone sur éprouvettes entaillées sur la machine MTS (voir Fig. 3.2b) pour étudier l'influence de la triaxialité sur la rupture ductile du composite Fe-TiB₂. Ces essais ont été enregistrés à l'aide d'une caméra noir et blanc. Les ouvertures d'entailles ont été mesurées par analyse d'images.

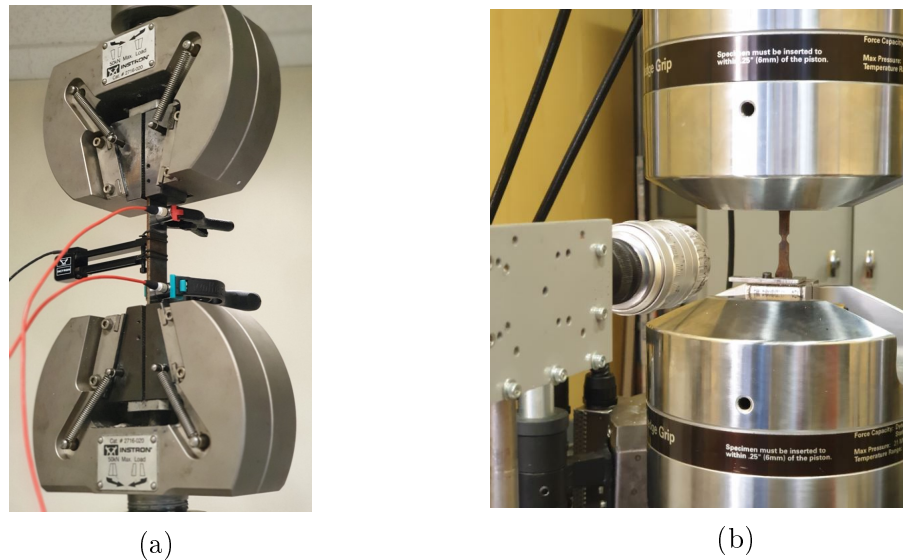


FIGURE 3.2 – (a) Machine de traction Instron avec extensomètre et capteurs d’émission acoustique et (b) une éprouvette entaillée sollicitée sur une machine de traction MTS et filmée avec une caméra noir et blanc.

Les essais réalisés ont des objectifs différents mais complémentaires. En effet, l’endommagement du composite Fe–TiB₂ LAC sera caractérisé à l’échelle microscopique grâce à la détermination et suivi des mécanismes d’endommagement qui s’y manifestent lors du chargement, et à l’échelle macroscopique grâce à la mesure de la baisse de son module d’Young au cours des essais de traction.

1.2.1 Suivi d’endommagement par émission acoustique au cours d’essais de traction simples

L’émission acoustique est une technique expérimentale qui permet de quantifier les mécanismes d’endommagement qui ont lieu dans une éprouvette chargée mécaniquement. D’un point de vue microscopique, l’apparition d’endommagement va engendrer de la dissipation d’énergie qui est détectée par des capteurs positionnés sur l’échantillon testé. La mesure des événements sonores qui se manifestent en volume permet ainsi d’avoir des informations liées à l’état d’endommagement du matériau.

La technique qui consiste à détecter, acquérir et enregistrer ces ondes est communément appelée “émission acoustique” (EA). Elle est non destructive et permet de suivre l’activité acoustique dans l’éprouvette (voir figure 3.3). Dans cette étude, des capteurs d’EA sont positionnés sur une éprouvette qui est sollicitée en traction jusqu’à la rupture. Ces capteurs détectent tous les événements acoustiques/ondes qui se manifestent au cours de l’essai.

Pour de très grands échantillons, plusieurs capteurs peuvent être utilisés pour avoir une localisation précise de l’évènement sonore détecté à l’instant t . Dans cette étude, puisque la taille des éprouvettes est petite, il est difficile d’utiliser plus que deux capteurs. Néanmoins l’utilisation de deux capteurs permet de ne conserver que les

signaux qui sont détectés dans la zone d'intérêt délimitée par ces capteurs. Toutefois, puisqu'entre les deux capteur la section est la même et que la déformation est homogène dans une éprouvette de traction, une quantification des phénomènes d'endommagement au cours du chargement est possible et peut être suffisante, en n'utilisant que deux capteurs : bleu et rouge de la Figure 3.2a.

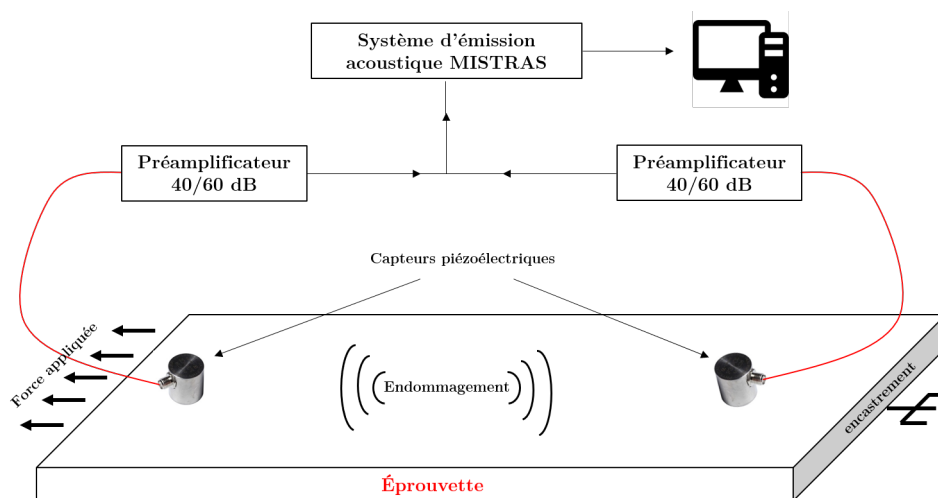


FIGURE 3.3 – Dispositif expérimental d'émission acoustique destiné au suivi de l'endommagement au cours d'un essai de traction.

1.2.2 Suivi d'endommagement par observations microscopiques au cours d'essais de traction interrompus

Des essais de traction interrompus, ont été réalisés sur des éprouvettes simples qui ont été polies mécaniquement, à différents taux de déformations associés aux contraintes suivantes : 300 MPa, 450 MPa, 500 MPa, 550 MPa et 600 MPa. Différentes zones au centre de l'éprouvette ont été préalablement marquées à l'aide d'un indenteur pour les retrouver à chaque étape. À chaque interruption, on applique une décharge jusqu'à atteindre une contrainte nulle. Puis, les zones choisies dont l'état initial a été capturé, aux environs de l'indent, sont observées au MEB. C'est ainsi que l'endommagement du composite Fe-TiB₂ LAC est suivi en surface. En post-traitement, on détermine l'évolution de la fraction numérique des particules fissurées au cours du chargement.

1.2.3 Mesure de la baisse du module d'Young au cours des essais de charge/décharge

Des essais de traction charge/décharge sont aussi réalisés à différentes contraintes. L'objectif principal de ces essais est la mesure du module d'Young aux différentes charges/décharges pour quantifier la baisse de rigidité du composite Fe-TiB₂ LAC au cours d'un chargement mécanique. Un extensomètre clip-on axial de chez Instron est utilisé pour la mesure des déformations au cours du chargement mécanique, qui serviront par la suite au calcul des modules d'Young à chaque charge/décharge. En

post-traitement, ce sont les pentes à la charge qui sont considérées pour la détermination du module d'Young.

1.2.4 Essais de traction simple sur éprouvettes entaillées

La triaxialité est le paramètre de chargement le plus important pilotant la rupture des structures [Benzerga and Leblond, 2010]. Elle est donnée par le rapport entre la contrainte moyenne et la contrainte équivalente de von Mises. Une augmentation de la triaxialité conduit à une augmentation du taux de croissance des cavités, ce qui a pour conséquence une diminution de la ductilité. Ainsi, il est très intéressant d'étudier l'influence de la triaxialité car cela donne des informations cruciales sur le comportement à rupture d'un matériau.

Il est possible de contrôler la triaxialité des contraintes en considérant des éprouvettes entaillées. En effet, pour les éprouvettes entaillées, il est intéressant de souligner qu'elles permettent d'avoir un champ de contrainte multiaxial au niveau des entailles, en imposant un simple chargement uni-axial à l'éprouvette, dans une machine de traction classique. On peut ainsi imposer un état de triaxialité des contraintes, dépendant de la géométrie des entailles.

[Bridgman, 1952] a donné une formule analytique pour approcher ce taux de triaxialité des contraintes en fonction du rayon d'entaille et du diamètre de la plus petite section initiale, d'une éprouvette entaillée axisymétrique. Pour cette étude, le matériau étudié est reçu sous forme de plaques et donc, les éprouvettes utilisées sont de forme plate et la formule de Bridgman n'est plus adaptée. Afin de sélectionner des géométries adaptées permettant de balayer plusieurs triaxialités $T = \Sigma_m / \Sigma_{eq}$ (avec Σ_m la contrainte moyenne et Σ_{eq} la contrainte équivalente), des calculs éléments finis ont été effectués en amont sur plusieurs éprouvettes entaillées. Il faut noter que ces calculs préliminaires sont effectués sans endommagement en considérant un modèle de plasticité isotrope de von Mises, dont la fonction d'écroutissage isotrope est calibrée par les essais de traction expérimentaux sur éprouvette lisse.

Les calculs ont été réalisés avec ABAQUS/Standard. Un maillage composé d'éléments C3D8 a été considéré et une étude de sensibilité concernant la taille des éléments a été menée. En raison de la symétrie des éprouvettes, uniquement 1/8 de la structure a été maillée.

Pour choisir les géométries de ces éprouvettes, des calculs EF ont été réalisés sur plusieurs éprouvettes ayant des formes d'entailles : triangulaires avec différentes ouvertures (1mm, 2mm) et circulaires avec différents rayons d'entailles ($R = 0.5\text{mm}$, ..., 10mm).

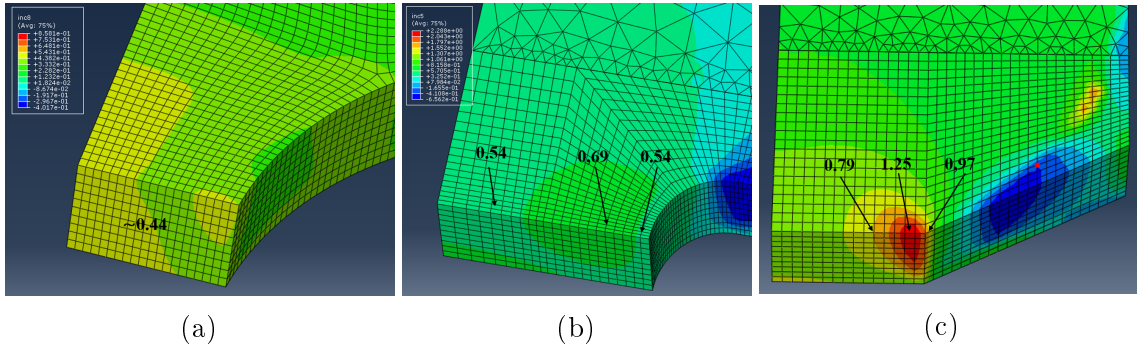


FIGURE 3.4 – Triaxialité $T = \Sigma_m/\Sigma_{eq}$ des contraintes calculée par EF en fonction des rayons d'entailles : (a) Rayon $R = 4\text{mm}$, (b) Rayon $R = 0.5\text{mm}$, (c) Entaille triangulaire dont l'ouverture est égale à $Ouv = 2\text{mm}$.

Pour étudier le comportement mécanique du composite Fe-TiB₂ de cette étude, à différents taux de triaxialité et en ayant une maîtrise de ce paramètre, une éprouvette lisse (Fig. 3.5a) et des éprouvettes avec différentes formes d'entailles ont ainsi été retenues. Les géométries des éprouvettes entaillées sont illustrées sur les figures 3.5b (entailles circulaires de rayon $R = 4\text{mm}$), 3.5c (entailles circulaires de rayon $R = 0.5\text{mm}$) et 3.5d (entailles triangulaires).

Les essais de traction sur ces différentes géométries d'éprouvettes ont été réalisés sur la machine MTS à la même vitesse de déformation $2.7 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Ces essais ont été filmés par une caméra blanc et noir qui capture des images à la fréquence 2fps (ce qui correspond à deux images par seconde).

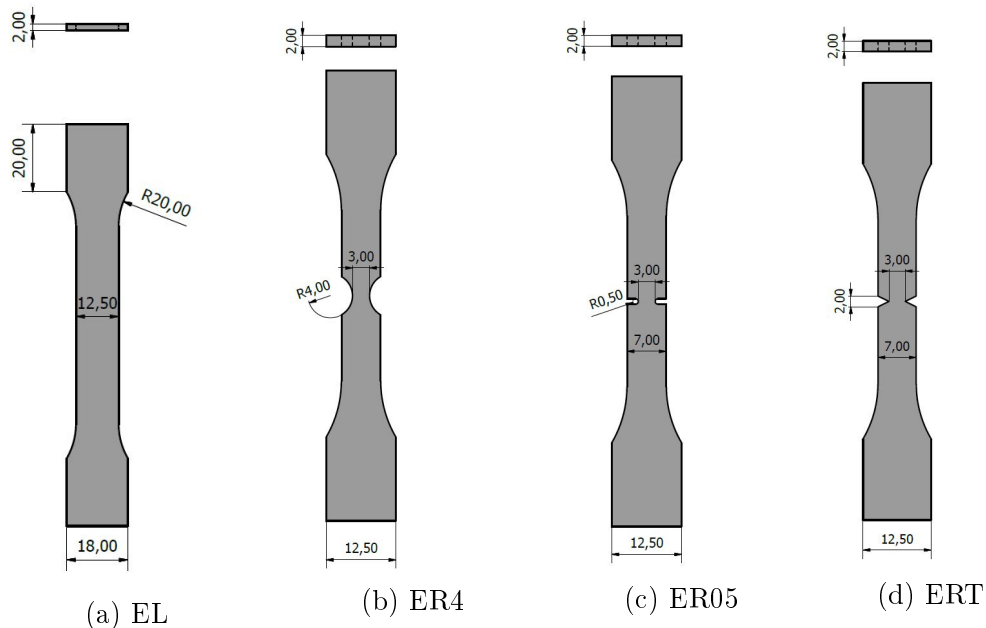


FIGURE 3.5 – Géométries des éprouvettes : (a) lisse, (b) entaillée au rayons d'entailles $R=4\text{mm}$, (c) entaillée au rayons d'entailles $R=0.5\text{mm}$, (d) entaillée aux entailles triangulaires T.

2 Détermination des mécanismes d'endommagement du composite Fe-TiB₂

Des essais de flexion *in-situ* MEB ont été mis au point pour déterminer les mécanismes d'endommagement prépondérants du composite Fe-TiB₂ laminé à chaud. Les éprouvettes de dimension $50 \times 2 \times 2 \text{ mm}^3$ ont été prélevées suivant les deux sens longitudinal (RD) et travers (TD) illustrés sur la Figure 3.6

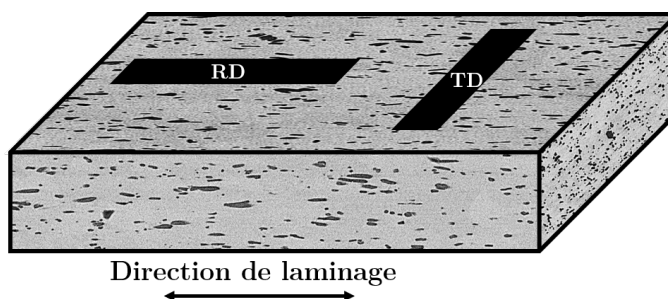
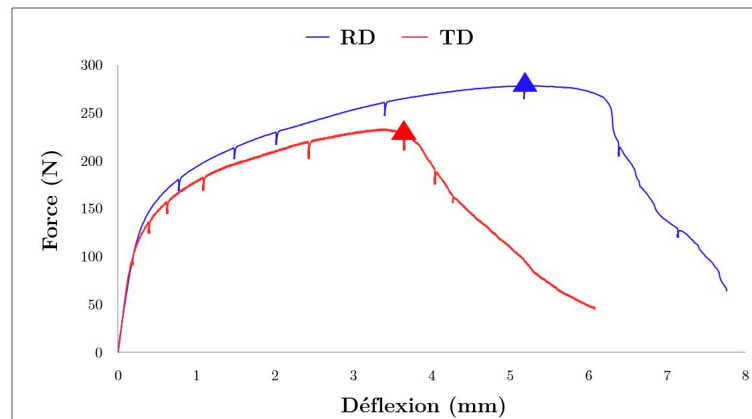


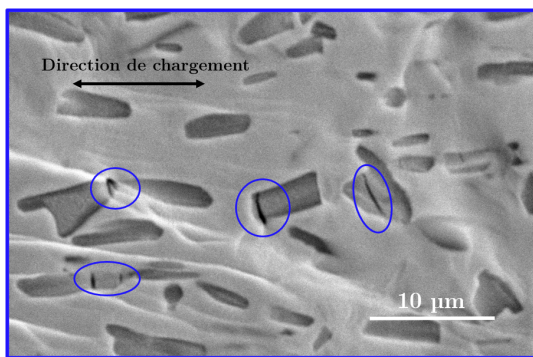
FIGURE 3.6 – Schéma qui illustre les deux sens longitudinal (RD) et travers (TD) de prélèvement des éprouvettes de tractions dans les plaques du composite Fe-TiB₂ laminé à chaud.

Les courbes de flexion trois points de la Figure 3.7a montre un comportement élasto-plastique du composite Fe-TiB₂. La matrice ferritique subit une déformation plastique importante et hétérogène, comme le montrent les Figures 3.7 et 3.7c. Le mécanisme d'endommagement qui a été observé pour les éprouvettes sollicitées dans les deux sens (RD et TD) est la rupture des particules. De rares cas de décohésion sont observés à des taux de déformation très importants.

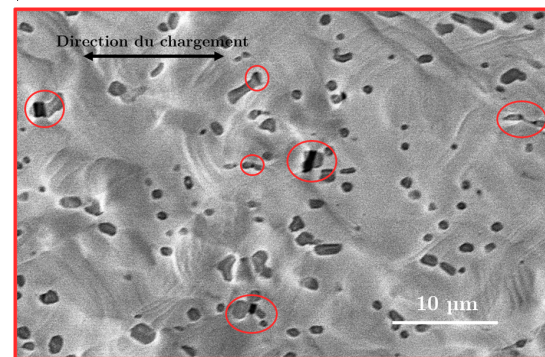
On observe également des particules qui ont été doublement fissurées voire multifissurées, à différents taux de chargements, comme on peut le voir sur les deux Figures 3.8a et 3.8b. Ce phénomène indique que, malgré l'endommagement, le transfert de charge vers la particule continue. Ainsi, la particule ne passe pas de l'état de renfort à l'état de défaut mais continue de participer à la résistance générale du matériau. En outre, les particules fissurent perpendiculairement à la direction de la plus grande contrainte principale. En effet, la figure 3.8c montre une particule orientée perpendiculairement à la direction de chargement et qui s'est fissurée suivant cette même direction. Ceci montre que l'orientation des fissures est indépendante de celle des particules.



(a)

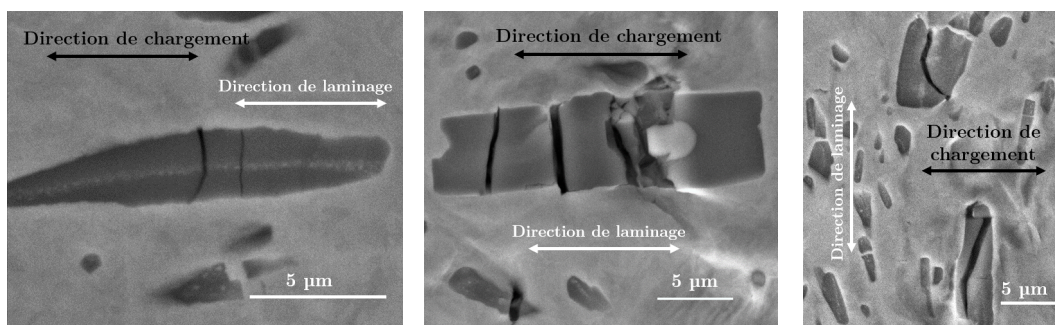


(b)



(c)

FIGURE 3.7 – (a) Courbe force/déflexion associée à l'essai de flexion dans le sens RD et TD. Rupture des particules perpendiculairement à l'axe de chargement lors des essais de flexion trois points *in-situ* MEB (b) dans le sens RD à la force 280N et (c) dans le sens TD à la force 230N. Les particules rompues sont entourées sur les images (b) et (c).

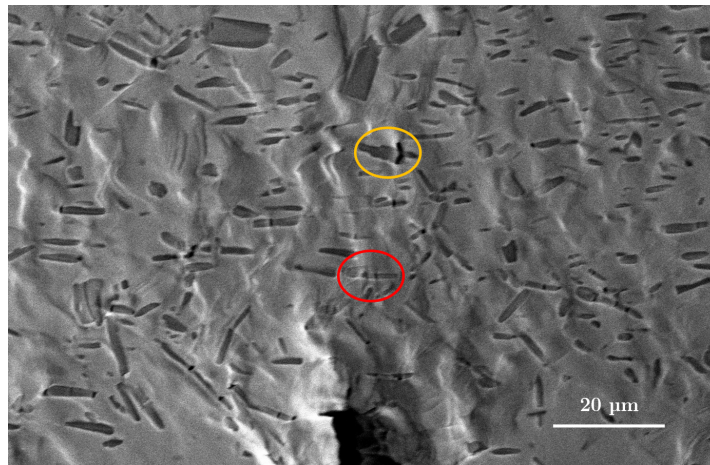


(a)

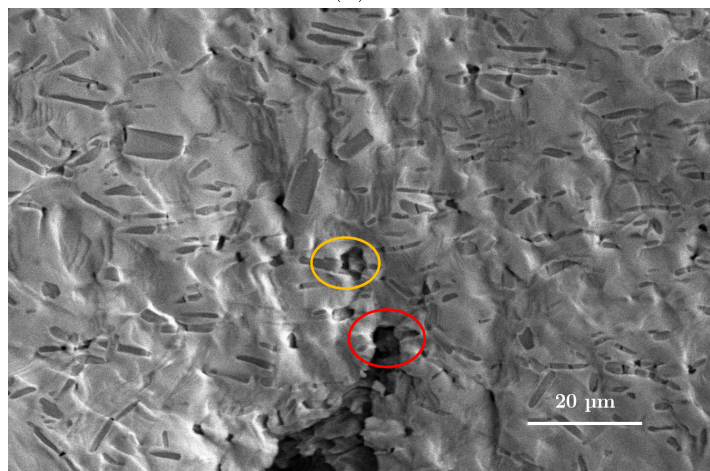
(b)

(c)

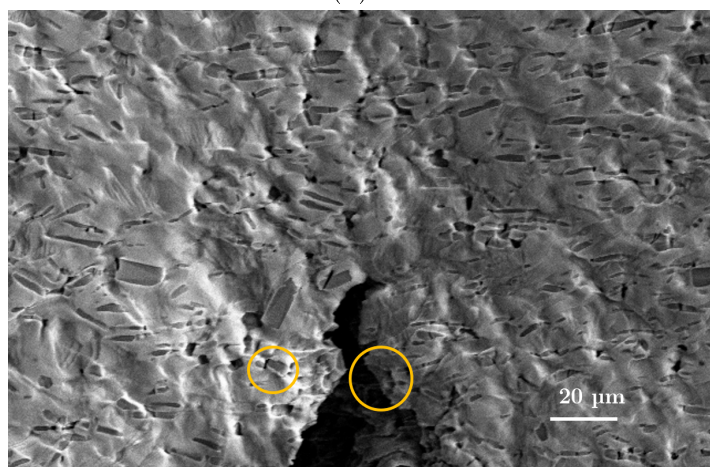
FIGURE 3.8 – (a) Une particule TiB₂ doublement fissurée, (b) une particule TiB₂ multifissurée et (c) une particule TiB₂ fissurée dans le sens longitudinal au cours des essais de flexion trois points *in-situ* MEB.



(a)



(b)



(c)

FIGURE 3.9 – Illustration des étapes de la propagation de la fissure macroscopique en passant par des particules rompues. (a) Particules rompues entourées par des cercles rouge et jaune et initiation de la fissure macroscopique, (b) propagation de la fissure passant par la fissure entourée en rouge et (c) propagation de la fissure avec les deux parties de la particule rompue entourées en jaune.

Les observations au MEB, pendant les essais de flexion 3 points, ont permis le suivi et l'analyse du chemin de fissuration en surface. La fissure suit un chemin tortueux en passant par les particules fissurées. La rupture des particules engendre des microcavités ou des microfissures qui sont rejointes par la fissure principale par cisaillement du ligament de la matrice restant (Figure 3.9). En effet, la fissure macroscopique qui commence sa propagation à partir du fond d'entaille passe par la fissure de la particule entourée en rouge illustrée sur la figure 3.9. Autour de la pointe de cette fissure macroscopique sur la figure 3.9b, le plus gros vide qui a nucléé est sous forme de fissure de la particule entourée en jaune et c'est exactement par là que la fissure macroscopique trace son chemin de propagation comme on peut le voir sur la figure 3.9c. Ainsi, le mécanisme d'endommagement prépondérant est la rupture des particules suivie de la propagation de la fissure macroscopique à travers les vides créés par leur rupture.

En outre, à un taux de déformation très important, associé à la force 280N pour l'éprouvette sollicitée dans le sens RD par exemple, on distingue de rares décohésions au niveau de l'interface matrice/renforts qu'on peut voir sur la Figure 3.10. Il faut noter que ces décohésions ne concernent pas l'intégralité d'une particule mais uniquement une petite portion.

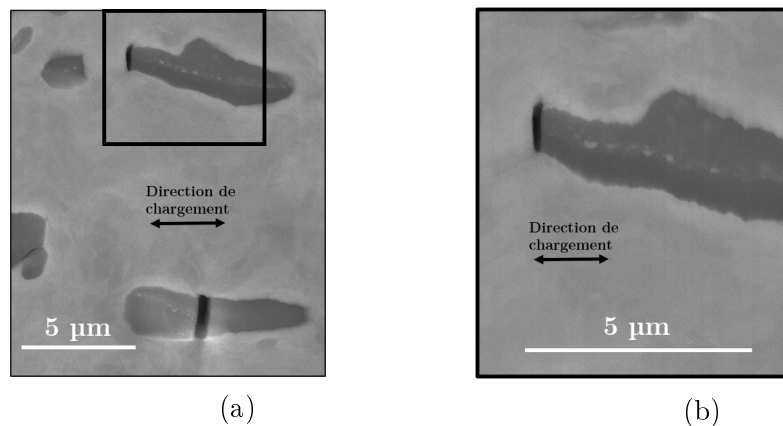


FIGURE 3.10 – Décohésion au niveau de l'interface matrice/renfort, à l'extrémité de la particule, juste avant la rupture de l'éprouvette en flexion trois points.

Pour relier l'évolution de l'endommagement à la déformation, des essais de traction *in-situ* MEB étaient prévus, avec une répartition homogène des contraintes dans l'éprouvette sollicitée. Or, ils n'ont pas pu être réalisés suite à des problèmes sur le capteur de force de la machine. L'essai de flexion *in-situ* MEB a tout de même permis de déterminer qualitativement les mécanismes d'endommagement du composite Fe-TiB₂.

Le suivi et la quantification de l'endommagement vont être réalisés au moyen de deux types d'essais ; des essais de traction interrompus pour le suivi en surface et des essais de traction, continus jusqu'à la rupture, couplés à de l'émission acoustique pour le suivi dans le volume.

3 Suivi de l'endommagement du composite Fe–TiB₂ en surface et dans le volume

3.1 Essais de traction interrompus et suivi de l'endommagement en surface par observations MEB

Des essais de traction interrompus ont été réalisés sur des éprouvettes macroscopiques simples dans le sens RD. Les essais ont été interrompus à plusieurs niveaux de chargement (300 MPa, 450 MPa, 500 MPa, 550 MPa et 600 MPa). Après chaque décharge à contrainte nulle, l'éprouvette est observée au MEB afin de suivre l'endommagement dans plusieurs zones préalablement repérées et marquées avant l'essai.

La figure 3.11 illustre des zones qui ont été observées et suivies au MEB sur la surface d'une éprouvette qui est en composite Fe–TiB₂ laminé à chaud.

Sur la première zone, l'état initial est illustré sur la Figure 3.11a. Après une charge/décharge à la contrainte de 300 MPa, juste après la limite d'élasticité du composite (qui est aux alentours de 255 MPa), on observe l'initiation de l'endommagement du composite sous forme de rupture ou fissuration des particules sur la Figure 3.11b. Au cours du chargement, la fissuration continue en parallèle de l'ouverture des fissures qui sont apparues auparavant (voir Fig. 3.11c). Sur la deuxième zone illustrée sur la Figure 3.11, à la contrainte 500 MPa (qui correspond à 5% de déformation plastique résiduelle) (voir Fig. 3.11e), on observe l'ouverture de la fissure existante sur la figure 3.11d, capturée à la déformation plastique résiduelle de 2%. En atteignant la déformation plastique résiduelle très élevée de 14.3%, la croissance de la cavité issue de la rupture de la particule continue et est encore plus marquée. On observe également l'apparition d'une cavité qui pourrait correspondre à une décohésion au niveau d'une extrémité de l'interface matrice/particule, désignée par une flèche noire sur la Figure 3.11f.

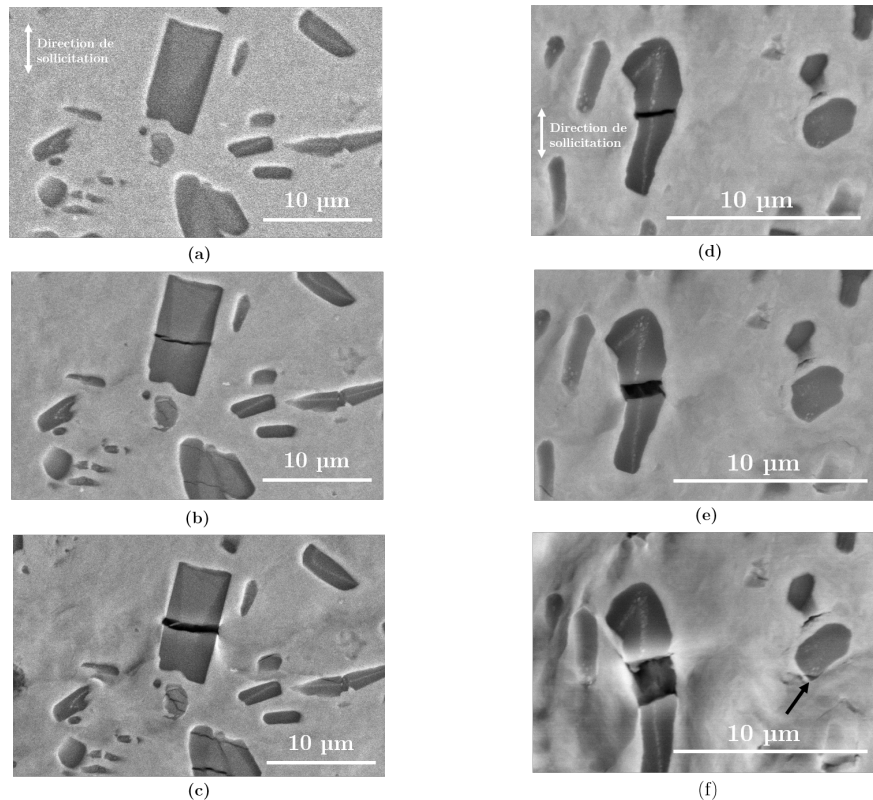


FIGURE 3.11 – Séquences de l'évolution de l'endommagement de deux zones dans une éprouvette de traction en composite Fe-TiB₂ LAC, sollicité dans le sens RD. Zone 1 : (a) État initial, avant chargement (particules saines), (b) initiation de l'endommagement : rupture des particules après 2% de déformation plastique résiduelle et (c) croissance des cavités apparues suite à la rupture des particules, après 14.3% de déformation. Zone 2 : (d) État à 2% de déformation plastique résiduelle, (e) croissance de la cavité issue de la rupture de la particule après 5% de déformation plastique résiduelle et (f) la croissance des cavités continue et apparition d'une décohésion à une extrémité de l'interface particule/matrice (flèche noire), après 14.3% de déformation plastique résiduelle.

Ensuite, pendant le suivi d'une plus grande zone, illustrée sur la figure 3.12, la rupture de plusieurs particules a également été observée, perpendiculairement à la direction de chargement, quelles que soit leurs orientations. L'état initial est illustré sur la figure 3.12a. Ensuite, au cours du chargement, pour la plupart des particules, la première fissure se situe au milieu de la particule sinon elle apparaît à une de ses extrémités. On observe également sur les Figures 3.12b, 3.12c, 3.12d et 3.12e de la multifissuration de quelques particules.

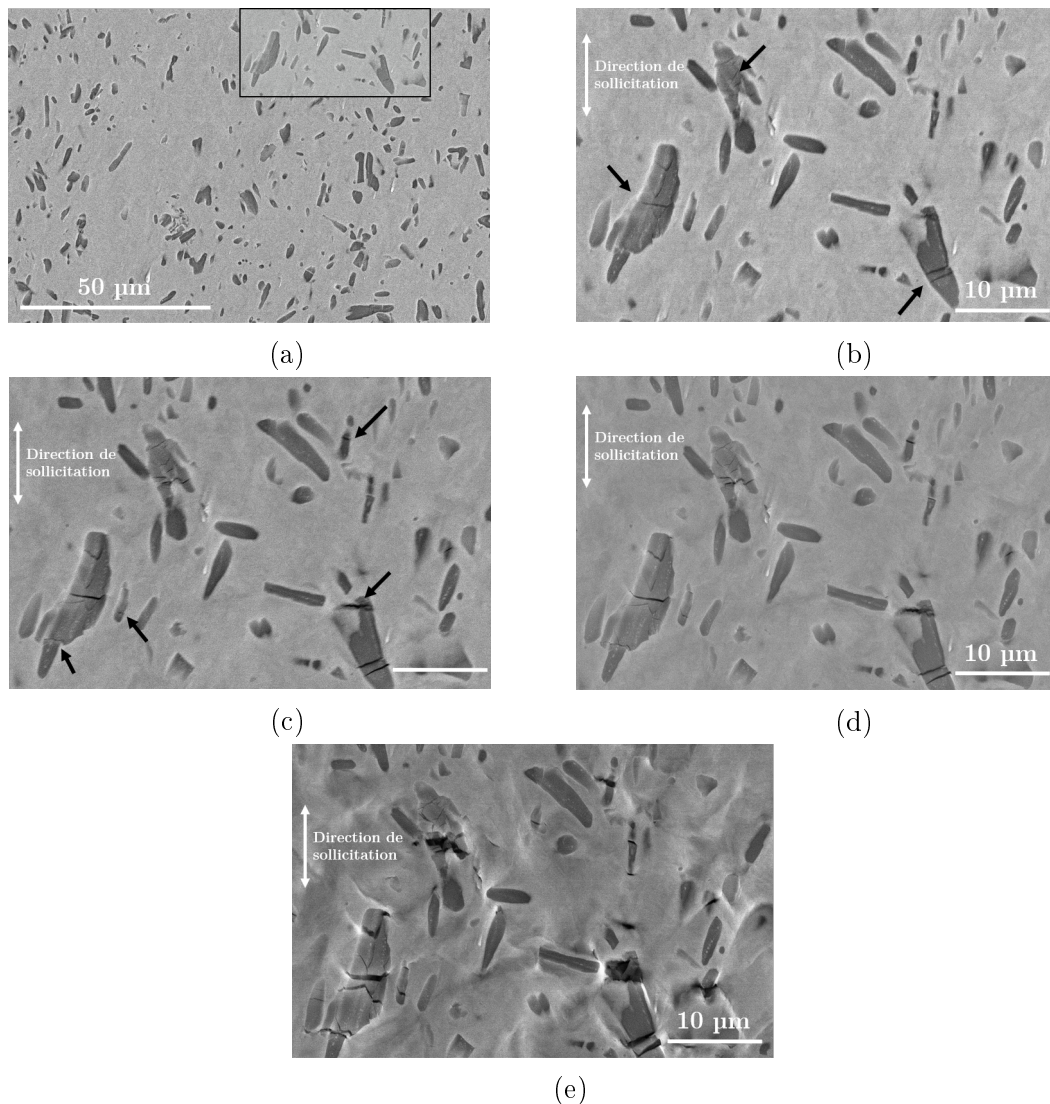


FIGURE 3.12 – Séquences de l'évolution de l'endommagement d'une zone dans le composite Fe-TiB₂ LAC sollicité dans le sens RD. (a) Localisation de la zone suivie à l'état initial, (b) initiation de l'endommagement : nucléation de fissures à 2% de déformation plastique résiduelle, (c) nucléation de nouvelles fissures et croissance des vides existants après 3.3% de déformation plastique résiduelle, (d) croissance des cavités après 5.4% de déformation plastique résiduelle et (e) coalescence des cavités après 14.3% de déformation plastique résiduelle.

Pour un matériau ductile, la rupture d'une éprouvette sollicitée en traction est généralement le résultat de la croissance et de la coalescence des microcavités. Pour le composite Fe-TiB₂ LAC, la croissance de vide a été observée à différents taux de déformations sur les figures 3.11 et 3.12. La coalescence est illustrée sur les deux figures 3.13a et 3.13b. Dans cette zone, on peut voir que toutes les fissures qui ont nucléé au cours du chargement, se sont rejointes pour ne former qu'un seul grand vide. Sur la même figure, on pourrait penser que la zone encadrée en jaune est une décohésion à l'interface matrice/particule. En revanche, à un grandissement plus important, on constate que c'est bien de la fissuration à l'extrémité de la particule

en observant l'autre partie de la particule (entouré en rouge sur la figure 3.13c).

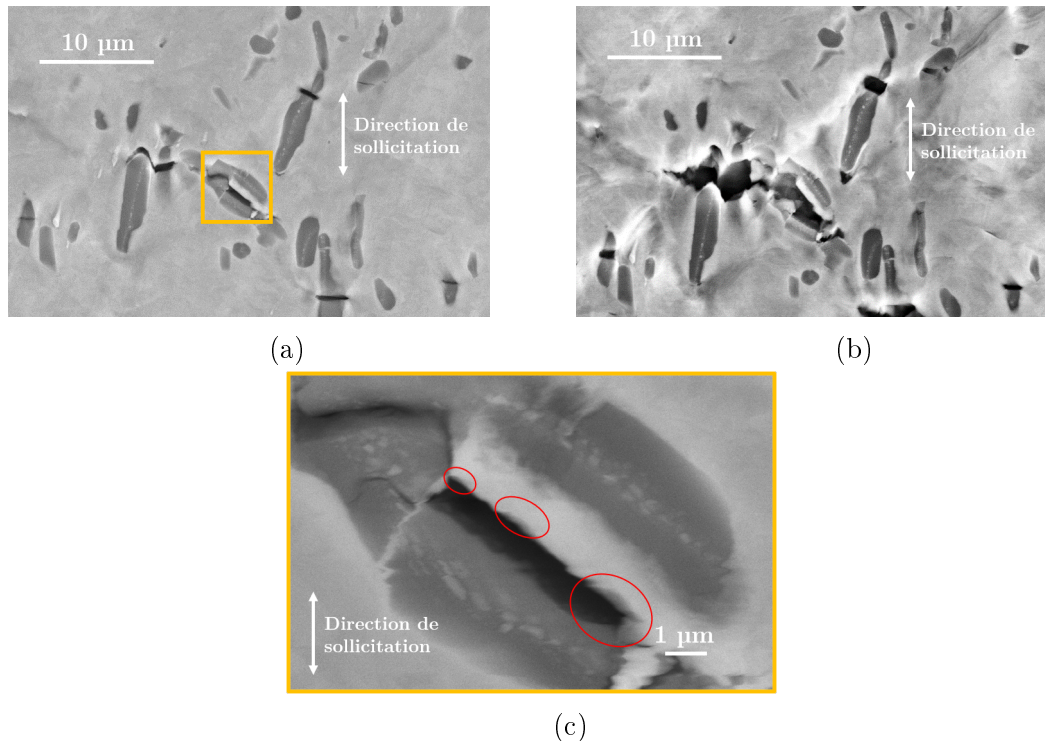


FIGURE 3.13 – Illustration de la coalescence de vide entre deux états de chargement qui correspondent à (a) 5.4% et (b) 14.3% de déformations plastiques résiduelles. (c) Zoom de la zone encadrée sur l'image (a).

Ces constatations semblent suggérer que l'interface entre la matrice et les renforts est tellement cohésive qu'elle ne cède que très rarement et seulement à des taux de déformations très élevés. Ainsi, le mode d'endommagement prépondérant de ce matériau est la rupture de particules. Il a été observé que les vides ainsi nucléés croissent lors du chargement pour enfin former une fissure macroscopique par coalescence, ce qui est caractéristique d'un matériau ductile.

3.2 Essais de traction simples et suivi de l'endommagement dans le volume par émission acoustique

Les émissions acoustiques (EA) détectées au cours des essais de traction quasi-statiques du composite Fe-TiB₂ LAC ont été enregistrées et analysées. La corrélation entre le signal EA (le nombre d'évènements cumulés dans un volume équivalent à $60 \times 12.5 \times 2 \text{ mm}^3$) et la courbes contrainte-déformation est illustrée sur la Figure 3.14. On remarque que les premiers évènements se sont produits au début de la déformation plastique et ce nombre augmente considérablement avec la déformation plastique. Ces évènements sont souvent liés à l'endommagement qui se manifeste (entre les capteurs) au cours du chargement, tous mécanismes d'endommagement confondus. Puisque les particules sont capables de se multifissurer (voir Fig. 3.8b), le

nombre d'événements enregistrés ne correspond pas au nombre de particules endommagées, mais à tout endommagement qui peut se manifester au niveau des particules, matrice ou interfaces matrice/particules.

La courbe de résultats des événements acoustiques cumulés (Fig. 3.14) présente quatre principales zones d'endommagement pour le composite Fe-TiB₂ LAC au cours du chargement :

- Avant la limite d'élasticité, il y a très peu d'événements, ce qui implique un endommagement quasi-nul dans le régime élastique,
- Entre la limite d'élasticité et une déformation de 1%, on remarque une augmentation de l'endommagement avec l'apparition des premiers événements acoustiques. La pente associée est très raide,
- Entre 1% et 6% de déformation, l'augmentation du nombre d'événements acoustiques cumulés est toujours très importante (mais avec une pente un peu moins raide que la précédente) ,
- Finalement à partir de 6% de déformation et jusqu'à la rupture, il y a une augmentation modérée des événements EA cumulés.

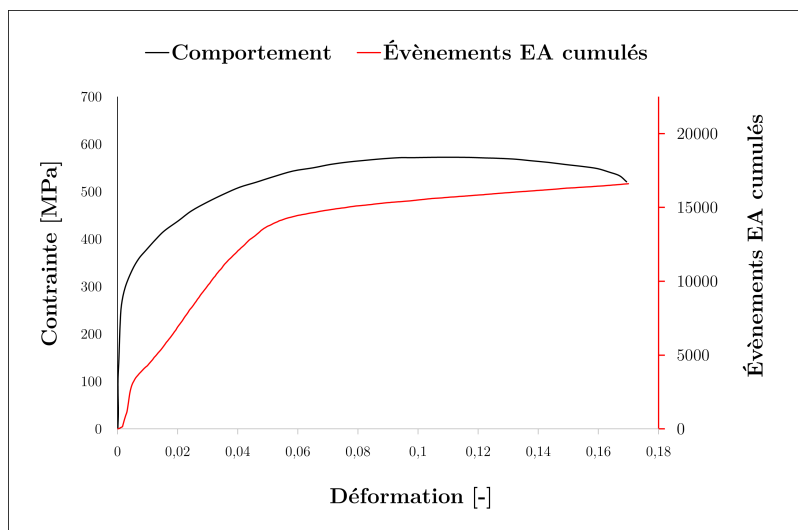


FIGURE 3.14 – Évolution de la contrainte et du cumul du nombre d'événements acoustiques en fonction de la déformation lors d'un essai de traction du composite Fe-TiB₂ LAC sollicité dans la direction RD.

Les événements acoustiques corrélés à la courbe de comportement du composite Fe-TiB₂ LAC, donnés dans la figure 3.14, fournissent des informations sur le comportement macroscopique et l'endommagement du composite en volume qui sont comparés avec les observations en surface. En effet, à 2% de déformation plastique, lors du suivi d'endommagement en surface, il a été constaté que la fissuration des particules avait déjà commencé. Ensuite, entre 2% et 5.4% de déformation, il y avait

rupture de nouvelles particules en parallèle de l'ouverture des fissures existantes à ces taux de déformation. La dernière observation a été réalisée à une déformation très élevée (14.3%) et à cette déformation, l'endommagement est arrivé à un stade très avancé (donc bien corrélée avec l'augmentation de la valeur des événements EA cumulés) et dans quelques zones, on commence déjà à apercevoir de la coalescence de cavités localement (voir Fig. 3.13c).

L'augmentation très rapide des événements acoustiques est liée au phénomène de nucléation due à la fissuration des particules. La croissance modérée des événements acoustiques, à des taux de déformation élevés, serait corrélée à la rupture de quelques autres particules ainsi que la croissance de vide dans la matrice, alors que la partie finale correspondrait à un endommagement lié à la croissance et coalescence de cavités qui devrait a priori générer moins d'événements acoustiques comparé à la fissuration.

Pour conclure, une bonne corrélation des données acoustiques avec les observations MEB au niveau des tendances de l'évolution de l'endommagement dans le composite Fe-TiB₂ LAC a été observée. Ceci signifie que l'endommagement en surface observé peut être un indicateur fiable de l'endommagement dans le volume du matériau. Ceci permettra de faire une quantification de la fraction des particules rompues, en surface, au cours du chargement.

3.3 Faciès de rupture des éprouvettes de traction simple

La détermination du type de comportement du Fe-TiB₂ nécessite l'analyse du faciès de rupture. Le faciès de rupture observé est caractérisé par une rupture fragile par clivage des particules et par la présence de cupules caractéristiques d'une rupture ductile dans la matrice (voir Figure 3.15). Elles sont également signe d'une croissance et coalescence de cavités avant la rupture finale du composite.

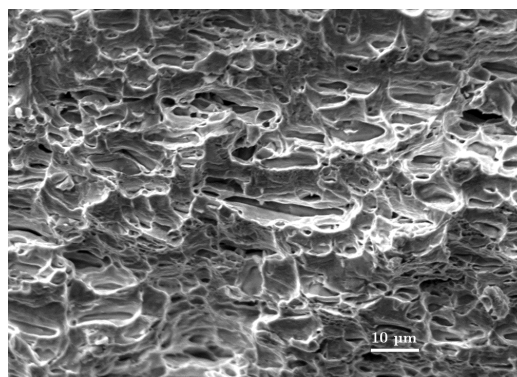


FIGURE 3.15 – Faciès de rupture d'éprouvette de traction sollicitée dans le sens TD, observé au MEB.

L'analyse des éventuels mécanismes d'endommagement post-mortem sur les faciès de rupture des éprouvettes sollicitées dans le sens RD (figure 3.16a) et celles sollicitées dans le sens TD (figure 3.16b) montrent des traces de particules rompues au fond des cupules suivant le plan normal à l'axe de sollicitation, quelle que soit

l'orientation des particules dans le composite.

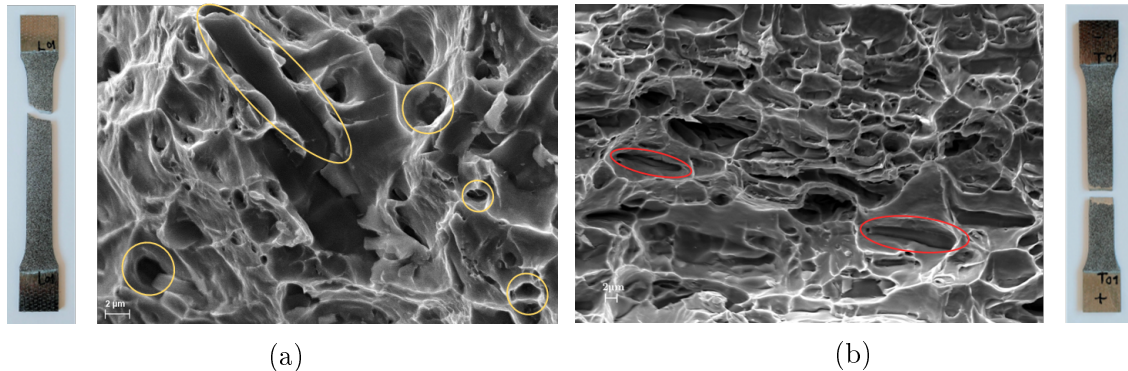


FIGURE 3.16 – Faciès de rupture d'éprouvettes de traction sollicitées (a) dans le sens RD et (b) dans le sens TD, observés au MEB.

4 Quantification de l'endommagement du composite Fe–TiB₂ laminé à chaud

4.1 Détermination du nombre de particules rompues au cours du chargement

À chaque interruption de l'essai de traction, plusieurs images MEB ont été capturées dans de nombreuses zones sur la surface de l'éprouvette pour quantifier le nombre de particules rompues en surface. Une analyse quantitative est réalisée sur l'ensemble des particules toutes géométries confondues. À l'état initial du composite Fe–TiB₂ LAC, la microstructure est saine. Au début de la déformation plastique, 4% des particules sont rompues et ce pourcentage continue d'augmenter au cours du chargement jusqu'à atteindre 41% de particules rompues après une déformation plastique de 14.3% (juste avant la rupture comme le montre la courbe de la figure 3.14). On rappelle que c'est le nombre des particules rompues en surface qui est comptabilisé et non le nombre de fissures puisqu'une seule particule peut être multifissurée.

Il faut noter que le maximum des particules fissurées (environ 41% de particules) apparaît à la déformation 14.3 %. De plus on remarque aussi que la moitié des particules fissurées apparaît vers 2-3% de déformation plastique. Cette information est intéressante car les modèles de nucléation couramment utilisés sont basés sur une valeur de déformation pour laquelle la moitié des cavités est nucléée. Ainsi ces valeurs trouvées expérimentalement pourront servir comme base pour calibrer le modèle qui sera développé dans le prochain chapitre.

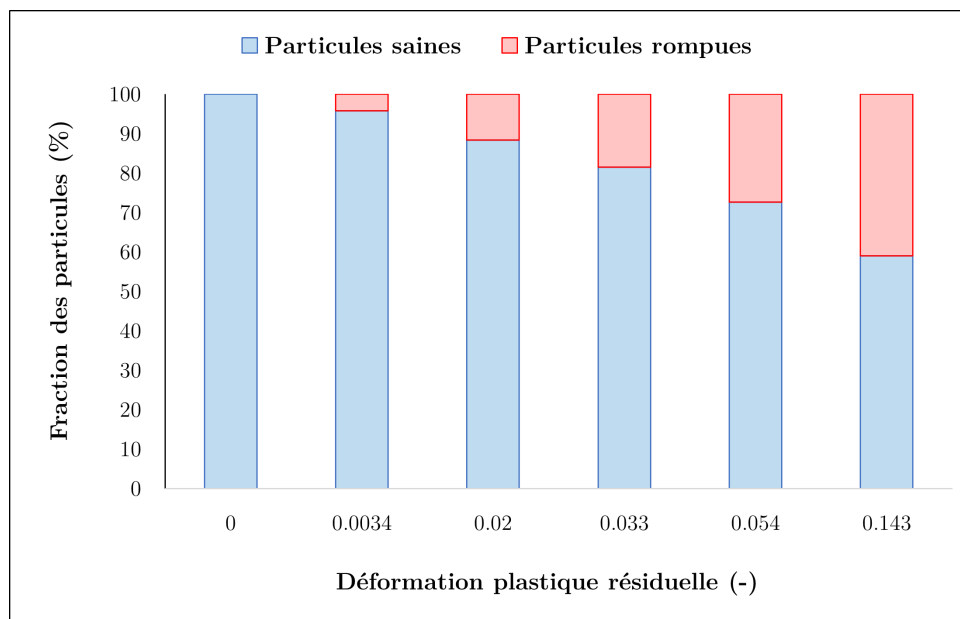


FIGURE 3.17 – Fraction numérique des particules rompues en surface au cours des essais de traction interrompus.

Dans cette section il y a eu suivi et quantification de l'endommagement du Fe-TiB₂ LAC qui se manifeste sous forme de rupture des particules. Cet endommagement engendrera une perte de rigidité du composite et la mesure du module d'Young permettra de quantifier l'effet de l'endommagement au cours du chargement.

4.2 Mesure de la baisse du module d'Young au cours des essais de traction de charge/décharge

On s'intéresse maintenant à la baisse de module qui est une manifestation macroscopique de l'apparition de l'endommagement dans le composite à matrice métallique à renforts particulaires.

Afin de déterminer la baisse de rigidité, des essais de traction charge/décharge d'éprouvettes en Fe-TiB₂ LAC sont réalisés à température ambiante, dans les deux sens longitudinal (RD) et travers (TD) (voir Fig. 3.6). Les charges/décharges ont été effectuées à différents taux de déformations associés aux contraintes (400 MPa, 450 MPa, 500 MPa et 550 MPa) pour chaque éprouvette à la même vitesse de déformation ($2.7 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$). Les courbes charges-décharges des éprouvettes de Fe-TiB₂ LAC, dans les deux directions RD et TD, obtenues sont représentées sur la figure 3.18.

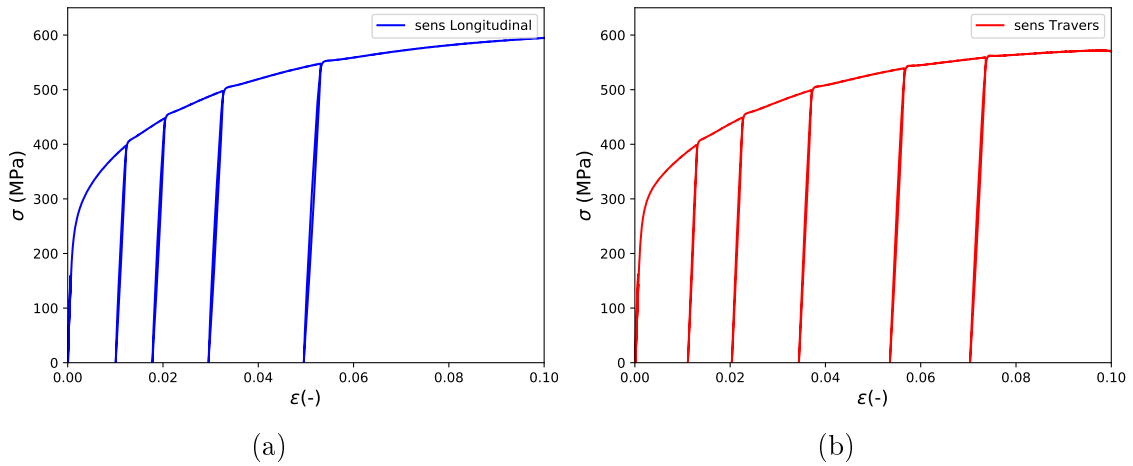


FIGURE 3.18 – Courbes contraintes-déformations obtenues suites aux essais de charge/décharge des éprouvettes de Fe–TiB₂ laminé à chaud (a) dans le sens longitudinal et (b) dans le sens travers.

À chaque étape de charge/décharge, le module élastique correspondant à la pente à la charge (de la courbe contrainte-déformation) est mesuré. On rappelle que les modules d'Young initiaux obtenus dans les deux directions de sollicitation sont légèrement différents (voir chapitre 2). Ce sont donc les valeurs des modules élastiques normalisés E/E_0 (avec E_0 le module d'Young initial du matériau sain) qui sont tracées sur la Figure 3.19 pour comparaison. On remarque que le taux de baisse du module d'Young dans les deux directions de sollicitation est quasiment le même jusqu'à une déformation équivalente à $\varepsilon = 0.05$. À 5% de déformation, le module d'Young dans le sens RD vaut 195 GPa tandis que celui dans le sens TD vaut 198 GPa.

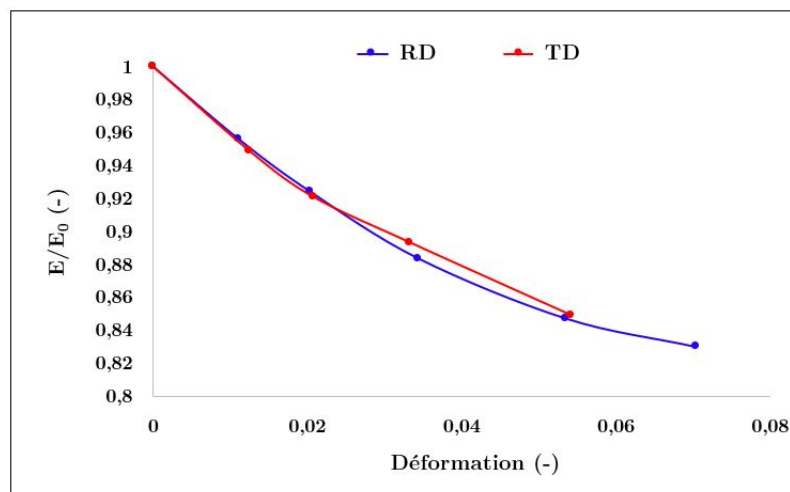


FIGURE 3.19 – Baisse du module élastique (normalisé par rapport au module d'Young initial) du composite Fe–TiB₂ LAC dans les deux sens RD et TD.

Une corrélation directe peut être constatée entre l'endommagement observé microscopiquement lors des essais de traction et la baisse de rigidité macroscopique du

Fe-TiB₂. Au cours de la déformation plastique, l'endommagement du composite se manifeste sous forme de rupture des particules créant ainsi du vide qui continue de croître, ce qui entraîne une diminution progressive de ses propriétés élastiques.

5 Essais de traction simple sur éprouvettes entaillées

L'étude de la rupture d'éprouvettes entaillées est intéressante car elle permet d'améliorer la compréhension du comportement à rupture de ces composites. En effet, ces essais ont pour objectif de caractériser la rupture du matériau sous sollicitation de traction et en particulier, l'influence de la triaxialité des contraintes sur la nature de la rupture et les mécanismes de nucléation, croissance, coalescence des cavités et de la propagation de fissures.

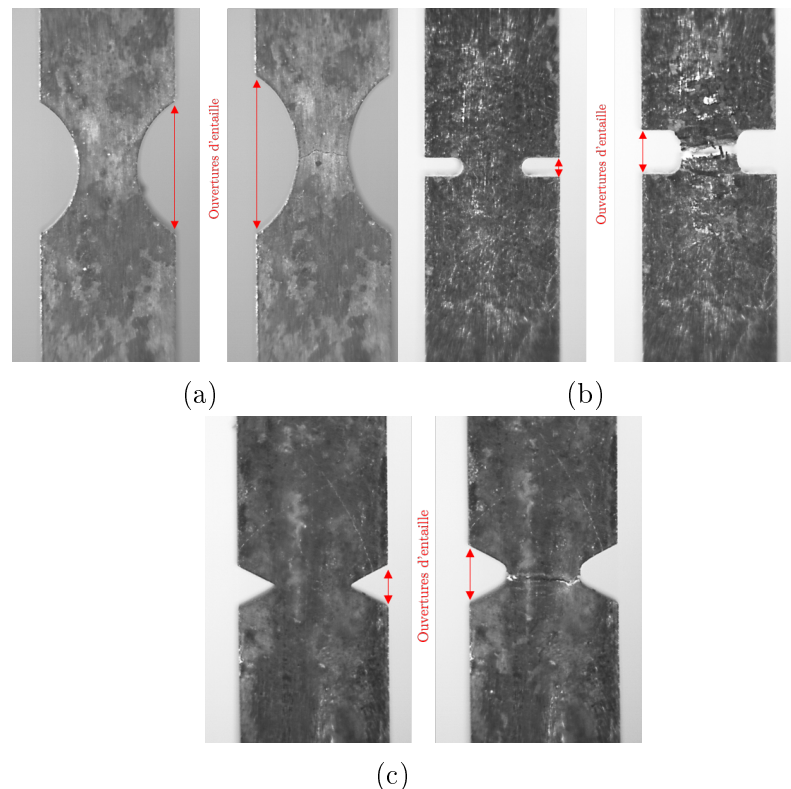


FIGURE 3.20 – Éprouvettes entaillées sollicitées en traction monotone : avant et après rupture. (a) rayon d'entaille $R = 4$ mm, (b) d'entaille $R = 0.5$ mm et (c) entaille triangulaire dont l'ouverture est de 2 mm.

Des essais de traction monotone sur des éprouvettes entaillées ont été réalisés jusqu'à la rupture au niveau des double entailles comme illustré sur la figure 3.20. Les valeurs de triaxialité associées aux géométries des entailles des éprouvettes de traction qui ont été calculés dans la section 1.2.4 sont rappelées dans le tableau 3.1. Les ouvertures des entailles ont été mesurées par analyse des images capturées au cours des différents essais de traction réalisés.

TABLE 3.1 – Les valeurs triaxialités associées aux géométries des entailles des éprouvettes de traction.

Entaille	Triaxialité
Entaille circulaire au rayon $R = 4 \text{ mm}$	$T = 0.44$
Entaille circulaire au rayon $R = 0.5\text{mm}$	$T = 0.7$
Entaille triangulaire dont l'ouverture $Ouv = 2\text{mm}$	$T = 1$

Les courbes de la force appliquée en fonction du déplacement de la traverse et les courbes de la force appliquée en fonction de l'ouverture d'entaille, associées à chaque forme d'entaille de chaque éprouvette, sont données dans la figure 3.21. Le comportement des éprouvettes entaillées du composite Fe-TiB₂ LAC passe par différents régimes : (i) élastique, (ii) écoulement, (iii) striction puis (iv) rupture. L'endommagement commence à la limite élastique avec initiation et croissance des cavités pendant l'écoulement. La partie liée à la striction correspond à l'apparition de la coalescence des cavités conduisant à une propagation rapide de la fissure qui mène à la rupture des éprouvettes.

Ces trois géométries d'éprouvettes montrent que la triaxialité a un effet notable sur la rupture. La courbe de traction force/déplacement de l'éprouvette ayant la géométrie d'entaille qui donne le plus faible taux de triaxialité ($R = 4\text{mm}$) a rompu à un déplacement de traverse et une ouverture d'entaille beaucoup plus importants que celles dont les géométries d'entaille donnent d'importants taux de triaxialité. On constate également que pour le même déplacement de la traverse et la même ouverture d'entaille, la force appliquée augmente avec le taux de triaxialité.

Les différentes géométries d'éprouvettes (l'éprouvette lisse et les trois éprouvettes entaillées) permettent de balayer non seulement différentes triaxialités mais également, différents trajets de chargement. Les courbes obtenues suite à ces essais pourraient servir à la validation des paramètres d'un modèle d'endommagement de type Gurson présenté dans le chapitre suivant.

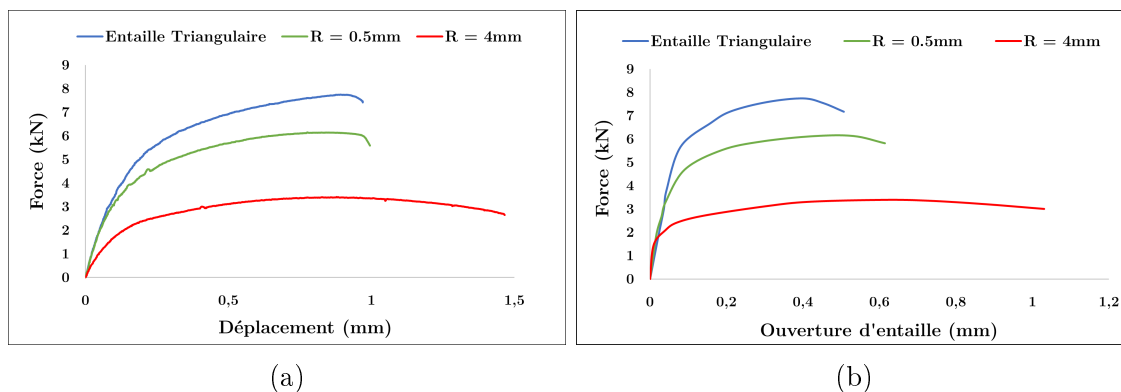


FIGURE 3.21 – (a) Courbes de la force en fonction du déplacement de la traverse et (b) courbes de la force en fonction de la déformation associée à l’ouverture d’entaille pour chaque éprouvette entaillée.

6 Discussion et conclusion

6.1 Discussion

L’ancienne coulée de ce même composite contenait des particules dont la fraction volumique, la taille et la répartition étaient différentes. Cette microstructure contenait beaucoup de particules primaires dont le diamètre pouvait atteindre les 20 μm qui étaient très imposantes face aux petites particules eutectiques (voir Fig. 3.22b).

Les points en commun entre cette ancienne coulée et le matériau de cette étude sont les constituants, leurs propriétés et le procédé d’élaboration. Les deux composites sont élaborés par le même procédé de solidification eutectique qui permet d’avoir des interfaces très cohésives entre la matrice et les renforts. L’équipe de [Cha et al., 2012] avait montré pour l’ancienne coulée du Fe–TiB₂ que les interfaces matrice/renforts avaient une résistance interfaciale très élevée. Dans de nombreux travaux, il avait été observé que le mécanisme prépondérant de l’ancienne coulée était la rupture des particules [Hadjem-Hamouche et al., 2012, Dammak et al., 2014], avec de très rares décohésions aux interfaces.

Cette particularité est retrouvée pour le composite Fe–TiB₂ de cette étude. En effet, malgré l’affinement de la taille des particules primaires et eutectiques, la diminution du nombre des particules primaires, et une fraction volumique de renforts qui est plus faible également, le mécanisme d’endommagement principal reste la rupture des particules avec une très bonne cohésion à l’interface matrice/renforts.

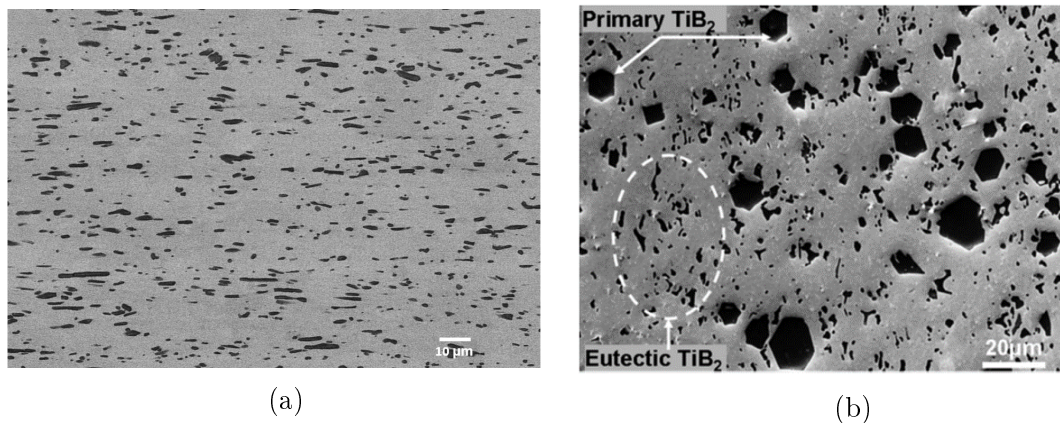


FIGURE 3.22 – Microstructures du composite Fe-TiB₂ (a) de cette étude et (b) de l’ancienne coulée.

Pour le matériau de cette étude, une répartition homogène de la taille des particules a été constatée lors des observations et analyses de microstructure tandis que pour le matériau de l’ancienne coulée, il contient des particules primaires qui sont de très grande taille par rapport aux particules eutectiques (voir Fig. 3.22) et au cours du chargement, ce sont principalement les particules primaires qui rompent [Hadjem-Hamouche et al., 2018]. Cette différence de taille entre les deux coulées induit une différence de distance interparticulaire entre les particules. En effet, pour une même fraction volumique, plus la taille des particules est fine, plus la distance interparticulaire est faible. Quand la distance interparticulaire est faible, la matrice est soumise à des niveaux très élevés de contraintes triaxiales en raison de l’écart entre les propriétés élastiques de la matrice et des renforts et des contraintes exercées sur la matrice par les particules avoisinantes qui sont proches les unes des autres [Lloyd, 1991]. Ceci génère des différences au niveau de l’endommagement des deux coulées du composite Fe-TiB₂.

La quantification de l’endommagement du composite Fe-TiB₂ LAC, en surface par observation MEB et en volume en utilisant la technique d’émission acoustique, a également été réalisée dans ce chapitre. Une différence est constatée entre les évolutions du nombre d’évènements cumulés au cours du chargement dans les deux différentes coulées (Fig. 3.23). En effet, dans l’étude de [Hadjem-Hamouche et al., 2018], l’évolution du nombre d’évènements acoustiques cumulés est très faible au début (après la limite d’élasticité) et augmente très rapidement juste avant la rupture. En revanche, pour le matériau de cette étude, l’évolution du nombre d’évènements acoustiques cumulés est très importante dès le début de la plasticité et de plus en plus modérée au cours du chargement (voir Fig. 3.23a).

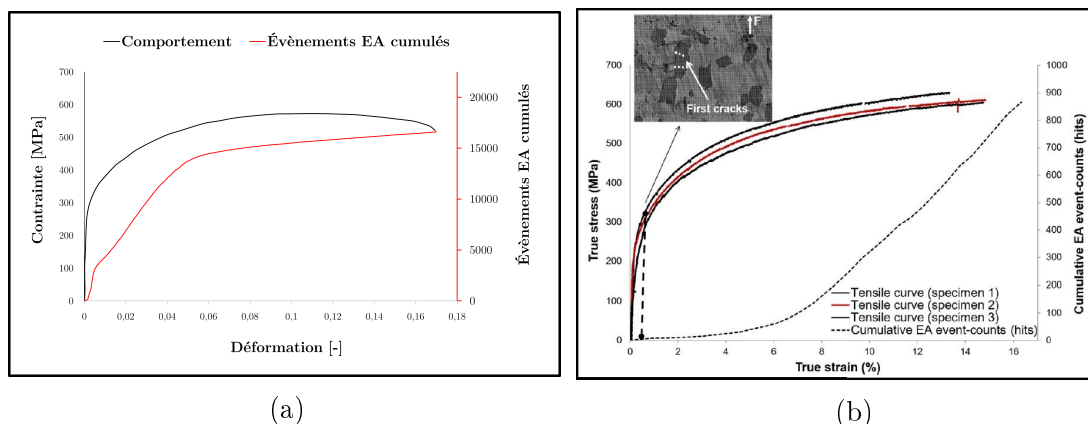


FIGURE 3.23 – Évolution de la contrainte et du cumul du nombre évènements acoustiques en fonction de la déformation lors d’un essai de traction du composite Fe–TiB₂ (a) de cette étude et (b) de l’ancienne coulée [Hadjem-Hamouche et al., 2018].

Il y a également une très grande différence entre les valeurs des évènements acoustiques cumulés, avec un maximum de 800 coups enregistrés lors de l’endommagement de l’ancienne coulée et environ 16000 coups pour matériau de cette étude, ce qui correspond à 20 fois le nombre d’évènements cumulés. La première raison est la taille de la zone analysée. Dans les travaux de [Hadjem-Hamouche et al., 2018], c’est une mini éprouvette destinée aux essais *in-situ* MEB qui est utilisée et le volume considéré pour la mesure d’évènements EA est de $26 \times 5 \times 1 \text{ mm}^3$. Le volume considéré pour la mesure d’évènements EA pour le matériau de cette étude est de $60 \times 12.5 \times 2 \text{ mm}^3$, ce qui correspond à environ dix fois le volume considéré pour l’ancienne coulée. De plus, la différence de la fraction volumique, de la taille des particules et ainsi que la distance interparticulaire pourraient également expliquer cet écart.

Concernant la mesure de baisse de rigidité, le module d’Young dans le sens longitudinal et travers a baissé d’environ 15% à 5% de déformation. Cette baisse de rigidité dans le composite Fe–TiB₂ présente la même tendance que le composite Al–SiC de l’étude de Derrien *et al.* [Derrien et al., 1999]. Ils ont mesuré la baisse module d’Young de l’aluminium renforcé avec 15% de particules SiC lors d’un essai de traction. Le mécanisme d’endommagement prépondérant de ce composite est la rupture des particules comme le composite Fe–TiB₂. Ils ont constaté que son module d’Young pouvait également baisser d’environ 15% à la déformation $\varepsilon = 0.05$.

[Gaspérini et al., 2017] ont développé un modèle phénoménologique qui estime la croissance de vide au cours de la déformation à travers la baisse de rigidité des particules après leur rupture. Dans cette étude, une baisse progressive de la rigidité du composite Fe–TiB₂ a été prédite mais n’a pas été estimée.

6.2 Conclusion

L'objectif de ce chapitre était d'étudier qualitativement et quantitativement l'endommagement dans le composite Fe-TiB₂ pouvant apparaître lors d'un chargement mécanique. Différentes techniques expérimentales ont ainsi été mises en œuvre afin d'étudier ces mécanismes à différentes échelles. Les conclusions principales sont les suivantes :

1. L'endommagement commence au début de la déformation plastique. Il se manifeste, d'un point de vue microscopique, par la fissuration des particules TiB₂ en mode d'ouverture. Très peu de décohésion interfaciale a été observée à des taux de déformation très élevés. La précipitation des particules lors de la solidification eutectique conduit donc à des interfaces particules-matrice très cohésives,
2. Un maximum d'environ 40% des particules rompues en surface a été observé lors d'un essai de traction. De plus, environ la moitié des particules rompues en surface apparaît après environ 3% de déformation totale,
3. La rupture des particules entraîne la formation de cavités, responsables de la rupture du composite par croissance et coalescence,
4. Cet endommagement progressif, lié à une augmentation conjointe des particules rompues et des microcavités, conduit à une baisse de rigidité lors de la déformation plastique. Une baisse d'environ 15% est constaté après 5% de déformation.

CHAPITRE

4

ENDOMMAGEMENT DU COMPOSITE FE-TIB₂ LAC : ÉTUDE NUMÉRIQUE

Ce chapitre, qui est consacré à la présentation, l'implémentation numérique et l'application d'un modèle d'endommagement destiné à la prédiction de la baisse de rigidité des composites à matrice métallique à renforts particuliers homogénéisés, a fait l'objet d'une publication [Dorhmi et al., 2020]. Les phases constituantes de ce composite sont supposées isotropes. Dans un premier temps, les propriétés effectives du composite sont calculées en utilisant la méthode de Mori-Tanaka qui est une méthode d'homogénéisation par champs moyens. Ensuite, le composite plastifie et s'endommage. Au cours de la déformation, il y aura nucléation, croissance puis coalescence de cavités, qui sont supposées sphériques dans ce modèle. À chaque itération, la fraction volumique des cavités augmente tandis que celles de la matrice et des particules diminuent. Suite à l'actualisation des fractions volumiques de toutes les phases, les propriétés effectives du composite homogénéisé évoluent ce qui conduit à une modification de la rigidité macroscopique. Le modèle a été appliqué à des matériaux de la littérature et les prédictions du modèle ont été comparées à leurs résultats expérimentaux. Finalement, le modèle est appliqué au matériau de l'étude et confronté aux résultats expérimentaux.

1 Modèle d'endommagement destiné à la prédiction de la baisse de rigidité des CMMps homogénéisés

Le but de cette section est de développer un modèle qui est capable de décrire la baisse progressive de rigidité d'un composite à matrice métallique due au cumul d'endommagement lors de sa déformation plastique.

1.1 Généralités

La présence de cavités, qui peuvent nucléer au niveau des renforts (particules primaires) ou dans la matrice (au niveau des particules de deuxième phase), engendre une dégradation des propriétés mécaniques des composites à matrice métallique (CMM). Ces cavités vont croître suite à la déformation plastique générée et induiront finalement l'apparition de fissures macroscopiques qui sont le résultat de la coalescence de toutes ces cavités. Pour les CMMs, la fraction volumique de vide qui nucléée au cours de la déformation plastique peut être très importante, en fonction de la matrice, des renforts, de l'interface matrice/renfort et du chargement. Plus la fraction volumique de vide nucléée va augmenter, plus la rigidité effective du matériau va baisser. Ainsi, afin de décrire la dégradation progressive du comportement des CMMs, il est important de développer un modèle élasto-plastique qui décrit (i) les caractéristiques de base de la rupture ductile (nucléation, croissance et coalescence des cavités) et (ii) la baisse de rigidité engendrée par l'endommagement. Afin de tenir compte de ces deux phénomènes, il est nécessaire d'avoir un modèle micro-mécanique tenant compte de la microstructure du CMM pour fournir ses propriétés élastiques globales, et son éventuelle évolution lors de la déformation plastique.

Comme détaillé dans le chapitre bibliographique, les trois principaux mécanismes d'endommagement sont : (i) la décohésion à l'interface entre les renforts (particules primaires) et la matrice, (ii) la rupture des renforts et (iii) la nucléation des cavités au sein de la matrice (généralement au niveau des particules de seconde phase). Dans cette étude, l'endommagement est supposé apparaître uniquement par déformation plastique, de sorte qu'aucune modification de la microstructure n'est induite par la déformation élastique. Avec cette hypothèse, il est possible de traiter le comportement élastique et le comportement plastique séparément dans une procédure d'homogénéisation en deux étapes :

- **Le comportement élastique** est supposé ne pas induire d'endommagement. Les propriétés élastiques globales ne dépendront donc que de la microstructure (distribution et fraction volumique des différentes phases) à un instant donné.
- **Le comportement plastique** est censé engendrer de l'endommagement par le biais de la nucléation et la croissance des cavités, au cours de la déformation. La conséquence directe de l'évolution de l'endommagement est la modification de la microstructure. Cette évolution de la microstructure qui contient de plus en plus de cavités, mènera inévitablement à la baisse progressive des propriétés élastiques. Cette baisse sera plus ou moins importante selon le matériau et les mécanismes d'endommagement et de nucléation activés lors de la déformation plastique.

1.2 Homogénéisation des propriétés du CMMp à trois phases

Le schéma de Mori-Tanaka est celui qui a été choisi et qui sera adopté dans le calcul analytique des propriétés élastiques des CMMps. Il est explicite et bien adapté

aux microstructures de cette étude, c'est-à-dire, des particules réparties de manière aléatoire dans une matrice homogène et dont la valeur de la fraction volumique, additionnée à celle des cavités, reste inférieure à 30%.

Cas d'un composite à matrice métallique à trois phases

Généralement, pour la plupart des composites à matrice métallique, une seule famille de particules est impliquée, ce qui permet de simplifier les équations en prenant en compte un nombre limité de phases. Un composite triphasé constitué d'une matrice, de particules et de cavités peut être considéré. Pour le cas le plus simple d'un CMMp à trois phases dont le comportement de chacune est élastique isotrope avec des particules et des cavités ayant une forme sphérique, le calcul des propriétés élastiques macroscopiques est direct. Cette hypothèse n'est pas vérifiée en pratique dans le Fe-TiB₂. Cependant nous avons vu dans le Chapitre 2 qu'il est possible d'approcher le comportement du composite Fe-TiB₂ LAC par une matrice ferritique renforcée avec des particules sphériques isotropes.

Pour résumer, le but est de calculer le comportement élastique global d'un composite triphasé constitué (i) d'une matrice isotrope caractérisée par ses modules élastiques : le module d'élasticité isostatiques κ_m et le module de cisaillement μ_m , (ii) de particules sphériques dont le comportement est élastique isotrope (κ_p et μ_p) et (iii) de cavités sphériques dont les propriétés élastiques sont nulles. Les fractions volumiques de la matrice, des particules et des cavités sont respectivement notées f_m , f_p et f_v , où $f_m + f_p + f_v = 1$.

Toutes les phases du CMM sont supposées isotropes. Le tenseur de rigidité globale \mathbb{C}^{hom} peut donc être représenté par les deux modules $\bar{\kappa}$ et $\bar{\mu}$ et se réduit donc à l'équation :

$$\mathbb{C}^{hom} = 3\bar{\kappa}\mathbb{J} + 2\bar{\mu}\mathbb{K}, \quad (4.1)$$

où \mathbb{J} et \mathbb{K} sont deux tenseurs symétriques linéairement indépendants définis par :

$$\mathbb{J} = \frac{1}{3}\mathbb{I} \otimes \mathbb{I}, \quad \mathbb{K} = \mathbb{I} - \mathbb{J} \quad (4.2)$$

où \mathbb{J} est le tenseur de projection sphérique et \mathbb{K} le tenseur de projection déviatorique.

Le tenseur de rigidité du modèle de Mori-Tanaka pour n-phases [Dasgupta and Bhandarkar, 1992] est donné par l'équation :

$$\mathbb{C}^{hom} = \left(\sum_{r=0}^n f^r \mathbb{C}_r : \mathbb{A}_r^{esh} \right) : \left(\sum_{r=0}^n f^r \mathbb{A}_r^{esh} \right)^{-1},$$

où $\mathbb{A}_r^{esh} = [\mathbb{I} + \mathbb{S}_r^{esh} : \mathbb{C}_0^{-1}(\mathbb{C}_r - \mathbb{C}_0)]^{-1}$. \mathbb{C}_r sont les tenseurs de rigidité des phases, f^r est la fraction volumique de chaque phase r et \mathbb{S}_r^{esh} est le tenseur d'Eshelby.

On donne $r = m$ pour la matrice, $r = p$ pour les particules et $r = v$ pour le vide ;
Le tenseur de rigidité du modèle de Mori-Tanaka pour 3 phases est donc :

$$\mathbb{C}^{hom} = (f^m \mathbb{C}_m + f^p \mathbb{C}_p : \mathbb{A}_p^{esh} + f^v \mathbb{C}_v : \mathbb{A}_v^{esh}) : (f^m \mathbb{I} + f^p \mathbb{A}_p^{esh} + f^v \mathbb{A}_v^{esh})^{-1} \quad (4.3)$$

avec,

$$\left\{ \begin{array}{l} \mathbb{A}_p^{esh} = (\mathbb{C}_p - \mathbb{C}_m + \mathbf{P}^{-1})^{-1} : \mathbf{P}^{-1} \\ \mathbb{A}_v^{esh} = (\mathbb{C}_v - \mathbb{C}_m + \mathbf{P}^{-1})^{-1} : \mathbf{P}^{-1} \\ \mathbb{C}_r = 3\kappa_r \mathbb{J} + 2\mu_r \mathbb{K}, \quad r = \{m, p, v\} \\ \mathbf{P} = \frac{1}{3\kappa_m + 4\mu_m} \mathbb{J} + \frac{\frac{\kappa_m}{2\mu_0} + 1}{3\kappa_m + 4\mu_m} \mathbb{K} \end{array} \right.$$

Ainsi, dans le cas d'un composite à trois phases, on peut montrer que le module d'élasticité isostatique $\bar{\kappa}$ et le module de cisaillement $\bar{\mu}$ sont donnés par les équations suivantes :

$$\left\{ \begin{array}{l} \bar{\kappa} = \kappa_m \times \frac{f^m(\kappa_m + \alpha_m(\kappa_p - \kappa_m)) + f^p \kappa_p}{f^m(\kappa_m + \alpha_m(\kappa_p - \kappa_m)) + f^p \kappa_m + \frac{f^v}{1 - \alpha_m}(\kappa_m + \alpha_m(\kappa_p - \kappa_m))} \\ \bar{\mu} = \mu_m \times \frac{f^m(\mu_m + \beta_m(\mu_p - \mu_m)) + f^p \mu_p}{f^m(\mu_m + \beta_m(\mu_p - \mu_m)) + f^p \mu_m + \frac{f^v}{1 - \beta_m}(\mu_m + \beta_m(\mu_p - \mu_m))} \end{array} \right., \quad (4.4)$$

Les paramètres α_m et β_m sont définis comme suit :

$$\left\{ \begin{array}{l} \alpha_m = \frac{3\kappa_m}{3\kappa_m + 4\mu_m} \\ \beta_m = \frac{6\kappa_m + 2\mu_m}{5(3\kappa_m + 4\mu_m)}. \end{array} \right. \quad (4.5)$$

Le module d'Young \bar{E} et le coefficient de Poisson $\bar{\nu}$ du composite homogénéisé peuvent ainsi être calculés :

$$\left\{ \begin{array}{l} \bar{E} = \frac{9\bar{\kappa} \bar{\mu}}{3\bar{\kappa} + \bar{\mu}} \\ \bar{\nu} = \frac{3\bar{\kappa} - 2\bar{\mu}}{2(3\bar{\kappa} + \bar{\mu})}. \end{array} \right. \quad (4.6)$$

Les propriétés élastiques d'un CMMp dépendent uniquement (i) des propriétés élastiques des phases : κ_m , μ_m , κ_p et μ_p et (ii) des fractions volumiques des phases : f^m , f^p et f^v . Une modification de la microstructure (due à la déformation plastique par exemple), qui correspond en pratique à une modification de la fraction volumique des phases, aura un impact direct sur les valeurs des propriétés élastiques macroscopiques du composite.

L'hypothèse d'une forme sphérique pour les particules est raisonnable dans la plupart des composites à matrice métallique dont les particules ont des effets de formes modérés. Cependant, dans le cas des composites renforcés avec des fibres, qui ne sont pas pris en compte dans cette étude, cette hypothèse n'est pas appropriée et il faudrait envisager d'autres types de géométries tels que les ellipsoïdes allongés ou les cylindres. L'hypothèse d'une cavité sphérique est également raisonnable dans la plupart des cas, car la présence de particules sphériques est plus susceptible de mener à la nucléation de cavités sphériques qu'une autre forme. Ensuite, les cavités sphériques sont censées demeurer sphériques pendant la déformation plastique, ce qui est cohérent dans le cas d'une triaxialité de contraintes modérée à élevée. Ces hypothèses permettront d'avoir des expressions directes pour les modules élastiques macroscopiques.

1.3 Endommagement du matériau homogénéisé

Le comportement plastique du composite à matrice métallique est une étape importante dans le développement du modèle complet car il va piloter l'évolution de la microstructure suite à l'initiation et l'accumulation de l'endommagement à travers les différents mécanismes.

1.3.1 Homogénéisation des propriétés plastiques

Le modèle de plasticité recherché doit (i) décrire les caractéristiques de base de la rupture ductile (nucléation, croissance et coalescence des micro-cavités) et (ii) fournir des lois d'évolution pour les paramètres internes définissant la microstructure (fractions volumiques de la matrice, renforts et cavités).

Comportement plastique sans cavités Nous supposons que (i) la matrice obéit au critère isotrope de von Mises avec une limite d'élasticité notée σ_0^m et que (ii) les particules ont un comportement purement élastique. Le comportement élastique des particules a pour conséquence la modification des champs de contraintes locales dans la matrice, ce qui peut avoir un impact sur le début de la déformation plastique. Ainsi, il est raisonnable de supposer que, comme les particules sont isotropes, le système {matrice + particules} obéit également au critère isotrope de von Mises :

$$\varphi(\boldsymbol{\sigma}) = \sigma_{eq} - \sigma_0 \leq 0, \quad (4.7)$$

où σ_{eq} est la contrainte équivalente globale dans le système {matrice + particules} et σ_0 est identifié comme la limite d'élasticité du composite sain. Aucune tentative n'est faite ici pour relier la limite d'élasticité du composite σ_0 à la limite d'élasticité de la

matrice seule σ_0^m . La raison de ce choix est que, dans la dérivation du comportement plastique avec des cavités, seul le comportement plastique du composite sain sera nécessaire. La détermination de la limite élastique σ_0 peut alors être facilement effectuée à partir d'essais expérimentaux de traction sur le composite.

Comportement plastique avec des cavités On considère maintenant la présence de cavités, en suivant l'approche de [Gurson, 1977], basée sur l'analyse limite d'une sphère creuse soumise à un taux de déformation homogène sur le bord. La matrice a un comportement plastique isotrope et obéit au critère de von Mises (voir figure 4.1). Ce modèle convient à la description du comportement plastique d'un matériau poreux et l'augmentation de la porosité due à l'écoulement plastique de la matrice. Il est important de noter que le terme "matrice" considéré dans l'analyse de Gurson n'a pas la même signification que la matrice du CMMp : il correspond juste, dans l'article de Gurson, à un matériau plastique (obéissant au critère de von Mises) qui entoure la cavité sphérique. Ici, la matrice de Gurson peut être identifiée comme le potentiel plastique local (équation (4.7)) décrivant la plasticité du CMM sain, et sera appelée "matrice homogénéisée" dans la suite pour éviter toute ambiguïté. La fraction volumique des cavités est toujours indiquée par f^v .

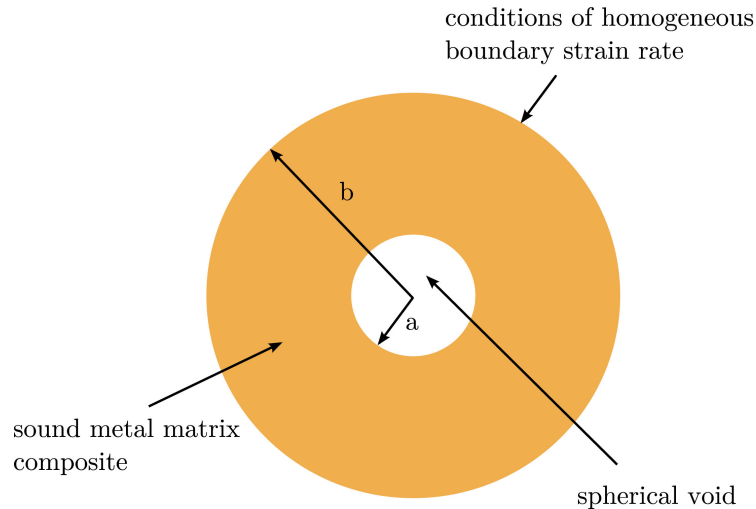


FIGURE 4.1 – Cellule élémentaire considérée par [Gurson, 1977] pour un comportement plastique.

Le critère macroscopique, exprimé en fonction de la contrainte macroscopique Σ , est le suivant [Gurson, 1977] :

$$\Phi(\Sigma) = \frac{\Sigma_{eq}^2}{\sigma_0^2} + 2q_1 f^v \cosh\left(\frac{3q_2 \Sigma_m}{2\sigma_0}\right) - 1 - q_3 (f^v)^2 \leq 0, \quad (4.8)$$

où Σ_{eq} est la contrainte de von Mises équivalente macroscopique, Σ_m est la contrainte moyenne macroscopique et σ_0 est la limite d'élasticité de la matrice homogénéisée. Les paramètres q_1 , q_2 et q_3 sont les paramètres (classiques) de Tvergaard [Tvergaard, 1981, Tvergaard and Needleman, 1984] qui permettent d'améliorer l'accord entre les prédictions du modèle de [Gurson, 1977] et les résultats des simulations

numériques de rupture ductile, sur des cellules élémentaires dont les formes sont plus réalistes que la sphère creuse de [Gurson, 1977].

Ce critère macroscopique est complété par une loi d'écoulement plastique macroscopique, obtenue à partir de la propriété de normalité (qui est préservée lors de la transition d'échelle) :

$$\mathbf{D}^p = \dot{\lambda} \frac{\partial \Phi}{\partial \boldsymbol{\Sigma}}(\boldsymbol{\Sigma}) \quad , \quad \dot{\lambda} \begin{cases} = 0 & \text{if } \Phi(\boldsymbol{\Sigma}) < 0 \\ \geq 0 & \text{if } \Phi(\boldsymbol{\Sigma}) = 0 \end{cases} \quad (4.9)$$

avec \mathbf{D}^p le taux de déformation plastique Eulérien et $\dot{\lambda}$ le multiplicateur plastique.

1.3.2 Évolution de l'écrouissage

L'écrouissage est pris en compte par le biais de l'approche heuristique de [Gurson, 1977]. La limite d'élasticité de la matrice homogénéisée σ_0 de l'équation (4.8) est remplacée par une limite d'élasticité "équivalente" $\bar{\sigma}$ donnée par l'équation :

$$\bar{\sigma} = \sigma(\bar{\varepsilon}) \quad (4.10)$$

$\sigma(\varepsilon)$ est la fonction d'écrouissage qui représente l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la déformation plastique cumulée ε . Une "valeur moyenne" de la déformation équivalente dans la matrice homogénéisée est donnée par la grandeur $\bar{\varepsilon}$ dont l'évolution est pilotée par l'équation heuristique de Gurson :

$$(1 - f^v) \bar{\sigma} \dot{\bar{\varepsilon}} = \boldsymbol{\Sigma} \mathbf{D}^p, \quad (4.11)$$

qui permet d'avoir l'égalité entre la dissipation plastique dans le matériau poreux et celle dans le matériau homogénéisé fictif. Enfin, l'évolution de la porosité correspondant à la croissance des cavités, qui est classiquement déduite de l'incompressibilité du matériau, est donnée par l'équation :

$$\dot{f}_{\text{croissance}} = (1 - f^v) \text{tr} \mathbf{D}^p \quad (4.12)$$

1.3.3 Nucléation des cavités

On rappelle que la nucléation des cavités, dans le cas des composites à matrice métallique, peut être la conséquence (i) de la décohésion des interfaces matrice / particules, (ii) de la fissuration des particules et/ou (iii) nucléation de cavités dans la matrice au niveau des particules de seconde phase. Ainsi, le taux total de nucléation des cavités $\dot{f}_{\text{nucléation}}$ est supposé être sous la forme suivante :

$$\dot{f}_{\text{nucléation}} = \dot{f}_{\text{decohésion}} + \dot{f}_{\text{cracking}} + \dot{f}_{\text{second-phase}} \quad (4.13)$$

Dans l'équation (4.13), chaque mécanisme d'endommagement est supposé être indépendamment piloté par le modèle phénoménologique de [Chu and Needleman, 1980], en fonction du taux de déformation. Le terme associé à la contrainte contrôlée

est négligé. En effet, il n'est pas vraiment pertinent dans des situations pratiques parce qu'il est très sensible aux instabilités (voir par exemple l'équation (49) dans [Benzerger et al., 2016]). Ainsi, en pratique, la nucléation contrôlée par la déformation est préférée et le terme contrôlé par la contrainte est généralement ignoré. Les trois contributions au taux de nucléation des cavités total, $\dot{f}_{\text{decohesion}}$, $\dot{f}_{\text{cracking}}$ et $\dot{f}_{\text{second-phase}}$, suivent une distribution normale de la forme :

$$\left\{ \begin{array}{l} \dot{f}_{\text{d}} = \dot{f}_{\text{decohesion}} \\ \dot{f}_{\text{fp}} = \dot{f}_{\text{cracking}} \\ \dot{f}_{\text{nm}} = \dot{f}_{\text{second-phase}} \end{array} \right. = \begin{array}{l} = \frac{f_N^{\text{d}}}{s_N^{\text{d}}\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{1}{2}\left(\frac{\bar{\varepsilon} - \varepsilon_N^{\text{d}}}{s_N^{\text{d}}}\right)^2\right) \times \dot{\bar{\varepsilon}} \\ = \frac{f_N^{\text{c}}}{s_N^{\text{c}}\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{1}{2}\left(\frac{\bar{\varepsilon} - \varepsilon_N^{\text{c}}}{s_N^{\text{c}}}\right)^2\right) \times \dot{\bar{\varepsilon}} \\ = \frac{f_N^{\text{sp}}}{s_N^{\text{sp}}\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{1}{2}\left(\frac{\bar{\varepsilon} - \varepsilon_N^{\text{sp}}}{s_N^{\text{sp}}}\right)^2\right) \times \dot{\bar{\varepsilon}}, \end{array} \quad (4.14)$$

où $\bar{\varepsilon}$ est la déformation plastique moyenne définie par l'équation (4.11), f_N^{d} , f_N^{c} et f_N^{sp} représentent les fractions volumiques de cavités nucléées, ε_N^{d} , ε_N^{c} et $\varepsilon_N^{\text{sp}}$ correspondent à des déformations de nucléation moyennes, et enfin, les paramètres s_N^{d} , s_N^{c} et s_N^{sp} sont équivalents à des écarts-types, respectivement pour la nucléation de cavités par décohésion aux interfaces particules/matrice par fissuration des particules et par nucléation de cavités dans la matrice.

Dans la suite, des hypothèses sont établies :

- (i) Les déformations de nucléation moyennes ε_N^{d} , ε_N^{c} et $\varepsilon_N^{\text{sp}}$ sont égales et équivalentes à une seule valeur ε_N ,
- (ii) les écarts-types s_N^{d} , s_N^{c} et s_N^{sp} sont toutes égales et équivalentes à une seule valeur s_N .

Ces hypothèses sont tout à fait raisonnables dans des applications réelles pour plusieurs raisons. Premièrement, il semble difficile, voire impossible, de fournir une identification expérimentale de la contribution de chaque source de nucléation sur la déformation de nucléation et l'écart type ; une seule valeur pour ces paramètres semble donc raisonnable. Cette hypothèse réduit le nombre de paramètres de nucléation en se concentrant sur les paramètres matériau les plus pertinents, qui sont les fractions volumiques des cavités nucléées. Cette diminution du nombre de paramètres sera notamment avantageuse pour faciliter la calibration et l'intégration numérique du modèle. Enfin, cela permettra, pour le modèle de nucléation, d'être compatible avec le modèle de croissance des cavités qui ne concerne qu'une seule population de cavités [Gurson, 1977]. En effet, plusieurs déformations de nucléation et écarts types impliqueraient que différentes populations de cavités nucléeraient, ce qui aurait été incompatible avec le modèle de croissance des cavités considéré.

Sous ces hypothèses, les taux de nucléation partiels peuvent donc être écrits en fonction du taux de nucléation total $\dot{f}_{\text{nucléation}}$ de la façon suivante :

$$\dot{f}_{\text{decohesion}} = \theta^d \dot{f}_{\text{nucléation}}, \quad \dot{f}_{\text{cracking}} = \theta^c \dot{f}_{\text{nucléation}}, \quad \dot{f}_{\text{second-phase}} = \theta^{\text{sp}} \dot{f}_{\text{nucléation}}, \quad (4.15)$$

où les paramètres θ^d , θ^c et θ^{sp} correspondent aux contributions indépendantes, de chaque mécanisme de nucléation, à la fraction volumique globale des particules nucléées notée f_N :

$$\theta^d = \frac{f_N^d}{f_N}, \quad \theta^c = \frac{f_N^c}{f_N}, \quad \theta^{\text{sp}} = \frac{f_N^{\text{sp}}}{f_N}, \quad \theta^d + \theta^c + \theta^{\text{sp}} = 1. \quad (4.16)$$

Le taux global de nucléation de cavités est finalement donné dans l'équation :

$$\dot{f}_{\text{nucléation}} = \frac{f_N}{s_N \sqrt{2\pi}} \exp \left[-\frac{1}{2} \left(\frac{\bar{\varepsilon} - \varepsilon_N}{s_N} \right)^2 \right] \times \dot{\bar{\varepsilon}}, \quad (4.17)$$

où f_N , ε_N et s_N représentent respectivement la fraction volumique, la déformation de nucléation moyenne et l'écart-type des cavités nucléées.

1.3.4 Évolution de la microstructure

La dernière étape est d'établir un lien entre le taux de croissance des cavités $\dot{f}_{\text{croissance}}$ et les taux de nucléation partiels $\dot{f}_{\text{decohesion}}$, $\dot{f}_{\text{cracking}}$ et $\dot{f}_{\text{second-phase}}$, pour tout relier aux évolutions des fractions volumiques des phases constitutives : \dot{f}^m de la matrice, \dot{f}^p des particules et \dot{f}^v du vide, qui contribuent au comportement élastique global.

Cas général On fait l'hypothèse que (i) le taux de nucléation partiel dû à la décohésion aux interfaces a un effet uniquement sur la baisse de la fraction volumique des particules (décohésion totale de la particule qui ne participe plus au renfort du composite et qui est remplacée par du vide), (ii) le taux de nucléation partiel dû à la nucléation des cavités dans la matrice, au niveau des particules de seconde phase, a un effet uniquement sur la baisse de la fraction volumique de la matrice et (iii) le taux de nucléation partiel dû à la fissuration des particules a un effet (avec un rapport à définir) sur la baisse des deux fractions volumiques : de particules et de la matrice.

- L'évolution de la fraction volumique de vide dépend de la croissance du vide déjà existant et de la nucléation des nouvelles cavités.
- L'évolution de la fraction volumique des particules dépend de la nucléation de vide par décohésions aux interfaces particules/matrice et un effet partiel de la fissuration des particules qui est décrit par le paramètre γ .

- L'évolution de la fraction volumique de la matrice dépend de la croissance des cavités existantes, de la nucléation des cavités dans la matrice et d'un effet partiel de la fissuration des particules équivalent à $1 - \gamma$.

Ainsi, les lois d'évolution des paramètres de la microstructure sont données par :

$$\begin{cases} \dot{f}_v &= \dot{f}_{\text{croissance}} + \dot{f}_{\text{nucléation}} \\ \dot{f}_p &= -\dot{f}_d - \gamma \dot{f}_c \\ \dot{f}_m &= -\dot{f}_{\text{croissance}} - \dot{f}_{\text{sp}} - (1 - \gamma) \dot{f}_c, \end{cases} \quad (4.18)$$

Le paramètre γ (avec $0 \leq \gamma \leq 1$) permet de rendre compte de la contribution de la fissuration des particules à la diminution des fractions volumiques des particules et de la matrice. Le cas $\gamma = 0$ correspond à un mécanisme de fissuration des particules qui n'affecte et ne diminue que la fraction volumique des particules tandis que le cas $\gamma = 1$ correspond à un mécanisme qui affecte et diminue uniquement la fraction volumique de la matrice. Les valeurs intermédiaires de γ , qui combinent les deux mécanismes, sont plus réalistes en pratique, car l'effet de la fissuration devrait affecter à la fois la fraction volumique des particules et celle de la matrice.

Cette modélisation permet uniquement de rendre compte, approximativement, de l'effet de la fissuration sur les propriétés élastiques effectives ; en pratique, la fissuration conduirait à un comportement élastique anisotrope en fonction de la morphologie de la fissure. Ceci n'est pas du tout pris en compte dans cette étude, mais pourrait être une des pistes d'amélioration.

En combinant les équations (4.15) et (4.17), les lois d'évolution des paramètres de la microstructure peuvent être finalement écrites comme :

$$\begin{cases} \dot{f}_v &= \dot{f}_{\text{croiss}} + \dot{f}_{\text{nucléation}} \\ \dot{f}_p &= -(\theta^d + \gamma\theta^c) \dot{f}_{\text{nucléation}} \\ \dot{f}_m &= -\dot{f}_{\text{croiss}} - (\theta_{\text{sp}} - (1 - \gamma)\theta_c) \dot{f}_{\text{nucléation}} = -\dot{f}_{\text{croiss}} - (1 - (\theta^d + \gamma\theta^c)) \dot{f}_{\text{nucléation}} \\ \theta^d + \theta^c + \theta^{\text{sp}} &= 1, \quad 0 \leq \gamma \leq 1. \end{cases} \quad (4.19)$$

Modèle simplifié Les conséquences de la nucléation sur les taux de fractions volumiques liés à la microstructure ne dépendent que d'une combinaison des contributions partielles de nucléation θ^d , θ^c et θ^{sp} et du paramètre γ à travers le ratio $\theta^d + \gamma\theta^c$. Ainsi, si nous supposons que les valeurs des paramètres θ^d , θ^{fp} et γ sont connues, le rapport

$$\theta = \theta^d + \gamma\theta^{\text{fp}} \quad (4.20)$$

est suffisant pour caractériser les taux d'évolution de la microstructure d'un CMM.

Quand le calibrage de θ^d , θ^c et γ n'est pas possible, nous proposons un modèle simplifié pour l'évolution de la microstructure, basé sur le seul paramètre θ ; les équations d'évolution de la microstructure deviennent dans ce cas :

$$\begin{cases} \dot{f}_v &= \dot{f}_{\text{croissance}} + \dot{f}_{\text{nucléation}} \\ \dot{f}_p &= -\theta \dot{f}_{\text{nucléation}} \\ \dot{f}_m &= -\dot{f}_{\text{croissance}} - (1 - \theta) \dot{f}_{\text{nucléation}}. \end{cases} \quad (4.21)$$

Le paramètre θ combine donc plusieurs mécanismes de nucléation et correspond à un rapport de nucléation qui permet de distinguer la nucléation au sein de la matrice et celle au sein des particules. Ce modèle simplifié ne prendra donc pas en compte l'effet exact de chaque mécanisme de nucléation, mais de tous les mécanismes confondus, tout en conservant les principales caractéristiques du modèle. Il y a cependant un intérêt à choisir cette simplification, qui réduit le nombre de paramètres internes concernant la nucléation à un strict minimum : trois paramètres définissant le modèle global de nucléation (f_N , ε_N , s_N) et un paramètre définissant le rapport entre les cavités nucléées au sein de la matrice et les particules (θ).

Il est intéressant d'étudier les valeurs extrêmes du paramètre θ :

- Dans le cas de la décohésion des interfaces matrice/particules ($\theta^d = 1$), le rapport de nucléation global prend donc la valeur de $\theta = 1$;
- Dans le cas de la nucléation de cavités dans la matrice au niveau des particules de seconde phase ($\theta^{\text{sp}} = 1$), le rapport global de nucléation prend la valeur de $\theta = 0$;
- Dans le cas d'une nucléation de cavités par fissuration de particules ou d'une combinaison de plusieurs mécanismes, le paramètre θ prendra une valeur comprise entre 0 et 1.

La valeur du paramètre θ devrait avoir un impact significatif sur la baisse de rigidité lorsque la fraction volumique des particules est élevée et lorsque le rapport entre le module d'Young de la matrice et les modules des particules est important.

2 Implémentation numérique du modèle

Le but de cette section est de décrire l'implémentation numérique réalisée du modèle. Nous nous focaliserons sur l'étape locale de la solution élastoplastique qui consiste à projeter le prédicteur de contraintes élastiques sur la surface de charge.

2.1 Généralités

Pour la classe des matériaux dits standards généralisés, le problème de projection locale a une solution unique, à condition que les paramètres internes soient discrétisés dans le temps avec un schéma implicite. En effet, dans le cas des modèles de

type Gurson, l'existence et l'unicité de la solution du problème de projection sont assurées [Enakoutsa et al., 2007], à condition que (i) les équations d'évolution de $\boldsymbol{\varepsilon}$ (la déformation totale) et $\bar{\varepsilon}$ (le paramètre d'érouissage) soient discrétisés dans le temps avec un schéma implicite; (ii) les termes supplémentaires dus à la dérivée temporelle de $\boldsymbol{\Sigma}$ (dans la loi d'hypoélasticité) soient discrétisés dans le temps avec un schéma explicite; (iii) les valeurs de f^v , f^p et f^m utilisées dans le critère, la loi d'écoulement et le comportement élastique soient celles du pas de temps précédent.

2.2 Problème de projection locale

Pour des raisons de simplicité, l'algorithme est présenté dans le contexte de petites déformations. Avant la discrétisation en temps, les équations constitutives du modèle sont données dans l'équation :

$$\left\{ \begin{array}{l} \boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}^e + \boldsymbol{\varepsilon}^p, \quad (a) \\ \boldsymbol{\Sigma} = (3\bar{\kappa}(f^v, f^p, f^m)\mathbb{J} + 2\bar{\mu}(f^v, f^p, f^m)\mathbb{K}) : \boldsymbol{\varepsilon}^e, \quad (b) \\ \Phi(\boldsymbol{\Sigma}, f^v, \bar{\sigma}) \leq 0, \quad (c) \\ \left\{ \begin{array}{l} \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^p = \dot{\lambda} \frac{\partial \Phi}{\partial \boldsymbol{\Sigma}}(\boldsymbol{\Sigma}, f^v, \bar{\sigma}) \\ \dot{\lambda} \geq 0 \\ \dot{\lambda} \Phi(\boldsymbol{\Sigma}, f^v, \bar{\sigma}) = 0 \end{array} \right. \quad (d) \\ \bar{\sigma} \equiv \sigma(\bar{\varepsilon}), (1 - f^v)\bar{\sigma} \dot{\bar{\varepsilon}} = \boldsymbol{\Sigma} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^p, \quad (e) \end{array} \right. \quad (4.22)$$

avec $\boldsymbol{\varepsilon}^e$ le tenseur de déformation élastique, $\boldsymbol{\varepsilon}^p$ le tenseur de déformation plastique et les équations de (a) à (e) correspondent à/au :

- (a) La décomposition de la déformation totale
- (b) La loi d'élasticité isotrope
- (c) Critère de plasticité
- (d) La loi d'écoulement et condition de consistance
- (e) La loi d'érouissage

Le problème de projection locale consiste donc à trouver, après la discrétisation en temps, l'état mécanique $\mathcal{S}_{n+1} = \{\boldsymbol{\varepsilon}_{n+1}, \boldsymbol{\varepsilon}_{n+1}^p, \boldsymbol{\Sigma}_{n+1}, \bar{\varepsilon}_{n+1}\}$ à l'instant t_{n+1} qui découle d'un incrément de déformation connu $\Delta\boldsymbol{\varepsilon}_n$ (résultant d'une itération élastoplastique globale), connaissant l'état mécanique précédent $\mathcal{S}_n = \{\boldsymbol{\varepsilon}_n, \boldsymbol{\varepsilon}_n^p, \boldsymbol{\Sigma}_n, \bar{\varepsilon}_n\}$ à l'instant t_n .

Le critère et la loi d'écoulement sont ainsi discrétisés à l'aide d'un schéma implicite par rapport à la déformation plastique $\boldsymbol{\varepsilon}^p$ et la limite d'élasticité moyenne $\bar{\varepsilon}$, alors qu'un schéma explicite est considéré pour f^v , f^p et f^m . Les équations discrétisées du problème de projection locale sont données par l'équation :

$$\left\{ \begin{array}{l} \Sigma_{n+1} \\ \Phi(\Sigma_{n+1}, f_n^v, \bar{\sigma}_{n+1}) \\ \Delta \epsilon_n^p \\ \Delta \lambda_n \\ \Delta \lambda_n \Phi(\Sigma_{n+1}, f_n, \bar{\sigma}_{n+1}) \\ \bar{\sigma}_{n+1} \\ (1 - f_n^v) \bar{\sigma}_{n+1} \Delta \bar{\epsilon}_n \end{array} \right. \begin{array}{l} = \Sigma_{n+1}^{\text{elas}} - (3\bar{\kappa}_n \mathbb{J} + 2\bar{\mu}_n \mathbb{K}) : \Delta \epsilon_n^p \\ \leq 0 \\ = \Delta \lambda_n \frac{\partial \Phi}{\partial \Sigma}(\Sigma_{n+1}, f_n^v, \bar{\sigma}_{n+1}) \\ \geq 0 \\ = 0 \\ = \sigma(\bar{\epsilon}_n + \Delta \bar{\epsilon}_n) \\ = \Sigma_{n+1} : \Delta \epsilon_n^p, \end{array} \quad (4.23)$$

où $\bar{\kappa}_n = \bar{\kappa}(f_n^v, f_n^p, f_n^m)$ et $\bar{\mu}_n = \bar{\mu}(f_n^v, f_n^p, f_n^m)$ sont les modules élastiques calculés pour la microstructure précédente (à l'instant t_n) et $\Sigma_{n+1}^{\text{elas}} = \Sigma_n + (3\bar{\kappa}_n \mathbb{J} + 2\bar{\mu}_n \mathbb{K}) : \Delta \epsilon_n$ et le prédicteur élastique qui est le tenseur des contraintes à l'instant t_{n+1} qui découle de l'incrément de déformation $\Delta \epsilon_n$ fictivement considéré purement élastique.

2.3 Algorithme de projection

L'algorithme consiste essentiellement à déterminer $\bar{\sigma}_{n+1}$ et $\Delta \lambda_n$ [Morin et al., 2015a]. Le traitement de l'érouissage se fait classiquement en utilisant la méthode du point fixe :

1. Hypothèse : $\bar{\sigma}_{n+1} = \bar{\sigma}_n$;
2. ϵ_{n+1}^p , Σ_{n+1} et $\bar{\epsilon}_{n+1}$ sont calculés avec la valeur de $\bar{\sigma}_{n+1}$;
3. Une estimation plus fine de $\bar{\sigma}_{n+1}$ est déduite de l'équation (4.23)₆ ;
4. Ce processus continue jusqu'à ce que la méthode converge et que $\bar{\sigma}_{n+1}$ atteigne une valeur stationnaire.

Le problème consiste donc en la détermination de ϵ_{n+1}^p , Σ_{n+1} et $\bar{\epsilon}_{n+1}$, pour une valeur fixe de $\bar{\sigma}_{n+1}$. La résolution commence d'abord par la détermination du comportement élastique.

Prédiction élastique Si la condition $\Phi(\Sigma_{n+1}^{\text{elas}}, f_n^v, \bar{\sigma}_{n+1}) \leq 0$ est vérifiée, alors l'évolution est purement élastique et l'état mécanique final est donné par les deux équations :

$$\left\{ \begin{array}{l} \Sigma_{n+1} = \Sigma_{n+1}^{\text{elas}} \\ \epsilon_{n+1}^p = \epsilon_n^p. \end{array} \right. \quad (4.24)$$

Cependant, si la condition $\Phi(\Sigma_{n+1}^{\text{elas}}, f_n^v, \bar{\sigma}_{n+1}) > 0$ est vérifiée, alors le prédicteur élastique n'est pas plastiquement admissible et une correction plastique est nécessaire pour s'assurer que le critère de plasticité soit toujours vérifié.

Correction plastique En utilisant 4.23₁ et 4.23₃, la contrainte Σ_{n+1} peut être écrite sous la forme :

$$\Sigma_{n+1} = \Sigma_{n+1}^{\text{elas}} - \Delta\lambda_n \left(\frac{3\bar{\kappa}_n q_1 q_2 f_n^v}{\bar{\sigma}_{n+1}} \sinh \left(\frac{3q_2 \Sigma_{n+1,m}}{2\bar{\sigma}_{n+1}} \right) \mathbf{I} + 6\bar{\mu}_n \frac{\Sigma_{n+1,d}}{\bar{\sigma}_{n+1}^2} \right). \quad (4.25)$$

Cette équation peut être scindée en deux parties : une partie moyenne et une partie déviatorique :

$$\begin{cases} \Sigma_{n+1,m} = \Sigma_{n+1,m}^{\text{elas}} - \frac{3\Delta\lambda_n \bar{\kappa}_n q_1 q_2 f_n^v}{\bar{\sigma}_{n+1}} \sinh \left(\frac{3q_2 \Sigma_{n+1,m}}{2\bar{\sigma}_{n+1}} \right) \\ \Sigma_{n+1,d} = \frac{\Sigma_{n+1,d}^{\text{elas}}}{1 + 6\Delta\lambda_n \frac{\bar{\mu}_n}{\bar{\sigma}_{n+1}^2}}, \end{cases} \quad (4.26)$$

avec $\Sigma_{n+1,d} = \Sigma_{n+1} - \frac{1}{3}\text{tr}(\Sigma_{n+1})\mathbf{I}$ est la partie déviatorique de la contrainte Σ_{n+1} . En prenant la norme de von Mises de l'équation (4.26)₂, on obtient :

$$\begin{cases} \Sigma_{n+1,m} = \Sigma_{n+1,m}^{\text{elas}} - \frac{3\Delta\lambda_n \bar{\kappa}_n q_1 q_2 f_n^v}{\bar{\sigma}_{n+1}} \sinh \left(\frac{3q_2 \Sigma_{n+1,m}}{2\bar{\sigma}_{n+1}} \right) \\ \Sigma_{n+1,eq} = \frac{\Sigma_{n+1,eq}^{\text{elas}}}{1 + 6\Delta\lambda_n \frac{\bar{\mu}_n}{\bar{\sigma}_{n+1}^2}}. \end{cases} \quad (4.27)$$

La contrainte finale Σ_{n+1} doit se trouver sur la surface de charge, ce qui signifie que les contraintes moyennes et équivalentes $\Sigma_{n+1,m}$ et $\Sigma_{n+1,eq}$ doivent satisfaire le critère de l'équation (4.8) :

$$\frac{\Sigma_{n+1,eq}^2}{\bar{\sigma}_{n+1}^2} + 2q_1 f_n^v \cosh \left(\frac{3q_2 \Sigma_{n+1,m}}{2\bar{\sigma}_{n+1}} \right) - 1 - q_3 (f_n^v)^2 = 0 \quad (4.28)$$

En utilisant les équations (4.26)₁ et (4.28), la contrainte moyenne $\Sigma_{n+1,m}$ peut s'écrire en fonction de la contrainte équivalente $\Sigma_{n+1,eq}$:

$$\Sigma_{n+1,m} = \text{sgn}(\Sigma_{n+1,m}^{\text{elas}}) \frac{2\bar{\sigma}_{n+1}}{3q_2} \text{argcosh} \left(\frac{1 + q_3 (f_n^v)^2 - \frac{\Sigma_{n+1,eq}^2}{\bar{\sigma}_{n+1}^2}}{2q_1 f_n^v} \right), \quad (4.29)$$

où $\text{sgn}(x)$ est le signe de x . Ainsi, en combinant les équations (4.27) et (4.29), on obtient :

$$\begin{aligned} F(\Delta\lambda_n) &= \frac{2\bar{\sigma}_{n+1}}{3q_2} \text{argcosh} (g(\Delta\lambda_n)) + \frac{3\Delta\lambda_n \bar{\kappa}_n q_1 q_2 f_n^v}{\bar{\sigma}_{n+1}} \sqrt{g(\Delta\lambda_n)^2 - 1} \\ &- |\Sigma_{n+1,m}^{\text{elas}}| = 0, \end{aligned} \quad (4.30)$$

avec

$$g(\Delta\lambda_n) = \frac{1 + q_3(f_n^v)^2 - \left(\frac{\Sigma_{n+1,eq}^{elas}}{\bar{\sigma}_{n+1} + \frac{6\Delta\lambda_n\bar{\mu}_n}{\bar{\sigma}_{n+1}}} \right)^2}{2q_1f_n^v}. \quad (4.31)$$

L'équation (4.30) est une équation non linéaire dont la seule inconnue est $\Delta\lambda_n$ qui peut être résolue en utilisant la méthode de Newton. Dès que le paramètre $\Delta\lambda_n$ est déterminé, la contrainte Σ_{n+1} peut être calculée en utilisant les équations (4.25) et (4.26). L'incrément de la déformation plastique $\Delta\epsilon_n^p$ peut être ensuite déduit en utilisant l'équation (4.23)₃.

2.4 Actualisation des propriétés effectives du composite

Comme expliqué dans la section 2.1, les fractions volumiques des trois phases (matrice, particules, vide), sont actualisées à l'aide d'un schéma explicite, selon les égalités de l'équation 4.32, à la toute fin des itérations élastoplastiques globales, quand les grandeurs ϵ_{n+1}^p , Σ_{n+1} et $\bar{\epsilon}_{n+1}$ ont atteint leurs valeurs stationnaires.

$$\begin{cases} f_{n+1}^v &= f_n^v + \Delta f_n^{\text{croissance}} + \Delta f_n^{\text{nucléation}} \\ f_{n+1}^p &= f_n^p - \theta \Delta f_n^{\text{nucléation}} \\ f_{n+1}^m &= f_n^m - \Delta f_n^{\text{croissance}} - (1 - \theta) \Delta f_n^{\text{nucléation}}, \end{cases} \quad (4.32)$$

Les increments de la fraction volumique liés à la croissance des cavités $\Delta f_n^{\text{croissance}}$ et à la nucléation $\Delta f_n^{\text{nucléation}}$ sont donnés dans l'équation :

$$\begin{cases} \Delta f_n^{\text{croissance}} &= (1 - f_n^v) \text{tr} \Delta \epsilon_n^p \\ \Delta f_n^{\text{nucléation}} &= \frac{f_N}{s_N \sqrt{2\pi}} \exp \left[-\frac{1}{2} \left(\frac{\bar{\epsilon}_{n+1} - \epsilon_N}{s_N} \right)^2 \right] \times \Delta \bar{\epsilon}_n. \end{cases} \quad (4.33)$$

2.5 Développement d'une routine UMAT

Afin d'effectuer des calculs numériques par éléments finis de la prédiction de la baisse de rigidité dans des structures, une routine UMAT (User Material) a été développée et implémentée dans le logiciel commercial ABAQUS. Le code développé fait approximativement 1000 lignes et ne traite que de l'étape de projection locale. Les variables internes (STATEV) suivantes sont calculées et stockées en chaque point de Gauss et peuvent être ensuite affichées dans le module de résultats d'ABAQUS (sous le nom SVD) :

— SDV(1) = f_p fraction volumique initiale des particules,

- SDV(2) = f_v fraction volumique initiale du vide,
- SDV(3) = f_m fraction volumique initiale de la matrice,
- SDV(4) = $\bar{\varepsilon}$ paramètre d'écroutissage,
- SDV(5) = \bar{E} module d'Young du composite,
- SDV(6) = $\bar{\nu}$ coefficient de poisson du composite,
- SDV(7) = $\bar{\kappa}$ module d'élasticité isostatique du composite ,
- SDV(8) = $\bar{\mu}$ module de cisaillement du composite,
- SDV(9) = $\bar{\lambda}$ premier coefficient de lamé du composite.

La mise en données quant à elle correspond dans la UMAT à une liste de paramètres notée PROPS :

- PROPS(1) = E_m module d'Young de la matrice,
- PROPS(2) = ν_m coefficient de poisson de la matrice,
- PROPS(3) = E_p module d'Young des particules,
- PROPS(4) = ν_p coefficient de poisson des particules,
- PROPS(5) = f_p fraction volumique initiale des particules,
- PROPS(6) = f_v fraction volumique initiale du vide,
- PROPS(7) = q paramètre de Tvergaard,
- PROPS(8) = f_c porosité critique,
- PROPS(9) = δ coefficient d'accélération lié à la coalescence du modèle GTN,
- PROPS(10) = f_N fraction volumique maximale de vide nucléé,
- PROPS(11) = ε_N déformation de nucléation moyenne,
- PROPS(12) = s_N écart-type,
- PROPS(13) = θ contribution des mécanismes d'endommagement à la nucléation de cavités,
- PROPS(>13) = points de la courbe contrainte/déformation.

3 Application du modèle : Prédiction de la baisse de rigidité lors de la déformation plastique d'une cellule élémentaire

3.1 Généralités

Les prédictions du modèle seront comparées, dans cette partie, à des résultats de travaux qui ont estimé la baisse de rigidité. Les résultats des essais de traction expérimentaux tirés de la littérature ainsi que ceux issus des mesures faites lors de cette thèse, sont considérés pour plusieurs matériaux hétérogènes, notamment les composites Al-SiC, les fontes et les composites Fe-TiB₂.

Type de simulations Nous nous concentrons ici sur les niveaux de baisse de rigidité de déformation faible à modérée, avant la rupture finale et qui sont représentatifs des différents trajets de chargements. Dans ce cas, l'état de contrainte expérimental est homogène au sein de l'éprouvette. Les prédictions du modèle peuvent ainsi être

étudiées avec un seul élément (homogène) soumis à un chargement axisymétrique proportionnel à contrainte axiale majeure Σ_{33} , dans des conditions de triaxialité de contraintes constantes $T = \Sigma_m/\Sigma_{eq} = 1/3$ (puisque ce sont des essais de traction sur éprouvettes simples qui sont considérés). Les composantes non nulles du tenseur de contrainte macroscopique sont supposées vérifier l'équation :

$$\Sigma_{11} = \Sigma_{22} = \Sigma_m - \frac{1}{3}\Sigma_{eq}, \quad \Sigma_{33} = \Sigma_m + \frac{2}{3}\Sigma_{eq}. \quad (4.34)$$

Deux grandeurs seront étudiées :

- L'évolution de la contrainte axiale Σ_{33} en fonction de la déformation axiale ε_{33} (la courbe contrainte/déformation),
- L'évolution du module d'Young macroscopique \bar{E} en fonction de la déformation axiale ε_{33} (perte ou baisse de rigidité).

Calibration des paramètres du modèle Dans les applications suivantes, un écrouissage isotrope qui suit une loi puissance classique est considéré :

$$\sigma(\varepsilon) = \sigma_y \left(1 + \frac{\varepsilon}{\varepsilon_0}\right)^n, \quad (4.35)$$

où σ_y est la limite d'élasticité initiale du composite sain, ε_0 est le paramètre d'écrourissage et n est l'exposant lié à l'écrourissage.

Le modèle élasto-plastique complet couplé à l'endommagement, nécessite la détermination de 14 paramètres :

- Les **fractions volumiques initiales** de la matrice, des particules et des vides (f_m^0, f_p^0, f_v^0) peuvent être (classiquement) calibrées à l'aide de l'analyse d'images microstructurales obtenues par observations microscopiques au MEB, MEB-EBSD ou tomographie à rayons X.
- Les **propriétés élastiques** de la matrice et des particules ($\kappa_m, \mu_m, \kappa_p, \mu_p$) ou équivalent (E_m, ν_m, E_p, ν_p), peuvent être évalués séparément sur des éprouvettes ou échantillons du matériau étudié, à l'aide de méthodes expérimentales (essais mécaniques de traction, indentation) ou numériques (calculs ab initio).
- Les **propriétés plastiques** (σ_y, ε_0 et n) peuvent également être déterminées à l'aide d'un essai de traction.
- Les **paramètres de nucléation** (ε_N, s_N, f_N et θ) dont la détermination requiert beaucoup d'attention puisque le modèle est heuristique :
 - Premièrement, la fraction des particules de nucléation des vides f_N peut être identifiée comme la fraction volumique initiale des particules f_p^0 . Dans

le cas de la décohésion d'interface matrice / particules, cette hypothèse est raisonnable car toutes les interfaces finiront par se casser. Dans le cas de la fissuration des particules, cette hypothèse est probablement moins vraie mais elle devrait quand même être une bonne estimation, qui reste de l'ordre de grandeur de la fraction volumique des particules.

- La déformation moyenne de nucléation ε_N peut être estimée précisément à partir d'analyses d'images microscopiques en utilisant des mesures d'essais de traction *in-situ* MEB ou tomographie. En l'absence de mesures microscopiques, il pourrait également être évalué en pourcentage de la déformation à la rupture du matériau lors d'un essai de traction.
- L'écart type s_N est un paramètre ajustable du modèle.
- L'ordre de grandeur du paramètre θ , qui est lié au mécanisme d'endommagement, peut être estimé par des analyses *in-situ* des essais mécaniques ou des observations *ex-situ* des essais de traction interrompus juste avant la rupture.

Puisque les simulations sont effectuées pour des niveaux de déformation faibles à modérés avant la rupture finale, les paramètres de [Tvergaard, 1981] q_1 , q_2 et q_3 ont peu d'influence sur le comportement plastique. Les valeurs $q_1 = q_2 = q_3 = 1$ sont donc considérées dans les simulations numériques d'essais de traction simple avec un niveau du taux de triaxialité équivalent à $T = \Sigma_m / \Sigma_{eq} = 1/3$.

Afin d'étudier quantitativement les prédictions du modèle développé, nous appliquerons le modèle à des CMMs de la littérature. Les paramètres du modèle seront choisis pour décrire au mieux le comportement et la baisse de rigidité des matériaux étudiés.

3.2 Étude de cas : Al-SiC_p

On commence d'abord par les résultats expérimentaux de [Derrien et al., 1999], qui fournissent les courbes macroscopiques contrainte-déformation ainsi que la baisse de rigidité de deux composites Al-SiC_p (étude détaillée dans le chapitre bibliographie).

Un des deux composites Al-SiC_p étudiés, a une fraction volumique de particules de 15 % et l'autre a une fraction volumique de particules de 20 %. Les paramètres du modèle sont calibrés en utilisant la procédure décrite dans la section précédente. Ainsi, les valeurs des fractions volumiques initiales $f_0^m = 0.85$, $f_0^p = 0.15$ et $f_0^v = 0$ sont considérées dans le premier cas alors que les valeurs $f_0^m = 0.8$, $f_0^p = 0.2$ et $f_0^v = 0$ sont considérées dans le second cas. Les analyses de microstructure montrent que la forme des particules de SiC_p est en général sphérique. Les valeurs des constantes élastiques sont les suivantes : $E_m = 76.5$ GPa et $\nu = 0.3$ sont considérés pour la matrice en aluminium et $E_p = 492$ GPa et $\nu_p = 0.21$ sont considérés pour les particules de SiC_p [Derrien et al., 1999]. Les propriétés plastiques σ_y , ε_0 et n sont données dans

les tableaux 4.1 et 4.2. Il est à noter que la valeur de la limite élastique initiale σ_y est légèrement plus élevée dans le cas $f_0^p = 0.2$; ceci est raisonnable car l'augmentation de la fraction volumique des particules f^p a pour conséquence le déchargement de la matrice, ce qui nécessite par conséquent une contrainte macroscopique plus élevée pour déformation plastiquement la matrice).

Enfin, les paramètres de nucléation sont les suivants : $f_N = f_0^p = [0.15; 0.2]$, $s_N = 0.045$ et $\varepsilon_N = [0.04 ; 0.015]$. Cela correspond respectivement, à un pourcentage de déformation à la rupture d'environ 0.4 et 0.6, pour des déformations de nucléation. Un récapitulatif de tous les paramètres utilisés est donné dans les tableaux 4.1 et 4.2, dans le cas de 15% et de 20% de SiC_p, respectivement.

Propriétés élastiques				Propriétés plastiques			Paramètres de nucléation		
E_p [GPa]	ν_p	E_m [GPa]	ν_m	σ_y [MPa]	ε_0	n	ε_N	s_N	f_N
492	0.21	76.5	0.33	260	0.00033	0.15	0.04	0.045	0.15

TABLE 4.1 – Paramètres considérés pour l'étude de cas du composite Al-15%SiC_p.

Propriétés élastiques				Propriétés plastiques			Paramètres de nucléation		
E_p [GPa]	ν_p	E_m [GPa]	ν_m	σ_y [MPa]	ε_0	n	ε_N	s_N	f_N
492	0.21	76.5	0.33	280	0.00033	0.15	0.015	0.045	0.20

TABLE 4.2 – Paramètres considérés pour l'étude de cas du composite Al-20%SiC_p.

La courbe contrainte-déformation et celle de l'évolution du module d'Young apparent sont fournies dans les figures 4.2 et 4.3, dans le cas du composite à matrice Al renforcé avec 15% et 20% de particules SiC_p, respectivement. Il convient de noter que les courbes contrainte-déformation ne sont tracées que pour $\theta = 0.4$.

Les cas où le paramètre θ est égal à 0 et à 1 sont pas représentés car toutes les courbes contrainte-déformation seraient confondues. En effet, dans le modèle développé, le paramètre θ n'impacte que les propriétés élastique et ce, après la déformation plastique : la pente élastique initiale et le comportement plastique ne sont pas affectés par le paramètre θ .

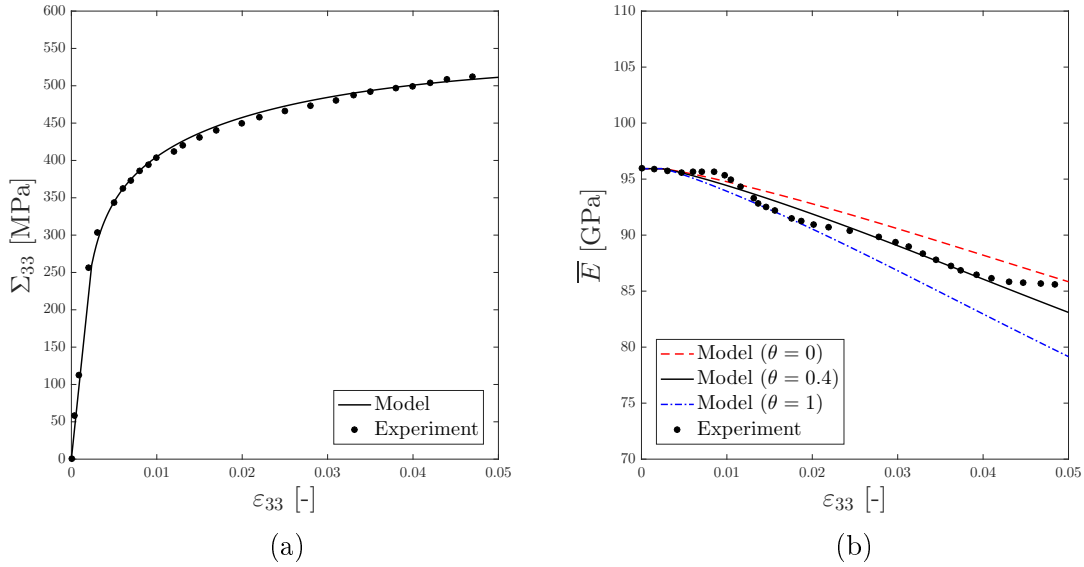


FIGURE 4.2 – Comparaison entre les résultats expérimentaux et les prédictions du modèle pour le composite AlSiC_p avec 15%-SiC_p : (a) courbe contrainte-déformation (b) baisse de rigidité.

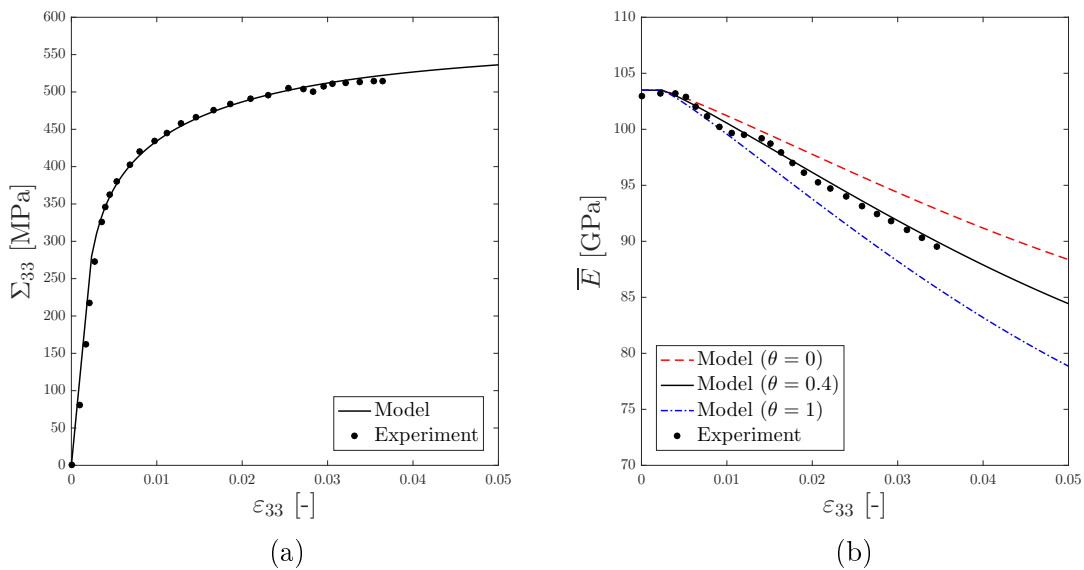


FIGURE 4.3 – Comparaison entre les résultats expérimentaux et les prédictions du modèle pour le composite AlSiC_p avec 20%-SiC_p : (a) courbe contrainte-déformation (b) baisse de rigidité.

Les résultats expérimentaux sont bien reproduits par le modèle dans les deux cas considérés. Il est intéressant de noter que :

- La valeur initiale du module d'Young apparent est bien prédite par le modèle pour les deux composites à matrice Al (15% et 20% of SiC_p). Le schéma d'homogénéisation en champ moyen considéré, qui ne dépend que des valeurs

des constantes élastiques des phases et de leurs fractions volumiques, est donc pertinent pour décrire la microstructure.

- La baisse de rigidité due à la déformation plastique est également bien reproduite par le modèle, pour la même valeur $\theta = 0.4$ dans les deux cas considérés (15 % et 20 % de particules SiC_p). Cela suppose que :
 - Le mécanisme d'endommagement est le même pour les deux matériaux, quelle que soit la fraction volumique des particules
 - L'endommagement est principalement dû à la fissuration des particules et à la nucléation des cavités dans la matrice (au niveau des particules de seconde phase) puisque θ est plus proche de 0 que de 1, ce qui est cohérent avec les observations expérimentales où aucune décohésion n'a été observée [Derrien et al., 1999].
- La valeur de ε_N dans le second cas (avec 20 % de particules SiC_p) est inférieure à celle du premier cas parce que la fissuration apparaît plus rapidement quand la fraction volumique des particules est plus importante, en raison d'un état de contrainte local plus élevé [Derrien et al., 1999]. Ceci est également cohérent avec le fait que la déformation à la rupture est d'autant plus faible aussi, dans ce même cas.
- Dans les prédictions du modèle, il est intéressant de noter que la valeur $\theta = 1$ conduit à une baisse de rigidité plus prononcée que la valeur $\theta = 0$. Ce comportement est attendu dans le cas où les particules jouent le rôle de renforts (ce qui est le cas pour le composite Al-SiC_p) car la décohésion des interfaces matrice / particules (ce qui correspond au cas $\theta = 1$) entraînerait une baisse de rigidité plus importante que la nucléation de cavités au niveau des particules de seconde phase (ce qui correspond au cas $\theta = 0$), car le fait de remplacer des particules par du vide est plus sévère que de remplacer la même fraction volumique de matrice par du vide. Il est à noter que ces valeurs extrêmes $\theta = 0$ et $\theta = 1$ définissent presque une *enveloppe* contenant la baisse de rigidité expérimentale.
- Après une déformation d'environ 0.05, la différence de baisse de rigidité prédite par le modèle, entre les valeurs $\theta = 0$ et $\theta = 1$ est respectivement d'environ 5 GPa et 10 GPa pour les composites Al-SiC_p avec 15 % -SiC_p et 20 % -SiC_p. Cette tendance est due au fait que le paramètre θ a plus d'impact sur la baisse de rigidité lorsque la fraction volumique de particules considérée est plus élevée.
- Les modules d'Young apparents obtenus expérimentalement montrent une évolution non linéaire, qui peut être due à l'apparition de différents mécanismes de nucléation à différentes déformations. Ces non-linéarités, qui ne sont pas reproduites par le modèle, pourraient être capturées en ajoutant une dépendance à la déformation au paramètre θ ou en utilisant un modèle de

nucléation des cavités plus sophistiqué.

3.3 Étude de cas : Fonte à graphite sphéroïdal

En considérant la fonte comme un composite à matrice métallique affaiblie par des particules de graphites, les prédictions de notre modèle vont être comparées aux résultats expérimentaux de [Murakami et al., 1998] qui fournissent la courbe macroscopique déformation-contrainte et l'évolution du module macroscopique d'Young d'une fonte graphite sphéroïdal JIS FCD400. La microstructure métallographique de cette fonte (donnée dans le chapitre bibliographie : figure 1.26) a été analysée et révèle que les particules de graphite sont globalement sphériques et constituent une fraction volumique d'environ 15 %. Dans un premier temps on considère donc les valeurs $f_0^m = 0.85$, $f_0^p = 0.15$ et $f_0^v = 0$ pour les fractions volumiques des phases. Les constantes élastiques considérées sont les suivantes : $E_m = 210$ GPa et $\nu = 0.3$ sont classiquement utilisées pour la matrice ferritique et $E_p = 30$ GPa et $\nu_p = 0.3$ pour les particules de graphite [Carazo et al., 2014]. Enfin, les paramètres de nucléation sont les suivants : $f_N = f_0^p = 0.15$, $s_N = 0.045$ et $\varepsilon_N = 0.02$. Cela correspond, pour la déformation de nucléation, à un pourcentage de déformation à fracture d'environ 0.1. Un résumé de tous les paramètres utilisés est donné dans le tableau 4.3.

Propriétés élastiques				Propriétés plastiques			Paramètres de nucléation		
E_p [GPa]	ν_p	E_m [GPa]	ν_m	σ_y [MPa]	ε_0	n	ε_N	s_N	f_N
30	0.3	210	0.3	220	0.0013	0.195	0.02	0.045	0.15

TABLE 4.3 – Paramètres considérés pour l'étude de cas de la fonte GS [Murakami et al., 1998].

Les courbes contrainte-déformation et la baisse du module d'élasticité sont fournies sur la figure 4.4. Il convient de noter que les courbes contrainte-déformation ne sont affichées que pour $\theta = 0.8$ pour les mêmes raisons citées dans la section 3.2.

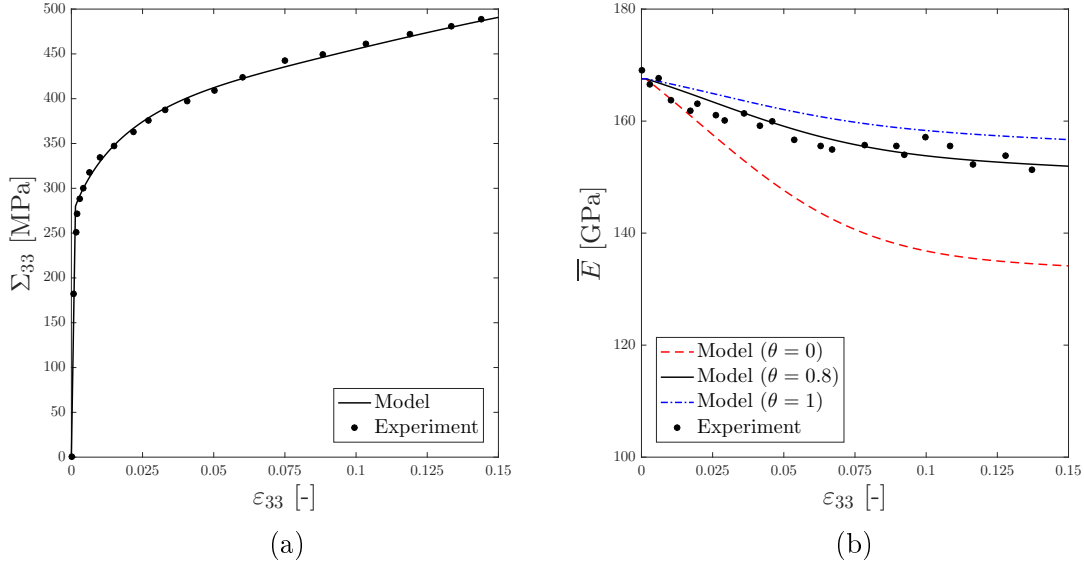


FIGURE 4.4 – Comparaison entre les résultats expérimentaux et les prédictions du modèle pour la fonte GS : (a) courbe contrainte-déformation (b) baisse de rigidité.

Dans l'ensemble, les résultats expérimentaux sont bien reproduits par le modèle et nous remarquons que :

- La valeur initiale du module de Young est à nouveau bien prédite par le schéma d'homogénéisation.
- La baisse de rigidité due à la déformation plastique est également bien reproduite par le modèle pour une valeur $\theta = 0.8$. Cette valeur de θ suppose que le mécanisme d'endommagement dans la fonte est principalement dû à la décohésion aux interfaces matrice / particules, ce qui est cohérent avec les observations expérimentales. En effet dans les fontes, cette interface n'est pas très cohésive ce qui implique que : (i) la valeur de θ dans le modèle est plus proche de 1 que de 0 et (ii) la valeur de ε_N est faible.
- Dans les prédictions du modèle, il est intéressant de noter que la valeur $\theta = 0$ conduit à plus d'endommagement que la valeur $\theta = 1$. Dans le cas des fontes, ce comportement est attendu puisque les particules ne jouent pas le rôle de renforts mais au contraire, affaiblissent le comportement effectif du fer. Encore une fois, il est intéressant de noter que dans le cas de la fonte aussi, les valeurs extrêmes $\theta = 0$ et $\theta = 1$ peuvent représenter l'enveloppe qui contient inévitablement la baisse de rigidité expérimentale.

3.4 Étude de cas : Fe-TiB₂

Pour le composite Fe-TiB₂, nous considérons d'abord les résultats de [Hadjem-Hamouche et al., 2018] qui incluent les courbes contrainte-déformation macroscopiques et la valeur initiale du module d'Young. Une estimation de la baisse de rigidité de ce dernier est donnée pour les valeurs limites du paramètre $\theta = 0$ et $\theta =$

1. Dans le paragraphe suivant, nous appliquerons le modèle au composite Fe–TiB₂ LAC de notre étude.

La première coulée du composite Fe–TiB₂ (études précédentes)

Dans l'étude de [Hadjem-Hamouche et al., 2018], la courbe macroscopique contrainte-déformation est fournie, contrairement à la courbe de baisse du module élastique du composite Fe–TiB₂. Les prédictions du modèle ne permettront donc que d'estimer l'éventuelle diminution du module d'Young macroscopique, en fonction du paramètre théta. Le composite considéré contient environ 13 % de particules, donc initialement nous considérons les valeurs $f_0^m = 0.87$, $f_0^p = 0.13$ et $f_0^v = 0$ pour les fractions volumiques des phases constituantes. Les constantes élastiques prises en compte sont les suivantes : $E_m = 210$ GPa et $\nu = 0.3$ pour la matrice ferritique et $E_p = 583$ GPa et $\nu_p = 0.11$ pour les particules TiB₂ [Hadjem-Hamouche et al., 2018]. Les propriétés plastiques sont : σ_y , ε_0 et n . Enfin, les paramètres de nucléation sont pris comme suit : $f_N = f_0^p = 0.13$, $s_N = 0.045$ et $\varepsilon_N = 0.1$. Un résumé de tous les paramètres utilisés est donné dans le tableau 4.4.

Propriétés élastiques				Propriétés plastiques			Paramètres de nucléation		
E_p [GPa]	ν_p	E_m [GPa]	ν_m	σ_y [MPa]	ε_0	n	ε_N	s_N	f_N
583	0.11	210	0.3	200	0.001	0.24	0.01	0.045	0.13

TABLE 4.4 – Paramètres considérés pour l'étude de cas de la première génération du composite Fe–TiB₂ [Hadjem-Hamouche et al., 2018].

Les courbes contrainte-déformation et la baisse du module d'élasticité sont fournies sur la figure 4.5. Il convient de noter que les courbes contrainte-déformation ne sont affichées que pour $\theta = 0$ pour les mêmes raisons citées dans la section 3.2.

Là encore, la valeur initiale du module d'Young apparent est à nouveau bien prédite par le schéma d'homogénéisation. Une baisse de rigidité entre 23 et 33 GPa est estimée par le modèle après une déformation d'environ 5 %, en utilisant un ensemble de paramètres de nucléation qui semblent physiquement pertinents.

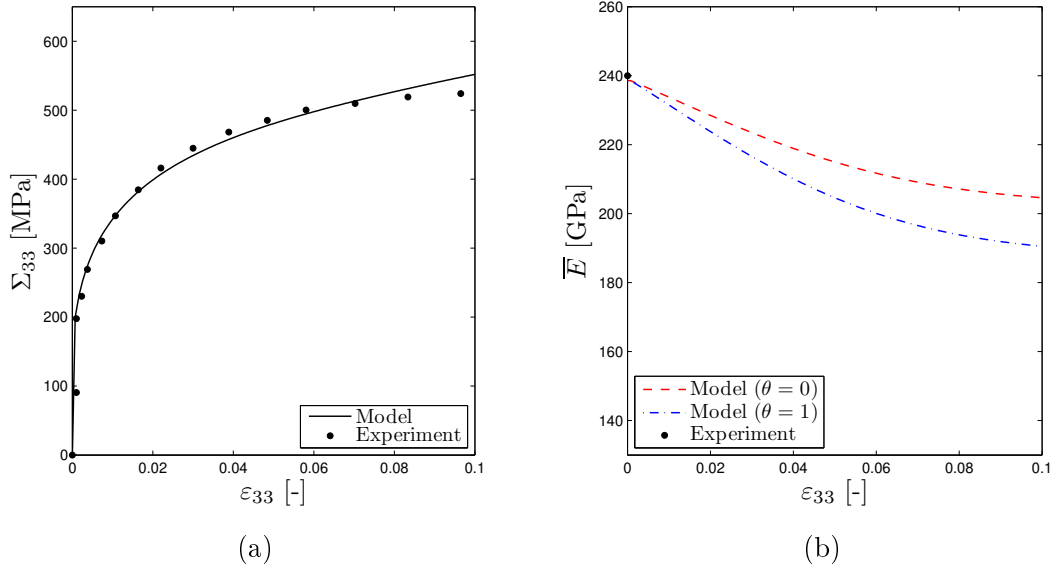


FIGURE 4.5 – Comparaison entre les résultats expérimentaux et les prédictions du modèle pour la première génération du composite Fe-TiB₂ : (a) courbe contrainte-déformation (b) baisse de rigidité.

Le composite Fe-TiB₂ de notre étude (laminé à chaud)

Pour le composite Fe-TiB₂ de notre étude, nous considérons les courbes contrainte-déformation macroscopiques du LAC données dans le chapitre 3 et les courbes d'évolution du module d'Young données dans le chapitre 4.

Bien que les particules de TiB₂ soient ellipsoïdales et élancées dans la direction de laminage, il a été démontré, par mesures expérimentales et calcul numérique, que la compétition entre la géométrie et le comportement isotrope transverse des particules TiB₂ en particulier, conduisait à un comportement quasi-isotrope du composite.

Hypothèse : Le comportement élastique du Fe-TiB₂ de notre étude est équivalent au comportement d'une matrice en acier renforcée avec des particules sphériques de TiB₂ dont le comportement est isotrope.

Ce composite Fe-TiB₂ LAC contient 10 % de particules. Les fractions volumiques initiales considérées sont les valeurs $f_0^m = 0.9$, $f_0^p = 0.1$ et $f_0^v = 0$ des phases constituantes. Les constantes élastiques considérées sont les suivantes : $E_m = 210$ GPa et $\nu = 0.3$ sont considérées pour la matrice ferritique et $E_p = 583$ GPa et $\nu_p = 0.11$ pour les particules TiB₂. Les propriétés plastiques sont : σ_y , ε_0 et n . Enfin, les paramètres de nucléation sont pris comme suit : $f_N = f_0^p = 0.1$, $s_N = 0.0225$ et $\varepsilon_N = 0.2$. Concernant le paramètre ε_N , on avait remarqué pendant la quantification expérimentale du nombre de particules rompues du Fe-TiB₂ LAC pendant le chargement (voir le chapitre précédent), que la moitié des particules fissurées apparaissait vers 2-3% de déformation plastique. C'est en se basant sur ce résultat que la valeur du paramètre ε_N a été fixée à 0.02. Un résumé de tous les

paramètres utilisés est donné dans le tableau 4.5.

Propriétés élastiques				Propriétés plastiques			Paramètres de nucléation		
E_p [GPa]	ν_p	E_m [GPa]	ν_m	σ_y [MPa]	ε_0	n	ε_N	s_N	f_N
583	0.11	210	0.3	255	0.002	0.25	0.02	0.0225	0.1

TABLE 4.5 – Paramètres considérés pour l’étude de cas du composite Fe-TiB₂ LAC de cette étude

Les courbes contrainte-déformation et la baisse du module d’élasticité sont fournies sur la figure 4.6. Il convient de noter que les courbes contrainte-déformation ne sont affichées que pour $\theta = 0.2$ pour les mêmes raisons citées dans la section 3.2.

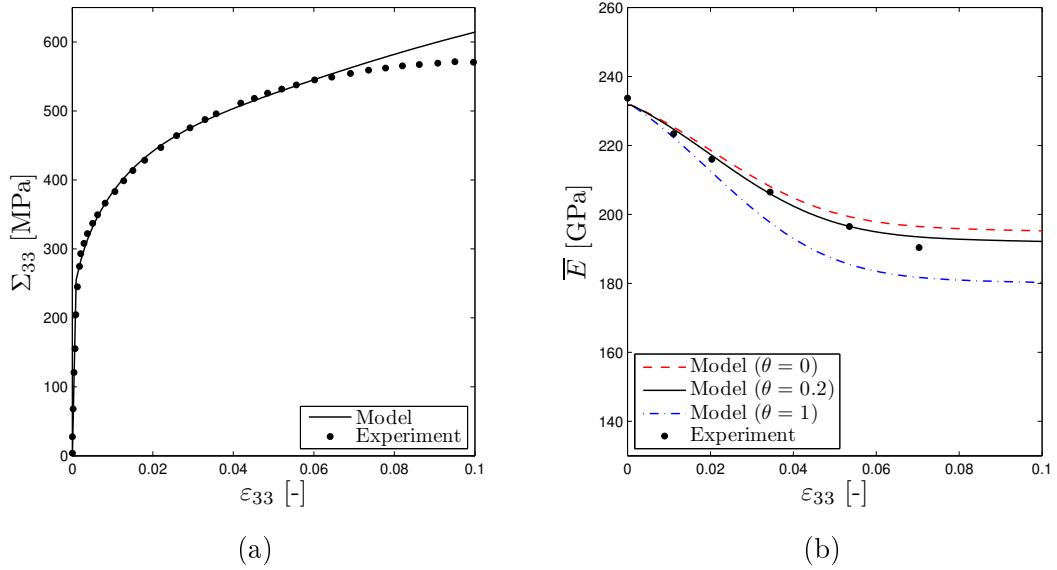


FIGURE 4.6 – Comparaison entre les résultats expérimentaux et les prédictions du modèle pour le composite Fe-TiB₂ de cette étude : (a) courbe contrainte-déformation (b) baisse de rigidité.

Globalement, les résultats expérimentaux sont bien reproduits par le modèle pour le composite Fe-TiB₂ LAC de notre étude. Néanmoins, nous avons quelques remarques :

- La valeur initiale du module de Young est à nouveau bien prédite par le schéma d’homogénéisation.
- La baisse de rigidité due à la déformation plastique est également bien reproduite par le modèle pour une valeur $\theta = 0.2$. Cette valeur de θ suppose que le mécanisme d’endommagement dans le composite Fe-TiB₂ LAC est principalement dû à l’endommagement dans la matrice et/ou la rupture des particules. Ceci est cohérent avec les études du chapitre précédent qui ont montré que

le principal mécanisme d'endommagement de notre composite est la rupture des particules avec de très rares décohésions au niveau de l'interface renforts/matrice à des déformations très élevées.

- La dernière mesure du module élastique à la déformation $\varepsilon = 0.07$ ne se superpose pas à la courbe numérique obtenue pour $\theta = 0.2$. Ceci peut être du simplement à une erreur de mesure ou expliqué par les observations réalisées lors du suivi d'endommagement du Fe-TiB₂ de cette étude. En effet, de la décohésion au niveau de quelques interfaces particules/matrice a été observée à des déformations importantes (apparues entre $\varepsilon = 0.54$ et $\varepsilon = 0.143$), en plus de la rupture des particules. Si c'est bien le cas, varier la valeur du paramètre θ à partir d'un certain seuil de déformation, pour bien reproduire ce phénomène est une des pistes à explorer.

4 Limites du modèle : pistes d'amélioration

Le problème de la baisse de rigidité peut être reproduit qualitativement avec un modèle homogénéisé simplifié. Cependant, des développements supplémentaires sont nécessaires dans les directions suivantes :

- Les particules ont été supposées être toutes sphériques et élastiquement isotropes. L'extension de ce modèle à une situation plus générale avec élasticité anisotrope et effets de forme des particules, pour tenir compte des composites renforcés de fibres par exemple, est simple en élasticité dans le cadre d'homogénéisation en champ moyen considéré. Cependant, des difficultés peuvent survenir pour modéliser le comportement plastique :
 - Les cavités nucléées peuvent avoir plusieurs formes : ellipsoïdales ou cylindriques dues aux particules primaires et des formes sphériques dues aux particules de seconde phase par exemple. L'utilisation d'un modèle de croissance des cavités plus sophistiqué incluant plusieurs populations de cavités semble nécessaire dans ce cas [Vincent et al., 2014, Shen et al., 2017].
 - L'anisotropie élastique induite modifiera le début de la plasticité et pourrait invalider l'hypothèse d'un comportement plastique isotrope de von Mises pour le composite sain. Cela peut être résolu en utilisant l'homogénéisation incrémentale qui peut permettre la détermination de la relation contrainte-déformation effective. Dans le cas de la plasticité anisotrope, il serait nécessaire d'enrichir le modèle d'endommagement considéré en utilisant une extension de l'approche de Gurson tenant compte de l'anisotropie de la matrice [Benzerga and Besson, 2001, Monchiet et al., 2008, Keralavarma and Benzerga, 2010].

- Le modèle d'endommagement dérivé de ce travail souffre inévitablement des

écarts du modèle de Gurson dans le cas de chargements de triaxialité à faibles contraintes. L'utilisation d'améliorations du modèle de Gurson qui tient compte des effets de forme de vide devrait permettre de traiter la prédiction de la baisse de rigidité en présence de chargements où il y a principalement du cisaillement [Gologanu et al., 1993, Monchiet et al., 2008, Keralavarma and Benzerga, 2008, Madou and Leblond, 2012a].

- Quand le mécanisme d'endommagement d'un CMM est méconnu, ce modèle pourrait être utilisé afin de déterminer la valeur du paramètre θ . Un paramètre θ proche de 0 suggérerait que l'interface particules/matrice est cohésive et que c'est la matrice qui s'endommage le plus au cours du chargement tandis qu'un paramètre θ proche de 1 supposerait que l'interface particules/matrice est faible ; la décohésion aux interface serait dominante dans ce cas.
- Le paramètre θ est un scalaire et reste fixe tout le long du calcul. Ceci suppose que ce sont les mêmes mécanismes d'endommagement qui se manifestent au cours de la déformation. Or, c'est possible d'avoir de la rupture des particules au début et de la décohésion au niveau des interfaces à des taux de déformation très importants par exemple, comme dans notre cas. Il serait intéressant que le paramètre θ soit une fonction qui dépend de l'état de chargement du matériau.

CHAPITRE

5

CONCLUSION GÉNÉRALE

Ce travail de thèse est consacré à l'étude du comportement et de l'endommagement d'une nouvelle coulée du composite à matrice acier Fe-TiB₂, répondant aux exigences d'allègement des pièces de structure pour le secteur automobile. L'objectif de cette étude est de contribuer à la compréhension des mécanismes d'endommagement dans ces composites Fe-TiB₂, et notamment leur influence sur la rigidité effective lors de la mise en forme par déformation à froid.

Des analyses expérimentales, analytiques et numériques pour quantifier, suivre et modéliser l'initiation et l'évolution de l'endommagement du composite Fe-TiB₂ ont été développées afin de répondre aux défis suivants :

- Déterminer les propriétés élastiques initiales du composite Fe-TiB₂ laminé à chaud et laminé à chaud puis à froid (i) expérimentalement, (ii) numériquement par des calculs en champs complets par FFT et (iii) analytiquement par l'utilisation de schémas d'homogénéisation de type Mori-Tanaka,
- Déterminer expérimentalement le taux d'endommagement initial du composite Fe-TiB₂ laminé à chaud puis comprendre et suivre son évolution lors d'essais de flexion *in-situ* MEB et de traction couplés à la technique d'émission acoustique,
- Modéliser l'endommagement et la baisse progressive de rigidité de composites à matrice métallique en général et du Fe-TiB₂ en particulier, au cours du chargement.

L'analyse microstructurale des deux composites laminé à chaud (LAC) et laminé à

chaud puis à froid (LAF) a mis en évidence la morphologie et la texture de la matrice ferritique et des particules TiB_2 . La matrice est très faiblement texturée avec une taille moyenne des grains equiaxes autour de $3\ \mu\text{m}$. Les particules TiB_2 présentent une forte texture cristallographique et morphologique ; elles sont allongées dans la direction de laminage avec l'axe c de leur structure cristalline hexagonale orienté dans cette même direction.

Une analyse statistique a permis de déterminer les fractions volumiques et numériques initiales de particules et de vides pour les deux composites Fe– TiB_2 et de classer les renforts en cinq groupes selon leurs diamètres (en moyenne entre $2\ \mu\text{m}$ et $3\ \mu\text{m}$) et facteurs de forme (1, 2, 3 et 6). Ensuite, les modules d'Young initiaux des deux composites dans les deux directions longitudinale et transversale ont été mesurés expérimentalement puis déterminés par calcul analytique et numérique. Les calculs analytiques ont été réalisés à l'aide du schéma d'homogénéisation à champ moyen de Mori-Tanaka et les calculs numériques par le biais de la méthode de transformée de Fourier rapide (FFT). Ces derniers ont été directement effectués à partir de volumes élémentaires représentatifs et périodiques obtenus par reconstruction des microstructures des deux composites, en se basant sur les analyses statistiques réalisées préalablement. Les calculs analytiques et numériques ont mis en évidence un comportement quasi-isotrope du Fe– TiB_2 LAC grâce à une compétition entre l'élanement des particules dans le sens du laminage et leur comportement isotrope transverse (avec un module travers plus grand que le module longitudinal). Pour le composite Fe– TiB_2 LAF, cette quasi-isotropie est moins marquée en raison de la rupture des particules qui diminue l'élanement moyen des particules en plus de créer du vide dans le composite.

L'outil de génération aléatoire de microstructures ainsi que les calculs numériques par méthode FFT ont permis d'effectuer une expérimentation numérique en faisant varier différents paramètres microstructuraux des composites Fe– TiB_2 LAC et LAF et les principaux effets constatés sont :

- Tous les modules élastiques augmentent avec l'augmentation de la fraction volumique des particules,
- Plus l'élanement des particules TiB_2 est grand, plus les deux modules d'Young dans le sens longitudinal et transversal sont proches,
- La désorientation des particules ayant l'élanement le plus faible a l'effet le plus important sur les valeurs des modules élastiques.

Après avoir déterminé les propriétés élastiques initiales du composite Fe– TiB_2 , une étude expérimentale de l'endommagement du composite Fe– TiB_2 laminé à chaud a été réalisée par le biais de différents essais mécaniques de flexion trois points *in-situ* MEB, de traction macroscopique interrompue, de traction continue couplée à l'émission acoustique et de traction charge-décharge. L'essai de flexion *in-situ* MEB a permis de montrer que l'endommagement commençait dès le début de la déforma-

tion plastique. Il se manifeste, d'un point de vue microscopique, par la fissuration des particules TiB_2 perpendiculairement à la direction de la plus grande contrainte principale (en mode d'ouverture), quelle que soit l'orientation des particules. De très rares décohésions interfaciales ont été observées à des taux de déformation très élevés. Il apparaît donc que la précipitation des particules lors de la solidification eutectique permet d'avoir des interfaces renforts-matrice très cohésives.

L'endommagement du composite Fe- TiB_2 laminé à chaud a également été suivi en volume par émission acoustique et quantifié en surface grâce aux observations MEB. Une bonne corrélation entre les résultats obtenus en volume et en surface a été constatée. Ceci a permis une étude quantitative du nombre de particules rompues en surface ; environ la moitié des particules rompues apparaît après environ 3% de déformation et un total d'environ 40% de particules rompues sont observées en surface un peu avant la rupture. La rupture des particules au cours du chargement entraîne la nucléation de cavités qui sont responsables de la rupture du composite par croissance et coalescence. Cet endommagement conduit à la baisse progressive de rigidité au cours de la déformation plastique. Une baisse d'environ 15% du module a été observée après 5% de déformation plastique.

Un modèle d'endommagement permettant de décrire la baisse progressive de rigidité dans les composites à matrice métallique à renforts particulaires homogénéisés a ensuite été développé. Il combine un schéma d'homogénéisation par la méthode de champ moyen de Mori-Tanaka qui permet de déterminer les propriétés élastiques et un modèle de type Gurson permettant de décrire le comportement ductile. Les propriétés élastiques du composite dépendent de sa microstructure par l'intermédiaire de la distribution et fractions volumiques des trois phases (matrice, particules et vides). Un paramètre heuristique est introduit dans la loi de nucléation des vides qui permet de distinguer plusieurs mécanismes de nucléation. Ainsi, les fractions volumiques de la matrice et des particules sont modifiées au cours de la déformation plastique sous l'effet combiné de la nucléation et de la croissance de cavités, ce qui conduit à une modification des propriétés élastiques macroscopiques.

Le modèle complet a été implémenté numériquement dans une routine utilisateur UMAT. Le modèle a été appliqué à la prédiction de la baisse de rigidité dans plusieurs matériaux (composites Al-SiC, fonte GS et Fe- TiB_2). Dans tous les cas, le modèle, calibré avec des valeurs physiques de paramètres internes, est en très bon accord avec les données expérimentales de la littérature et permet de prédire l'influence de l'endommagement progressif sur le module élastique du composite Fe- TiB_2 LAC de cette étude.

Perspectives...

Ces travaux de thèse permettent d'ouvrir des perspectives concernant la prédiction du comportement des composites à matrice métallique. Pour compléter ces travaux, il serait intéressant d'aborder les axes de recherches suivants :

- La quantification expérimentale des mécanismes d'endommagement à des triaxialités plus élevées pour étudier notamment son influence sur l'éventuelle décohésion des interfaces,
- L'étude numérique, par transformée de Fourier rapide, du champ de contraintes dans les particules lors d'un chargement élasto-plastique permettrait de compléter notre compréhension des mécanismes d'endommagement dans le composite Fe-TiB₂, notamment en fournissant un critère de fissuration,
- L'application du modèle développé permettrait d'étudier la baisse de rigidité qui pourrait survenir durant des opérations de mise en forme, en fonction de la nature des pièces à fabriquer. Il serait notamment intéressant d'étudier des procédés d'emboutissage,
- L'extension du modèle à un cas plus général (particules et cavités ellipsoïdales) serait intéressante pour modéliser l'influence de la triaxialité sur la baisse de rigidité,
- Les deux échelles qui ont été explorées dans l'initiation, l'évolution et la modélisation de l'endommagement du composite Fe-TiB₂ sont les échelles macroscopique et mésoscopique. L'échelle microscopique, ou l'échelle des dislocations n'a pas été abordée dans ce travail ([Genée et al., 2019] ont commencé l'exploration de cette échelle). On peut s'attendre à une densité de dislocations hétérogène et des interactions entre dislocations et interfaces particules-matrice qui auront un rôle déterminant sur la déformation plastique et l'endommagement.

BIBLIOGRAPHIE

- [Azzimonti et al., 2013] Azzimonti, D. F., Willot, F., and Jeulin, D. (2013). Optical properties of deposit models for paints : Full-fields FFT computations and representative volume element. *Journal of Modern Optics*, 60(7) :519–528.
- [Babout et al., 2001] Babout, L., Maire, E., Buffière, J.-Y., and Fougères, R. (2001). Characterization by X-ray computed tomography of decohesion, porosity growth and coalescence in model metal matrix composites. *Acta Materialia*, 49(11) :2055–2063.
- [Babout et al., 2004] Babout, L., Maire, E., and Fougères, R. (2004). Damage initiation in model metallic materials : X-ray tomography and modelling. *Acta Materialia*, 52(8) :2475–2487.
- [Bacon et al., 2013] Bacon, D., Edwards, L., Moffatt, J., and Fitzpatrick, M. E. (2013). Fatigue and fracture of a 316 stainless steel metal matrix composite reinforced with 25% titanium diboride. *International Journal of Fatigue*, 48 :39–47.
- [Belkhabbaz et al., 2015] Belkhabbaz, A., Bacroix, B., and Brenner, R. (2015). Investigation of the elastoplastic behavior of FCC polycrystals using a FFT numerical scheme. *Applied Mechanics, Romanian Academy*, (60) :5–23.
- [Benzerga and Leblond, 2014] Benzerga, A. and Leblond, J.-B. (2014). Effective yield criterion accounting for microvoid coalescence. *Journal of Applied Mechanics*, 81(3).
- [Benzerga and Besson, 2001] Benzerga, A. A. and Besson, J. (2001). Plastic potentials for anisotropic porous solids. *European Journal of Mechanics-A/Solids*, 20(3) :397–434.
- [Benzerga et al., 2001] Benzerga, A. A., Besson, J., Batische, R., and Pineau, A. (2001). Synergistic effects of plastic anisotropy and void coalescence on fracture mode in plane strain. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 10(1) :73.

-
- [Benzerga and Leblond, 2010] Benzerga, A. A. and Leblond, J.-B. (2010). Ductile fracture by void growth to coalescence. In *Advances in applied mechanics*, volume 44, pages 169–305. Elsevier.
- [Benzerga et al., 2016] Benzerga, A. A., Leblond, J.-B., Needleman, A., and Tvergaard, V. (2016). Ductile failure modeling. *International Journal of Fracture*, 201(1) :29–80.
- [Bonnet et al., 2008] Bonnet, F., Bouaziz, O., and Chevallot, J.-C. (2008). European patent, ARCELOR research group ; patent EP 1 897 963 A1. *Bulletin* 2008/11(2008) :20.
- [Bonnet et al., 2014] Bonnet, F., Daeschler, V., and Petitgand, G. (2014). High modulus steels : new requirement of automotive market. How to take up challenge? *Canadian Metallurgical Quarterly*, 53(3) :243–252.
- [Bouvier et al., 2006] Bouvier, S., Haddadi, H., Levée, P., and Teodosiu, C. (2006). Simple shear tests : Experimental techniques and characterization of the plastic anisotropy of rolled sheets at large strains. *Journal of Materials Processing Technology*, 172(1) :96–103.
- [Brechet et al., 1991] Brechet, Y., Embury, J., Tao, S., and Luo, L. (1991). Damage initiation in metal matrix composites. *Acta metallurgica et materialia*, 39(8) :1781–1786.
- [Bridgman, 1952] Bridgman, P. W. (1952). *Studies in large plastic flow and fracture*, volume 177. McGraw-Hill New York.
- [Budiansky and WU, 1961] Budiansky, B. and WU, T. T. (1961). Theoretical prediction of plastic strains of polycrystals. Technical report, Harvard Univ Cambridge Mass.
- [Cailletaud, 1992] Cailletaud, G. (1992). A micromechanical approach to inelastic behaviour of metals. *International Journal of Plasticity*, 8(1) :55–73.
- [Carazo et al., 2014] Carazo, F. D., Giusti, S. M., Boccardo, A. D., and Godoy, L. A. (2014). Effective properties of nodular cast-iron : A multi-scale computational approach. *Computational materials science*, 82 :378–390.
- [Castaneda and Suquet, 1997] Castaneda, P. P. and Suquet, P. (1997). Nonlinear composites. In *Advances in applied mechanics*, volume 34, pages 171–302. Elsevier.
- [Cha et al., 2012] Cha, L., Lartigue-Korinek, S., Walls, M., and Mazerolles, L. (2012). Interface structure and chemistry in a novel steel-based composite Fe–TiB₂ obtained by eutectic solidification. *Acta Materialia*, 60(18) :6382–6389.
- [Chawla, 2012] Chawla, K. K. (2012). *Composite materials : Science and engineering*. Springer Science & Business Media.
- [Chawla and Shen, 2001] Chawla, N. and Shen, Y.-L. (2001). Mechanical behavior of particle reinforced metal matrix composites. *Advanced engineering materials*, 3(6) :357–370.
- [Chen et al., 2000] Chen, C., Qin, S., Li, S., and Wen, J. (2000). Finite element analysis about effects of particle morphology on mechanical response of composites. *Materials Science and Engineering : A*, 278(1-2) :96–105.

-
- [Chu and Needleman, 1980] Chu, C. and Needleman, A. (1980). Void nucleation effects in biaxially stretched sheets. *Journal of engineering materials and technology*, 102(3) :249–256.
- [Commisso et al., 2019] Commisso, M., Le Bourlot, C., Bonnet, F., Zanelatto, O., and Maire, E. (2019). Thermo-mechanical characterization of steel-based metal matrix composite reinforced with TiB_2 particles using synchrotron X-ray diffraction. *Materialia*, 6 :100311.
- [Curran et al., 1987] Curran, D., Seaman, L., and Shockey, D. (1987). Dynamic failure of solids. *Physics reports*, 147(5-6) :253–388.
- [Dammak et al., 2014] Dammak, M., Gaspérini, M., and Barbier, D. (2014). Microstructural evolution of iron based metal–matrix composites submitted to simple shear. *Materials Science and Engineering : A*, 616 :123–131.
- [Dammak, 2014] Dammak, M. K. (2014). *Evolutions microstructurales, écrouissage et endommagement de composites à matrice métallique Fe–TiB₂ en chargement montone inversé*. PhD thesis.
- [Dasgupta and Bhandarkar, 1992] Dasgupta, A. and Bhandarkar, S. (1992). A generalized self-consistent mori-tanaka scheme for fiber-composites with multiple interphases. *Mechanics of Materials*, 14(1) :67–82.
- [Dermarkar, 1990] Dermarkar, S. (1990). Matériaux composites à matrice métallique.
- [Derrien et al., 1999] Derrien, K., Baptiste, D., Guedra-Degeorges, D., and Foulquier, J. (1999). Multiscale modeling of the damaged plastic behavior and failure of Al/SiCp composites. *International Journal of Plasticity*, 15(6) :667–685.
- [Derrien et al., 2018] Derrien, K., Morin, L., and Gilormini, P. (2018). Designing isotropic composites reinforced by aligned transversely isotropic particles of spheroidal shape. *Comptes Rendus Mécanique*, 346(12) :1123–1135.
- [Devalan, 2010] Devalan, P. (2010). Vibrations des structures-treillis et plaques.
- [Dirrenberger et al., 2014] Dirrenberger, J., Forest, S., and Jeulin, D. (2014). Towards gigantic RVE sizes for 3D stochastic fibrous networks. *International Journal of Solids and Structures*, 51(2) :359–376.
- [Dirrenberger et al., 2019] Dirrenberger, J., Forest, S., and Jeulin, D. (2019). Computational homogenization of architected materials. In *Architected Materials in Nature and Engineering*, pages 89–139. Springer.
- [Dorhmi et al., 2020] Dorhmi, K., Morin, L., Derrien, K., Hadjem-Hamouche, Z., and Chevalier, J.-P. (2020). A homogenization-based damage model for stiffness loss in ductile metal-matrix composites. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 137 :103812.
- [Enakoutsa et al., 2007] Enakoutsa, K., Leblond, J., and Perrin, G. (2007). Numerical implementation and assessment of a phenomenological nonlocal model of ductile rupture. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 196(13-16) :1946–1957.
- [Eshelby, 1957] Eshelby, J. D. (1957). The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *Proc. R. Soc. Lond. A*, 241(1226) :376–396.
-

-
- [Eyre and Milton, 1999] Eyre, D. J. and Milton, G. W. (1999). A fast numerical scheme for computing the response of composites using grid refinement. *The European Physical Journal-Applied Physics*, 6(1) :41–47.
- [Feder, 1980] Feder, J. (1980). Random sequential adsorption. *Journal of Theoretical Biology*, 87(2) :237–254.
- [Fournier et al., 2011] Fournier, B., Sauzay, M., and Pineau, A. (2011). Micromechanical model of the high temperature cyclic behavior of 9–12% Cr martensitic steels. *International Journal of Plasticity*, 27(11) :1803–1816.
- [Friedrich et al., 2011] Friedrich, A., Winkler, B., Juarez-Arellano, E. A., and Bayarjargal, L. (2011). Synthesis of binary transition metal nitrides, carbides and borides from the elements in the laser-heated diamond anvil cell and their structure-property relations. *Materials*, 4(10) :1648–1692.
- [Gărăjeu et al., 2000] Gărăjeu, M., Michel, J., and Suquet, P. (2000). A micromechanical approach of damage in viscoplastic materials by evolution in size, shape and distribution of voids. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 183(3-4) :223–246.
- [Gaspérini et al., 2017] Gaspérini, M., Dammak, M., and Franciosi, P. (2017). Stress estimates for particle damage in Fe–TiB₂ metal matrix composites from experimental data and simulation. *European Journal of Mechanics-A/Solids*, 64 :85–98.
- [Genée et al., 2019] Genée, J., Berbenni, S., Gey, N., Guyon, J., and Bonnet, F. (2019). Modélisation et simulation numérique par méthode FFT de la localisation des contraintes internes et des densités de dislocations dans un acier composite nouvelle génération “Fe–TiB₂”.
- [Geoscience Montpellier, 2015] Geoscience Montpellier (Mis en ligne le 27 février 2015). “EBSD : principe”. <http://www.gm.univ-montp2.fr/spip.php?article2037>.
- [Ghossein and Lévesque, 2012] Ghossein, E. and Lévesque, M. (2012). A fully automated numerical tool for a comprehensive validation of homogenization models and its application to spherical particles reinforced composites. *International Journal of Solids and Structures*, 49(11-12) :1387–1398.
- [Ghossein and Lévesque, 2014] Ghossein, E. and Lévesque, M. (2014). A comprehensive validation of analytical homogenization models : The case of ellipsoidal particles reinforced composites. *Mechanics of Materials*, 75 :135–150.
- [Ghossein and Lévesque, 2015] Ghossein, E. and Lévesque, M. (2015). Homogenization models for predicting local field statistics in ellipsoidal particles reinforced composites : Comparisons and validations. *International Journal of Solids and Structures*, 58 :91–105.
- [Gologanu et al., 1993] Gologanu, M., Leblond, J.-B., and Devaux, J. (1993). Approximate models for ductile metals containing non-spherical voids—case of axisymmetric prolate ellipsoidal cavities. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 41(11) :1723–1754.
- [Gologanu et al., 1994] Gologanu, M., Leblond, J.-B., and Devaux, J. (1994). Approximate models for ductile metals containing nonspherical voids—case of axisymmetric oblate ellipsoidal cavities.
-

-
- [Gologanu et al., 1997] Gologanu, M., Leblond, J.-B., Perrin, G., and Devaux, J. (1997). Recent extensions of Gurson’s model for porous ductile metals. In *Continuum micromechanics*, pages 61–130. Springer.
- [González and LLorca, 2000] González, C. and LLorca, J. (2000). A self-consistent approach to the elasto-plastic behaviour of two-phase materials including damage. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 48(4) :675–692.
- [Gurson, 1977] Gurson, A. L. (1977). Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth : Part I—Yield criteria and flow rules for porous ductile media. *Journal of engineering materials and technology*, 99(1) :2–15.
- [Hadjem-Hamouche et al., 2012] Hadjem-Hamouche, Z., Chevalier, J.-P., Cui, Y., and Bonnet, F. (2012). Deformation behavior and damage evaluation in a new titanium diboride (TiB_2) steel-based composite. *steel research international*, 83(6) :538–545.
- [Hadjem-Hamouche et al., 2018] Hadjem-Hamouche, Z., Derrien, K., Héripéré, E., and Chevalier, J.-P. (2018). In-situ experimental and numerical studies of the damage evolution and fracture in a Fe– TiB_2 composite. *Materials Science and Engineering : A*, 724 :594–605.
- [Hashin and Shtrikman, 1963] Hashin, Z. and Shtrikman, S. (1963). A variational approach to the theory of the elastic behaviour of multiphase materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 11(2) :127–140.
- [Hershey, 1954] Hershey, A. (1954). The elasticity of an isotropic aggregate of anisotropic cubic crystals. *Journal of Applied mechanics-transactions of the ASME*, 21(3) :236–240.
- [Hill, 1948] Hill, R. (1948). A theory of the yielding and plastic flow of anisotropic metals. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 193(1033) :281–297.
- [Hill, 1963] Hill, R. (1963). Elastic properties of reinforced solids : some theoretical principles. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 11(5) :357–372.
- [Hill, 1964] Hill, R. (1964). Theory of mechanical properties of fibre-strengthened materials : I. Elastic behaviour. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 12(4) :199–212.
- [Hill, 1965] Hill, R. (1965). A self-consistent mechanics of composite materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 13(4) :213–222.
- [Hu, 1996] Hu, G. (1996). A method of plasticity for general aligned spheroidal void or fiber-reinforced composites. *International Journal of Plasticity*, 12(4) :439–449.
- [Hu and Weng, 2000] Hu, G. and Weng, G. (2000). Some reflections on the moritanka and ponte castaneda-willis methods with randomly oriented ellipsoidal inclusions. *Acta Mechanica*, 140(1-2) :31–40.
- [Huang et al., 2015] Huang, M., He, B., Wang, X., and Yi, H. (2015). Interfacial plasticity of a TiB_2 -reinforced steel matrix composite fabricated by eutectic solidification. *Scripta Materialia*, 99 :13–16.
- [Jarzabek, 2018] Jarzabek, D. M. (2018). The impact of weak interfacial bonding strength on mechanical properties of metal matrix–ceramic reinforced composites. *Composite Structures*, 201 :352–362.
-

-
- [Jean, 2011] Jean, A. (2011). Large scale computations of effective elastic properties of rubber with carbon black fillers. *International Journal for Multiscale Computational Engineering*.
- [Jeulin and Moreaud, 2006] Jeulin, D. and Moreaud, M. (2006). Volume élémentaire représentatif pour la permittivité diélectrique de milieux aléatoires. *Matériaux*.
- [Kabel et al., 2015] Kabel, M., Merkert, D., and Schneider, M. (2015). Use of composite voxels in FFT-based homogenization. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 294 :168–188.
- [Kachanov, 1999] Kachanov, L. M. (1999). Rupture time under creep conditions. *International journal of fracture*, 97(1-4) :11–18.
- [Kanit et al., 2003] Kanit, T., Forest, S., Galliet, I., Mounoury, V., and Jeulin, D. (2003). Determination of the size of the representative volume element for random composites : statistical and numerical approach. *International Journal of solids and structures*, 40(13-14) :3647–3679.
- [Kanouté et al., 2009] Kanouté, P., Boso, D., Chaboche, J., and Schrefler, B. (2009). Multiscale methods for composites : a review. *Archives of Computational Methods in Engineering*, 16(1) :31–75.
- [Kattamis and Sukanuma, 1990] Kattamis, T. and Sukanuma, T. (1990). Solidification processing and tribological behavior of particulate TiC-ferrous matrix composites. *Materials Science and Engineering : A*, 128(2) :241–252.
- [Keralavarma and Benzerga, 2010] Keralavarma, S. and Benzerga, A. (2010). A constitutive model for plastically anisotropic solids with non-spherical voids. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 58(6) :874–901.
- [Keralavarma and Benzerga, 2008] Keralavarma, S. M. and Benzerga, A. A. (2008). An approximate yield criterion for anisotropic porous media. *Comptes Rendus Mécanique*, 336(9) :685–692.
- [Kouzeli et al., 2001a] Kouzeli, M., Weber, L., San Marchi, C., and Mortensen, A. (2001a). Influence of damage on the tensile behaviour of pure aluminium reinforced with > 40 vol. pct alumina particles. *Acta Materialia*, 49(18) :3699–3709.
- [Kouzeli et al., 2001b] Kouzeli, M., Weber, L., San Marchi, C., and Mortensen, A. (2001b). Quantification of microdamage phenomena during tensile straining of high volume fraction particle reinforced aluminium. *Acta Materialia*, 49(3) :497–505.
- [Kröner, 1958] Kröner, E. (1958). Berechnung der elastischen konstanten des vielkristalls aus den konstanten des einkristalls. *Zeitschrift für Physik*, 151(4) :504–518.
- [Kulikowski et al., 2000] Kulikowski, Z., Wisbey, A., Godfrey, T., Goodwin, P., and Flower, H. (2000). Mechanical properties of high performance lightweight steels. *Materials science and technology*, 16(7-8) :925–928.
- [Lartigue-Korinek et al., 2015] Lartigue-Korinek, S., Walls, M., Haneche, N., Cha, L., Mazerolles, L., and Bonnet, F. (2015). Interfaces and defects in a successfully hot rolled steel-based composite Fe–TiB₂. *Acta Materialia*, 98 :297–305.
-

-
- [Lebensohn et al., 2012] Lebensohn, R. A., Kanjarla, A. K., and Eisenlohr, P. (2012). An elasto-viscoplastic formulation based on fast fourier transforms for the prediction of micromechanical fields in polycrystalline materials. *International Journal of Plasticity*, 32 :59–69.
- [Lebensohn et al., 2011] Lebensohn, R. A., Rollett, A. D., and Suquet, P. (2011). Fast fourier transform-based modeling for the determination of micromechanical fields in polycrystals. *Jom*, 63(3) :13–18.
- [Leblond et al., 1994] Leblond, J., Perrin, G., and Suquet, P. (1994). Exact results and approximate models for porous viscoplastic solids. *International Journal of Plasticity*, 10(3) :213–235.
- [Leblond et al., 1995] Leblond, J.-B., Perrin, G., and Devaux, J. (1995). An improved Gurson-type model for hardenable ductile metals. *European journal of mechanics. A. Solids*, 14(4) :499–527.
- [Lee and Subramanian, 1992] Lee, J. and Subramanian, K. (1992). Effect of cold rolling on the tensile properties of (al₂o₃) p/al composites. *Materials Science and Engineering : A*, 159(1) :43–50.
- [Lee and Subramanian, 1994] Lee, J. and Subramanian, K. (1994). Young’s modulus of cold and hot rolled (Al₂ O₃) p-Al composite. *Journal of materials science*, 29(18) :4901–4905.
- [Lemaitre, 1985] Lemaitre, J. (1985). A continuous damage mechanics model for ductile fracture.
- [Lemaitre et al., 2015] Lemaitre, S., Salnikov, V., Choi, D., and Karamian, P. (2015). Computation of thermal properties via 3D homogenization of multiphase materials using FFT-based accelerated scheme. *arXiv preprint arXiv :1504.07499*.
- [Lewandowski et al., 1989] Lewandowski, J., Liu, C., and Hunt Jr, W. (1989). Effects of matrix microstructure and particle distribution on fracture of an aluminum metal matrix composite. *Materials Science and Engineering : A*, 107 :241–255.
- [Lhuissier et al., 2013] Lhuissier, P., Scheel, M., Salvo, L., Di Michiel, M., and Blandin, J. (2013). Continuous characterization by X-ray microtomography of damage during high-temperature deformation of magnesium alloy. *Scripta Materialia*, 69(1) :85–88.
- [Lloyd, 1991] Lloyd, D. (1991). Aspects of fracture in particulate reinforced metal matrix composites. *Acta metallurgica et materialia*, 39(1) :59–71.
- [Lubachevsky and Stillinger, 1990] Lubachevsky, B. D. and Stillinger, F. H. (1990). Geometric properties of random disk packings. *Journal of statistical Physics*, 60(5-6) :561–583.
- [Madou and Leblond, 2012a] Madou, K. and Leblond, J.-B. (2012a). A Gurson-type criterion for porous ductile solids containing arbitrary ellipsoidal voids—i : limit-analysis of some representative cell. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 60(5) :1020–1036.
- [Madou and Leblond, 2012b] Madou, K. and Leblond, J.-B. (2012b). A Gurson-type criterion for porous ductile solids containing arbitrary ellipsoidal voids—ii : Determination of yield criterion parameters. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 60(5) :1037–1058.
-

- [Maire et al., 2007] Maire, E., Carmona, V., Courbon, J., and Ludwig, W. (2007). Fast X-ray tomography and acoustic emission study of damage in metals during continuous tensile tests. *Acta Materialia*, 55(20) :6806–6815.
- [Maire and Chaboche, 1997] Maire, J. and Chaboche, J. (1997). A new formulation of continuum damage mechanics (cdm) for composite materials. *Aerospace Science and Technology*, 1(4) :247–257.
- [Martin et al., 2003] Martin, E., Forn, A., and Nogué, R. (2003). Strain hardening behaviour and temperature effect on Al-2124/SiCp. *Journal of materials processing technology*, 143 :1–4.
- [Matsumoto et al., 2019] Matsumoto, N., Miyake, T., Kondoh, M., Oishi, Y., and Toyama, K. (2019). Investigation of sintering behavior in low-alloyed steel powder containing TiB₂ particles. *MATERIALS TRANSACTIONS*, 60(9) :1943–1948.
- [Mear and Hutchinson, 1985] Mear, M. E. and Hutchinson, J. (1985). Influence of yield surface curvature on flow localization in dilatant plasticity. *Mechanics of Materials*, 4(3-4) :395–407.
- [Melro et al., 2008] Melro, A., Camanho, P., and Pinho, S. (2008). Generation of random distribution of fibres in long-fibre reinforced composites. *Composites Science and Technology*, 68(9) :2092–2102.
- [Melro et al., 2012] Melro, A., Camanho, P., and Pinho, S. (2012). Influence of geometrical parameters on the elastic response of unidirectional composite materials. *Composite Structures*, 94(11) :3223–3231.
- [Mercier and Molinari, 2009] Mercier, S. and Molinari, A. (2009). Homogenization of elastic–viscoplastic heterogeneous materials : Self-consistent and Mori-Tanaka schemes. *International Journal of Plasticity*, 25(6) :1024–1048.
- [Michel et al., 2001] Michel, J., Moulinec, H., and Suquet, P. (2001). A computational scheme for linear and non-linear composites with arbitrary phase contrast. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 52(1-2) :139–160.
- [Michel et al., 1999] Michel, J.-C., Moulinec, H., and Suquet, P. (1999). Effective properties of composite materials with periodic microstructure : a computational approach. *Computer methods in applied mechanics and engineering*, 172(1-4) :109–143.
- [Mishnaevsky Jr et al., 2004] Mishnaevsky Jr, L., Derrien, K., and Baptiste, D. (2004). Effect of microstructure of particle reinforced composites on the damage evolution : probabilistic and numerical analysis. *Composites Science and Technology*, 64(12) :1805–1818.
- [Moakher and Norris, 2006] Moakher, M. and Norris, A. N. (2006). The closest elastic tensor of arbitrary symmetry to an elasticity tensor of lower symmetry. *Journal of Elasticity*, 85(3) :215–263.
- [Mohapatra et al., 2016] Mohapatra, S., Chaubey, A. K., Mishra, D. K., and Singh, S. K. (2016). Fabrication of Al–TiC composites by hot consolidation technique : its microstructure and mechanical properties. *Journal of Materials research and Technology*, 5(2) :117–122.

-
- [Monchiet and Bonnet, 2012] Monchiet, V. and Bonnet, G. (2012). A polarization-based FFT iterative scheme for computing the effective properties of elastic composites with arbitrary contrast. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 89(11) :1419–1436.
- [Monchiet and Bonnet, 2013] Monchiet, V. and Bonnet, G. (2013). Numerical homogenization of nonlinear composites with a polarization-based FFT iterative scheme. *Computational materials science*, 79 :276–283.
- [Monchiet et al., 2008] Monchiet, V., Cazacu, O., Charkaluk, E., and Kondo, D. (2008). Macroscopic yield criteria for plastic anisotropic materials containing spheroidal voids. *International Journal of Plasticity*, 24(7) :1158–1189.
- [Moreaud, 2006] Moreaud, M. (2006). *Propriétés morphologiques multi-échelles et prévision du comportement diélectrique de nanocomposites*. PhD thesis.
- [Mori and Tanaka, 1973] Mori, T. and Tanaka, K. (1973). Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions. *Acta metallurgica*, 21(5) :571–574.
- [Morin et al., 2020] Morin, L., Gilormini, P., and Derrien, K. (2020). Generalized euclidean distances for elasticity tensors. *Journal of Elasticity*, 138(2) :221–232.
- [Morin et al., 2015a] Morin, L., Kondo, D., and Leblond, J.-B. (2015a). Numerical assessment, implementation and application of an extended Gurson model accounting for void size effects. *European Journal of Mechanics-A/Solids*, 51 :183–192.
- [Morin et al., 2015b] Morin, L., Leblond, J.-B., and Benzerga, A. A. (2015b). Coalescence of voids by internal necking : theoretical estimates and numerical results. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 75 :140–158.
- [Morin et al., 2016] Morin, L., Leblond, J.-B., Benzerga, A. A., and Kondo, D. (2016). A unified criterion for the growth and coalescence of microvoids. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 97 :19–36.
- [Morin et al., 2017] Morin, L., Michel, J.-C., and Leblond, J.-B. (2017). A Gurson-type layer model for ductile porous solids with isotropic and kinematic hardening. *International Journal of Solids and Structures*, 118 :167–178.
- [Mortensen and Llorca, 2010] Mortensen, A. and Llorca, J. (2010). Metal matrix composites. *Annual review of materials research*, 40 :243–270.
- [Moulinec and Suquet, 1995] Moulinec, H. and Suquet, P. (1995). A FFT-based numerical method for computing the mechanical properties of composites from images of their microstructures. In *IUTAM Symposium on Microstructure-Property Interactions in Composite Materials*, pages 235–246. Springer.
- [Moulinec and Suquet, 1998] Moulinec, H. and Suquet, P. (1998). A numerical method for computing the overall response of nonlinear composites with complex microstructure. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 157(1-2) :69–94.
- [Moussaddy et al., 2013] Moussaddy, H., Therriault, D., and Lévesque, M. (2013). Assessment of existing and introduction of a new and robust efficient definition of the representative volume element. *International Journal of Solids and Structures*, 50(24) :3817–3828.
-

-
- [Murakami et al., 1998] Murakami, S., Hayakawa, K., and Liu, Y. (1998). Damage evolution and damage surface of elastic-plastic-damage materials under multiaxial loading. *International Journal of Damage Mechanics*, 7(2) :103–128.
- [Needleman, 1987] Needleman, A. (1987). A continuum model for void nucleation by inclusion debonding.
- [Nègre et al., 2003] Nègre, P., Steglich, D., Brocks, W., and Koçak, M. (2003). Numerical simulation of crack extension in aluminium welds. *Computational Materials Science*, 28(3-4) :723–731.
- [Okamoto et al., 2010] Okamoto, N. L., Kusakari, M., Tanaka, K., Inui, H., and Otani, S. (2010). Anisotropic elastic constants and thermal expansivities in monocrystal CrB₂, TiB₂, and ZrB₂. *Acta Materialia*, 58(1) :76–84.
- [Pan et al., 1983] Pan, J., Saje, M., and Needleman, A. (1983). Localization of deformation in rate sensitive porous plastic solids. *International Journal of Fracture*, 21(4) :261–278.
- [Pardoën, 2006] Pardoën, T. (2006). Numerical simulation of low stress triaxiality ductile fracture. *Computers & structures*, 84(26-27) :1641–1650.
- [Pélissou et al., 2009] Pélissou, C., Baccou, J., Monerie, Y., and Perales, F. (2009). Determination of the size of the representative volume element for random quasi-brittle composites. *International Journal of Solids and Structures*, 46(14-15) :2842–2855.
- [Poole and Charras, 2005] Poole, W. and Charras, N. (2005). An experimental study on the effect of damage on the stress–strain behaviour for al-si model composites. *Materials Science and Engineering : A*, 406(1-2) :300–308.
- [Prakash and Lebensohn, 2009] Prakash, A. and Lebensohn, R. (2009). Simulation of micromechanical behavior of polycrystals : finite elements versus fast fourier transforms. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 17(6) :064010.
- [Rabotnov, 1969] Rabotnov, Y. N. (1969). Creep problems in structural members.
- [Ragab, 2004] Ragab, A. (2004). Application of an extended void growth model with strain hardening and void shape evolution to ductile fracture under axisymmetric tension. *Engineering Fracture Mechanics*, 71(11) :1515–1534.
- [Reuss, 1929] Reuss, A. (1929). Berechnung der fließgrenze von mischkristallen auf grund der plastizitätsbedingung für einkristalle. *ZAMM-Journal of Applied Mathematics and Mechanics/Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik*, 9(1) :49–58.
- [Rice and Tracey, 1969] Rice, J. R. and Tracey, D. M. (1969). On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 17(3) :201–217.
- [Rintoul and Torquato, 1997] Rintoul, M. D. and Torquato, S. (1997). Reconstruction of the structure of dispersions. *Journal of Colloid and Interface Science*, 186(2) :467–476.
- [Salnikov et al., 2015] Salnikov, V., Choï, D., and Karamian-Surville, P. (2015). On efficient and reliable stochastic generation of RVEs for analysis of composites

- within the framework of homogenization. *Computational Mechanics*, 55(1) :127–144.
- [Schneider et al., 2016] Schneider, K., Klusemann, B., and Bargmann, S. (2016). Automatic three-dimensional geometry and mesh generation of periodic representative volume elements for matrix-inclusion composites. *Advances in Engineering Software*, 99 :177–188.
- [Segurado and Llorca, 2002] Segurado, J. and Llorca, J. (2002). A numerical approximation to the elastic properties of sphere-reinforced composites. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50(10) :2107–2121.
- [Shen et al., 2017] Shen, W., Zhang, J., Shao, J.-F., and Kondo, D. (2017). Approximate macroscopic yield criteria for drucker-prager type solids with spheroidal voids. *International Journal of Plasticity*, 99 :221–247.
- [Shurin et al., 1977] Shurin, A., Panarin, V., Sul’zhenko, V., and Kozyrskii, G. Y. (1977). Properties of eutectic alloys containing titanium diboride at high temperatures. *Metal Science and Heat Treatment*, 19(8) :696–698.
- [Springer et al., 2015] Springer, H., Fernandez, R. A., Duarte, M. J., Kostka, A., and Raabe, D. (2015). Microstructure refinement for high modulus in-situ metal matrix composite steels via controlled solidification of the system Fe–TiB₂. *Acta Materialia*, 96 :47–56.
- [Starink and Syngellakis, 1999] Starink, M. and Syngellakis, S. (1999). Shear lag models for discontinuous composites : fibre end stresses and weak interface layers. *Materials Science and Engineering : A*, 270(2) :270–277.
- [Tanaka et al., 1998] Tanaka, K., OSHIMA, T., and SAITO, T. (1998). Development of high modulus steel based on thermodynamic phase equilibrium between TiB₂ and ferrite. *Tetsu-to-hagane*, 84(8) :586–591.
- [Tanaka and Saito, 1999] Tanaka, K. and Saito, T. (1999). Phase equilibria in TiB₂-reinforced high modulus steel. *Journal of phase equilibria*, 20(3) :207.
- [Thomason, 1985] Thomason, P. (1985). Three-dimensional models for the plastic limit-loads at incipient failure of the intervoid matrix in ductile porous solids. *Acta Metallurgica*, 33(6) :1079–1085.
- [Thomason, 1990] Thomason, P. (1990). Ductile fracture of metals. *Pergamon Press plc, Ductile Fracture of Metals(UK), 1990,*, page 219.
- [Torki et al., 2015] Torki, M., Benzerga, A., and Leblond, J.-B. (2015). On void coalescence under combined tension and shear. *Journal of Applied Mechanics*, 82(7).
- [Tvergaard, 1981] Tvergaard, V. (1981). Influence of voids on shear band instabilities under plane strain conditions. *International Journal of fracture*, 17(4) :389–407.
- [Tvergaard and Needleman, 1984] Tvergaard, V. and Needleman, A. (1984). Analysis of the cup-cone fracture in a round tensile bar. *Acta metallurgica*, 32(1) :157–169.
- [Vincent et al., 2014] Vincent, P.-G., Suquet, P., Monerie, Y., and Moulinec, H. (2014). Effective flow surface of porous materials with two populations of voids under internal pressure : I. a gtn model. *International Journal of Plasticity*, 56 :45–73.

- [Voigt et al., 1928] Voigt, W. et al. (1928). *Lehrbuch der kristallphysik*, volume 962. Teubner Leipzig.
- [Walpole, 1969] Walpole, L. (1969). On the overall elastic moduli of composite materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 17(4) :235–251.
- [Wang et al., 2018] Wang, D., Shanthraj, P., Springer, H., and Raabe, D. (2018). Particle-induced damage in Fe–TiB₂ high stiffness metal matrix composite steels. *Materials & Design*, 160 :557–571.
- [Wang et al., 2001] Wang, Y., Zhang, X., Zeng, G., and Li, F. (2001). In situ production of Fe–VC and Fe–TiC surface composites by cast-sintering. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 32(2) :281–286.
- [Waters et al., 2018] Waters, C. K., Vosburg, G. R., and Ajinola, S. (2018). Formation of gradient micro-porous titanium-aluminides through elemental powder metallurgy. *International Journal of Materials Science and Applications*, 7(2) :33.
- [Widom, 1966] Widom, B. (1966). Random sequential addition of hard spheres to a volume. *The Journal of Chemical Physics*, 44(10) :3888–3894.
- [Willis, 1977] Willis, J. (1977). Bounds and self-consistent estimates for the overall properties of anisotropic composites. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 25(3) :185–202.
- [Willot, 2015] Willot, F. (2015). Fourier-based schemes for computing the mechanical response of composites with accurate local fields. *Comptes Rendus Mécanique*, 343(3) :232–245.
- [Willot et al., 2014] Willot, F., Abdallah, B., and Pellegrini, Y.-P. (2014). Fourier-based schemes with modified Green operator for computing the electrical response of heterogeneous media with accurate local fields. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 98(7) :518–533.
- [Yang and Sinclair, 2003] Yang, N. and Sinclair, I. (2003). Fatigue crack growth in a particulate TiB₂-reinforced powder metallurgy iron-based composite. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 34(9) :2017–2024.
- [Zhang et al., 2016] Zhang, H., Springer, H., Aparicio-Fernandez, R., and Raabe, D. (2016). Improving the mechanical properties of Fe–TiB₂ high modulus steels through controlled solidification processes. *Acta Materialia*, 118 :187–195.

Résumé : L'objectif de ce travail est d'étudier les propriétés élastiques initiales des composites Fe-TiB₂ élaborés par solidification eutectique, ainsi que leur baisse au cours de la déformation plastique. Les modules élastiques initiaux de ces composites sont déterminés expérimentalement, analytiquement par la méthode de Mori-Tanaka et numériquement par la méthode FFT. Les calculs FFT sont réalisés sur des microstructures représentatives reconstruites, en 3D, à partir des données issues de l'analyse microstructurale par MEB/EBSD. Des microstructures modèles ont permis une expérimentation numérique en variant différents paramètres microstructuraux. Ensuite, l'endommagement des composites Fe-TiB₂ laminés à chaud est suivi et quantifié expérimentalement. La fissuration des particules constitue le principal mode d'endommagement de ce composite. L'endommagement progressif, lié à l'augmentation du nombre de particules rompues, à l'initiation et à la croissance de vides au cours du chargement entraîne une diminution de la rigidité pendant la déformation. Un modèle associant l'approche de Gurson des matériaux poreux ductiles et une méthode d'homogénéisation des propriétés élastiques est développé et permet de décrire la perte progressive de rigidité observée expérimentalement sur des composites à matrice métallique soumis à un chargement mécanique. Les prédictions du modèle sont en très bon accord avec les résultats expérimentaux.

Mots clés : Composites Fe-TiB₂, Homogénéisation, Endommagement, FFT, Baisse de rigidité.

Abstract : The aim of this work is to study the initial elastic properties of Fe-TiB₂ composites produced by eutectic solidification, as well as their decrease during plastic deformation. The initial elastic moduli of these composites are determined experimentally, analytically by the Mori-Tanaka scheme and numerically by the FFT-based method. The FFT calculations are carried out on representative microstructures reconstructed in 3D based on microstructural analysis by SEM/EBSD. Numerical experiments are also performed on model microstructures. Then, the damage of hot-rolled Fe-TiB₂ composites is experimentally studied and is mainly due to particle rupture. Progressive damage, related to the increase in the number of cracked particles as well as the initiation and growth of voids leads to stiffness loss during deformation. A model combining Gurson's approach to ductile porous materials and a homogenisation method for elastic properties is developed to describe the progressive loss of stiffness observed experimentally on metal matrix composites subjected to mechanical loading. The predictions of the model are in very good agreement with experimental results.

Keywords : Fe-TiB₂ composites, Homogenization, Damage, FFT, Loss of stiffness.