



HAL
open science

Comportement mécanique de composites oxyde/oxyde pour structures aéronautiques

Edouard Marin

► **To cite this version:**

Edouard Marin. Comportement mécanique de composites oxyde/oxyde pour structures aéronautiques. Mécanique [physics]. Université de Bordeaux, 2021. Français. NNT : 2021BORD0262 . tel-03483321v1

HAL Id: tel-03483321

<https://theses.hal.science/tel-03483321v1>

Submitted on 16 Dec 2021 (v1), last revised 6 Jan 2022 (v2)

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

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

THÈSE PRÉSENTÉE POUR OBTENIR LE GRADE DE

**DOCTEUR DE
L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX**

ECOLE DOCTORALE SCIENCES PHYSIQUES ET DE L'INGENIEUR
Spécialité Mécanique

soutenue publiquement le 18 novembre 2021 par

Edouard MARIN

Ingénieur de l'Université de Technologie de Compiègne

Comportement mécanique de composites oxyde/oxyde pour structures aéronautiques

Sous la direction d'Eric MARTIN

Membres du jury présidé par M. Stéphane MOREL :

M. Frédéric LACHAUD	Professeur	ISAE Supaéro, Toulouse	Rapporteur
M. Benoît VIEILLE	Professeur	INSA Rouen	Rapporteur
Mme. Nathalie GODIN	Maître de Conférences	INSA Lyon	Examinatrice
M. Cédric HUCHETTE	Ingénieur de Recherche	ONERA, Châtillon	Examineur
M. Stéphane MOREL	Professeur	Université de Bordeaux	Examineur
M. Olivier CATY	Maître de Conférences	Bordeaux INP	Co-encadrant
M. Eric MARTIN	Professeur	Bordeaux INP	Directeur de thèse
M. Florent BOUILLON	Ingénieur	Safran Ceramics	Invité

Comportement mécanique de composites oxyde/oxyde pour structures aéronautiques

Résumé : L'étude du comportement d'une nouvelle génération de COX stratifiés (UD) est menée. Une comparaison avec les COX tissés (2D), plus largement étudiés dans la littérature, est proposée. La démarche de compréhension du comportement mécanique de ces deux matériaux s'articule autour d'une étude expérimentale, et d'une étude numérique. Pour l'analyse expérimentale, des essais de traction multi-instrumentés sont effectués pour caractériser les mécanismes d'endommagement. La différence de microstructure générée par les fissures de retrait joue un rôle majeur dans les mécanismes d'endommagement matriciels. Une méthode de modélisation multi-échelle micro-méso se basant sur une approche d'endommagement continu est ensuite mise en place pour répondre à deux objectifs principaux : i) améliorer les éléments de compréhension apportés par la partie expérimentale et ii) étudier l'influence de la microstructure sur le comportement du matériau. Les paramètres du modèle d'endommagement du pli élémentaire sont identifiés à partir de sollicitations virtuelles à l'échelle micro. Cette stratégie permet entre autres de prédire convenablement le comportement d'un stratifié quelconque. Enfin, une analyse de l'effet des concentrations de contraintes est proposée. La combinaison entre analyse expérimentale et analyse numérique permet d'analyser finement le développement de l'endommagement en bord d'entaille. La redistribution des contraintes en bord de singularité géométrique génère pour les deux matériaux une faible sensibilité à l'entaille.

Mots-clés : comportement mécanique, CMC oxyde/oxyde, endommagement, modélisation multi-échelle, essais multi-instrumentés, effet d'entaille

Mechanical behaviour of oxide/oxide composites for aircraft structures

Abstract: A study and comparison of two materials is proposed: a woven oxide/oxide composite, and a new generation laminate oxide/oxide composite made of unidirectional plies. The study is organized into two major parts, namely i) an experimental analysis and ii) a numerical analysis by multi-scale damage modelling. For the experimental part, multi-instrumented tensile tests are performed to identify and characterize the damage mechanisms. Then a micro-meso multi-scale damage model based on continuum damage mechanics is proposed, to meet two main objectives: i) enhance the understanding offered by the experimental analysis and ii) study the influence of the microstructure on the mechanical behaviour of the materials. The meso-model parameters are identified by virtual tests at micro-scale. This strategy allows a good prediction of the mechanical behaviour regardless of the considered laminate, and to study the effect of matrix porosity due to partial sintering. Effects of stress concentrations is eventually studied through tensile tests on notched coupons. The use of experimental and numerical analysis offers the possibility to study the development of damage at the edge of notches. The two studied materials exhibit an interesting notch sensitivity, thanks to stress redistribution generated by matrix porosity.

Keywords: mechanical behavior, oxide/oxide CMC, damage, multi-instrumented tests, multi-scale modeling, notch sensitivity

Unité de recherche

Laboratoire des Composites Thermostructuraux - UMR 5801
3 allée de la Boétie, 33600 Pessac, France.

REMERCIEMENTS

Ces trois années ont été riches en émotion. C'est donc avec autant d'émotion que j'écris ces remerciements dirigés à toutes les personnes qui m'ont permis de réaliser cette thèse, pour les soutiens et appuis aussi bien professionnels que personnels. Heureusement, l'étape de remerciements est plus facile à l'écrit qu'à l'oral.

Je remercie tout d'abord l'ensemble des membres du jury d'avoir accepté d'examiner ces travaux. Merci à Frédéric Lachaud et Benoît Vieille pour l'évaluation particulière en tant que rapporteurs, ainsi qu'à Nathalie Godin, Cédric Huchette, et Stéphane Morel pour les remarques et questions lors de la soutenance. Après trois années de thèse, il était particulièrement intéressant et enrichissant d'avoir un nouveau regard mettant autrement en lumière les points forts et points faibles de ces travaux. Merci également à mes encadrants du labo : Eric pour la bienveillance, les discussions, et les conseils apportés tout au long de ces trois années, et Olivier pour m'avoir permis de travailler en toute autonomie. Je remercie aussi chaleureusement mes encadrants industriels, Florent et Jean-Charles, pour toutes les discussions, l'implication, et le temps accordé durant ces trois années.

Le travail synthétisé dans ce mémoire est le fruit de la contribution de beaucoup de personnes. Aussi je souhaite remercier toutes celles et ceux qui ont participé de près ou de loin à ces travaux : tous les ITA du labo, et particulièrement Julien pour les caracs et les essais sous MEB, Muriel pour les caracs et les formations, Stéphane pour le push-out, et Laurine/Hugo/Thomas pour les mesures de poro. Un énorme merci à Bruno qui a une large contribution pour la partie expérimentale. Merci pour tous les essais, pour la grande expertise, les avis, et toutes les discussions. Remerciements aussi importants à Guillaume pour la partie numérique, pour les discussions et les conseils qui ont toujours fait mouche.

La thèse ne se serait pas passée comme elle l'a été sans tous les à côtés, et sans les appuis personnels. On entame maintenant une transition vers des remerciements moins professionnels, mais au moins aussi importants. Un énorme merci à tous les doctorants, post-doctorants, CDD, et stagiaires pour tous les bons moments passés qui font la bonne ambiance du labo, mais surtout pour tous les moments (diurnes et nocturnes) passés en dehors. Je ne vais pas me risquer à nommer tout le monde, mais coeur à vous tous. J'espère qu'on en a fait un golden. Je dois tout de même quelques remerciements particuliers. En premier lieu aux indéfectibles de la team RU, Floriane, Jean, Pietro, Hugo, Marina, et Arthurito. Ce fut un plaisir et un honneur d'avoir servi à vos côtés. Big up (je sais, c'est très 2010) aussi au cru 2018-2021(2022) : Capucine, Mr Guérin, Hugo, Pierre, et Thibault. Évidemment, un autre remerciement particulier à mes deux compères de la tour d'ivoire, Capucine et Guillaume,

pour toutes les séances de bitching en règle. Ca soulage. On a parfois été durs, mais toujours juste je pense, et ça c'est important. Merci aussi de m'avoir écouté me plaindre à peu près quotidiennement sans jamais m'avoir demandé d'arrêter de me plaindre. Merci bien sûr pour toutes les imitations d'êtres humains et non humains - j'espère pouvoir aller construire un barrage prochainement. Et enfin merci pour les vidéos youtube parfois douteuses mais toujours gênantes que j'ai pu ajouter à mon répertoire. Pour terminer, je souhaite très bon courage à Arthurito, Bilal, Théo, Yasmin, et Axel pour cette dernière année en cours. Je dirais que c'est la plus sympa. Force et honneur à vous.

Je dois également reconnaissance, remerciements, et excuses à ma coloc Mélo. Reconnaissance pour avoir supporté mes sauts d'humeur pendant ces trois années. Remerciements pour la bonne humeur, la bonne ambiance, ces périodes particulières de confinement où on est content d'avoir changé la nappe (et d'avoir avancé le puzzle), et plus généralement pour tout les moments passés au Palais Gallien. Et enfin excuses pour avoir sûrement passé plus de temps à l'appart à bosser plutôt qu'à faire du ménage. Merci aussi bien sûr aux colocs officieux et à la famille Régnier, dont la gaieté est particulièrement contagieuse.

Je termine maintenant par les remerciements qui... comment dire... n'ont pas pu être totalement exprimés le jour J, # fragile. Un grand merci aux amis d'enfance et de longue date qui ne sont pas physiquement présents au quotidien mais qui sont tout aussi importants. Merci à ceux qui ont eu l'occasion de venir le jour de la soutenance pour avoir assuré un élément essentiel au bon déroulement de ce jour spécial : le repassage de la chemise. Enfin, merci à Romain qui à la tâche ardue de supporter mes sauts d'humeur.

Last but not least, merci à ma famille à qui je dois beaucoup. Merci pour tout.

Je termine ces quelques lignes par remercier Pietro, au nom de tous les doctorants, pour nous prouver que si ça ne marche pas dans les CMC, il y a toujours d'autres voies à explorer. Gogo dancer en est une. Et enfin, pour finir je signale : Arthur, on l'a toujours pas vu !

NOMENCLATURE

ACRONYMES

CC	Critère Couplé [Mar12]
CMC	Composites à Matrice Céramique
CMO	Composites à Matrice Organique
CIN	Corrélation d'Images Numériques
CZM	<i>Cohesive Zone Model</i>
EA	Emission Acoustique
ED	Eléments Discrets
EF	Eléments Finis
FO	Stratification Fortement Orientée
MEB	Microscope Electronique à Balayage
MCID	<i>Matrix Cracking Induced Delamination</i> [Zub14]
MLR	Mécanique Linéaire de la Rupture
N610	Fibres Nextel™610
N720	Fibres Nextel™720
PMUBC	<i>Periodic Mixed Boundary Conditions</i> [Pah08a]
PSC	<i>Poinst Stress Criterion</i> [Whi74]
QI	Stratification Quasi-Iso
TVf	Taux Volumique de fibres
TVm	Taux Volumique de matrice
TV μ	Taux Volumique de microporosité matricielle
TVp	Taux Volumique de porosité
UD	Unidirectionnel
VER	Volume Elémentaire Représentatif

CONVENTIONS

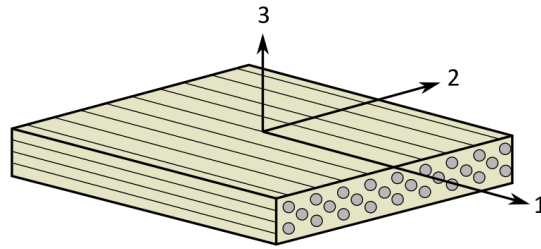


FIGURE 1 – Définition des axes du pli UD

Sens 1 (ou sens fibre)	Sollicitation du pli dans l'axe des fibre
Sens 2 (ou sens hors axe)	Sollicitation du pli dans le plan, à 90° de l'axe des fibres
Sens 3 (ou sens hors plan)	Sollicitation dans l'axe hors plan du pli
$\langle x \rangle_+$	Crochets de Macaulay : $x=x$ si $x > 0$, 0 sinon
ε	Vecteur déformation défini selon les notations de Voigt : $\varepsilon = (\varepsilon_{11}, \varepsilon_{22}, \varepsilon_{33}, 2\varepsilon_{23}, 2\varepsilon_{13}, 2\varepsilon_{12})^T = (\varepsilon_{11}, \varepsilon_{22}, \varepsilon_{33}, \gamma_{23}, \gamma_{13}, \gamma_{12})^T$
σ	Vecteur contrainte défini selon les notations de Voigt : $\sigma = (\sigma_{11}, \sigma_{22}, \sigma_{33}, \tau_{23}, \tau_{13}, \tau_{12})^T$

NOTATIONS - Modèle micro

ϕ	Taux volumique de microporosité matricielle
E_f	Module de Young des fibres
E_m	Module de Young de la matrice
ν_f	Coefficient de Poisson des fibres
ν_m	Coefficient de Poisson de la matrice
G_c^i	Energie de rupture des interfaces fibre/matrice
G_c^m	Energie de rupture de la matrice
σ_c^i	Contrainte à rupture des interfaces fibre/matrice
σ_c^m	Contrainte à rupture en traction de la matrice
σ_{flex}^m	Contrainte à rupture en flexion de la matrice
K	Rigidité (pour les éléments de zones cohésives)

NOTATIONS - Modèle méso

$\bar{\rho}_{ini}$	Matériau 2D : Densité de fissures $\bar{\rho}$ à l'état initial
ρ_{micro}	Matériau UD : Densité de microfissures de retrait (état initial) défini par la moyenne surfacique de la somme des demi-longueurs au carré de toutes les fissures $\frac{1}{A} \sum_{i=1}^N l_i^2$
C^0	Tenseur de rigidité initial
\tilde{C}	Tenseur de rigidité effectif
S^0	Tenseur de souplesse initial
\tilde{S}	Tenseur de souplesse effectif
δ_i	Variable d'endommagement diffus sens i (i=2,3)
y_i	Force motrice sens i
α_i^j	$j = I, II, III$ contribution du sens normal et des deux sens de cisaillement sur la force motrice y_i
y_i^0	Force motrice y_i à l'initiation de la variable d'endommagement δ_i
y_i^c	Paramètre contrôlant l'évolution de la variable d'endommagement δ_i
p_i	Paramètre contrôlant l'évolution de la variable d'endommagement δ_i
d_i	Paramètre contrôlant la saturation de l'endommagement diffus sens i
$H_{\delta_i}^{eff}$	Tenseur d'effet de la variable d'endommagement δ_i
X_1	Déformation du pli à rupture, en traction sens fibre
X_2	Déformation du pli à rupture, en traction hors axe
X_3	Déformation du pli à rupture, en traction hors plan
Z_{12}	Déformation à rupture en cisaillement dans le plan du pli (plan 12)
Z_{13}	Déformation à rupture en cisaillement dans le plan 13
Z_{23}	Déformation à rupture en cisaillement dans le plan 23
f_i	Critère de rupture pour la rupture sens i (i=1,2,3)
D_i	Variable d'endommagement liée à la rupture sens i
β_i	Variable pilotant la dégradation des propriétés après rupture sens i
$H_{D_i}^{eff}$	Tenseur d'effet pour la rupture dans le sens i
τ_c	Effet retard

$\bar{\rho}$	Matériaux 2D et UD : Densité de fissures transverses du fil ou du pli, définie par le nombre de fissures sur une longueur donnée, normalisée par l'épaisseur moyenne du fil ou du pli : $\bar{\rho} = \frac{n}{L}h$
σ_{eq}	Contrainte équivalente constante lors de la multiplication des fissures transverses
$H_{\bar{\rho},1}^{eff}, H_{\bar{\rho},2}^{eff}$	Tenseurs d'effet de la fissuration transverse
G_c^{pli}	Energie de rupture de l'interface entre plis (rupture par délaminage)

NOTATIONS - Rupture en présence d'entaille

a	demi longueur d'entaille (rayon d'un trou, ou profondeur d'entailles en V)
w	largeur totale d'éprouvette
G_c^{2D}	Energie de rupture, matériau 2D
σ_c^{2D}	Contrainte à rupture sans entaille, matériau 2D
G_c^{UD}	Energie de rupture, matériau UD
σ_c^{UD}	Contrainte à rupture sans entaille, matériau UD
σ^*	Contrainte à rupture en présence d'entaille
a^*	Longueur d'initiation du critère couplé
d0	Distance caractéristique du <i>Point Stress Criterion</i> [Whi74]

TABLE DES MATIÈRES

Introduction	1
1 Comportement mécanique des composites oxyde/oxyde	5
1 Constituants et microstructure	6
1.1 Conditions pour un un comportement endommageable	6
1.2 Renfort et matrice	7
1.3 Mise en oeuvre et microstructure particulière	10
2 Propriétés mécaniques et modélisation	12
2.1 Mécanismes d'endommagement	13
2.2 Effet de la température et de l'environnement	16
2.3 Modélisation du comportement mécanique	18
3 Matériaux étudiés et démarche d'étude proposée	21
3.1 Positionnement du sujet	21
3.2 Caractérisation des matériaux	22
3.3 Méthodes expérimentales pour l'analyse de l'endommagement	31
4 Bilan	35
2 Caractérisation expérimentale de l'endommagement	37
1 Propriétés mécaniques	38
1.1 Essais réalisés	38
1.2 Comportement mécanique	41
1.3 Activité acoustique	46
1.4 Etude des déformations hors plan	48
2 Observations des endommagements	57
2.1 Observations post-mortem	57
2.2 Observations in-situ par microscopie optique	60
2.3 Observations in-situ sous MEB	67
3 Synthèse de l'étude expérimentale	74
3.1 Scénario d'endommagement du matériau 2D	74
3.2 Scénario d'endommagement du matériau UD	76
4 Bilan	79
3 Proposition d'une méthode multi-échelle pour la modélisation du comportement mécanique	81
1 Définition du cadre d'étude	82

2	Modélisation d'un matériau idéal à l'échelle micro	84
2.1	Génération d'un VER micro numérique	84
2.2	Modélisation du comportement de la matrice	94
2.3	Modélisation du comportement de l'interface fibre/matrice	100
2.4	Choix des paramètres	103
3	Comportement à l'échelle micro et changement d'échelle	104
3.1	Etudes paramétriques à l'échelle micro	104
3.2	Modélisation du comportement du pli élémentaire : éléments de bibliographie	115
3.3	Modèle choisi	121
3.4	Identification des paramètres du modèle méso	128
4	Bilan	132
4	Modélisation multi-échelle du comportement mécanique : application aux matériaux d'étude	135
1	Application au matériau UD	136
1.1	Prédiction de la rigidité initiale	136
1.2	Comportement mécanique en traction : comparaison essai/calcul	141
1.3	Etude des déformations hors plan et des effets de bord	147
1.4	Etude du délaminage et perspectives du modèle	150
2	Application au matériau 2D	156
2.1	Modèle élément fini et comportement des constituants	156
2.2	Rigidité et endommagement initial	159
2.3	Evolution de l'endommagement : comparaison essai/calcul	161
3	Bilan	165
5	Comportement en traction d'éprouvettes entaillées	169
1	Analyse expérimentale	170
1.1	Essais réalisés	170
1.2	Comportement mécanique	173
1.3	Etude des concentrations de déformations par corrélation d'image	174
1.4	Comparaison des domaines d'endommagement	179
2	Modélisation numérique	181
3	Prévision de la tenue en présence d'entaille	191
3.1	Critères considérés	191
3.2	Comparaison des prédictions aux résultats expérimentaux	194
4	Bilan	201
	Conclusion générale et perspectives	203
	Annexe A Critère de rupture par délaminage	221
	Annexe B Modèles d'homogénéisation des hétérogénéités de la matrice	225
	Annexe C Annexe confidentielle	229

INTRODUCTION

La réduction des émissions de gaz à effet de serre est un des enjeux majeurs auquel doit faire face l'industrie aéronautique. Les objectifs de réduction de 50% des émissions de CO₂ entre 2000 et 2050 fixés par l'ICAO (*International Civil Aviation Organization*) poussent les avionneurs à proposer des innovations technologiques avancées pour remplir ces objectifs. Plusieurs solutions existent parmi lesquelles l'utilisation de biocarburants, l'optimisation de l'aérodynamique, l'augmentation du rendement des moteurs, ou l'allègement des structures. Ce dernier point passe entre autres par l'utilisation de matériaux de faible densité, tels que les composites. C'est dans ce cadre que l'utilisation de CMO (Composites à Matrice Organique) n'a cessé de croître dans l'aviation civile, passant d'environ 5% de la masse totale des avions entrés en service dans les années 1970 à environ 50% pour les derniers avions long courrier conçus par les deux avionneurs majeurs que sont Airbus (avec l'A350XWB) et Boeing (avec le 787 Dreamliner). Ce type de matériau est aujourd'hui largement utilisé pour les pièces constituant par exemple le fuselage ou les ailes, mais souvent peu adapté aux pièces des moteurs. La nature de la matrice des CMO limite en effet leur emploi aux parties dont les températures de fonctionnement sont suffisamment faibles, telles que les aubes.

Pour les pièces dites chaudes, les motoristes s'intéressent donc à d'autres types de composites : les CMC (Composites à Matrice Céramique). Les températures de fonctionnement des moteurs étant aujourd'hui régies par les températures limites des superalliages métalliques, le remplacement de ces derniers par des CMC permettrait d'exploiter deux leviers technologiques assurant la réduction d'émissions de gaz à effet de serre, à savoir i) une réduction de la densité des structures et ii) l'amélioration du rendement des moteurs par l'augmentation de la température de fonctionnement. La comparaison des résistances spécifiques de plusieurs classes de matériaux (résistance mécanique normalisée par la densité) illustre l'intérêt que représentent les CMC (figure 2).

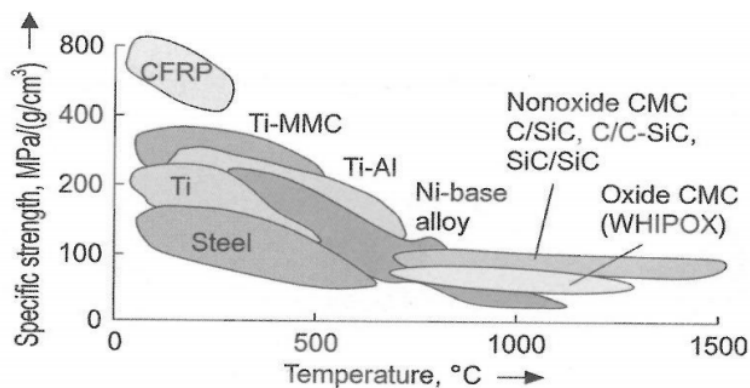


FIGURE 2 – Résistance normalisée par la densité en fonction de la température limite d'utilisation pour différentes classes de matériaux, illustré selon [Bre09]

C'est dans ce cadre que CFM, joint-venture entre Safran et General Electrics (GE), introduit des CMC SiC/SiC pour des pièces de carénage des nouveaux moteurs LEAP. Mentionnons également l'exemple du programme ARCOCE de Safran ayant abouti en 2015 à la certification d'un plug en CMC SiC/Si-B-C, qui a été utilisé pour des vols commerciaux. Le coût de mise en oeuvre élevé de cette famille de CMC limite cependant son utilisation, et incite les motoristes à s'intéresser à d'autres types de CMC tels que les oxydes. Cette dénomination fait référence à la nature des fibres et de la matrice, qui sont des composés oxydés. Si les CMC base carbure offrent de meilleures performances mécaniques, l'intérêt des composites oxydes réside dans leur coût de mise en oeuvre inférieur et une durabilité accrue de par leur faible sensibilité à l'oxydation. Leur utilisation pour les pièces d'arrière corps permettrait d'augmenter jusqu'à 200°C les températures de fonctionnement des moteurs (environ 800°C, contre 600°C pour les superalliages).

De nombreuses études se sont donc succédées depuis la fin des années 1990 afin de développer des moyens d'élaboration optimaux pour les composites oxyde/oxyde, ou encore pour améliorer la compréhension de leur comportement mécanique et des mécanismes pilotant leur durabilité. A l'échelle industrielle, le niveau de maturité atteint a permis leur emploi pour la conception de nouvelles générations de moteurs, par exemple pour le plug et le mélangeur du moteur Passport20 de GE dont la certification par la FAA (*Federal Aviation Administration*) en 2016 marque le début de l'emploi des CMC oxyde/oxyde dans des moteurs commerciaux. Citons également l'exemple du plug du moteur Trent 1000 développé par Rolls Royce dans le cadre du projet CLEEN de Boeing (figure 3), dont les premiers essais en vol ont été réalisés en 2014.



FIGURE 3 – Plug oxyde/oxyde du Trent 1000 développé par Rolls Royce dans le cadre du projet CLEEN de Boeing

Plusieurs axes de recherche restent cependant ouverts. Par exemple, la grande majorité des composites oxyde/oxyde étudiés à ce jour sont constitués d'un empilement de plis tissés généralement en satin. On parle d'architecture bidimensionnelle. Afin d'optimiser le coût de mise en oeuvre, le groupe Safran développe aujourd'hui une nouvelle génération de composites oxyde/oxyde, les UD, dont la dénomination fait référence à l'architecture unidirectionnelle des plis. Il est ainsi essentiel de comprendre en quoi le changement d'architecture textile du renfort modifie la nature des mécanismes d'endommagement et leur cinétique. Ces connaissances sont nécessaires afin de développer des outils de modélisation et des critères de conception adaptés. L'étude du comportement mécanique des

composites oxyde/oxyde UD est donc aujourd'hui un sujet ouvert à l'étude et peu adressé dans la littérature. C'est autour de cette problématique que s'inscrivent ces travaux de thèse.

L'objectif principal est d'analyser et comprendre les mécanismes d'endommagement des oxyde/oxyde UD, dans le cadre d'une sollicitation en traction à température ambiante. Cette analyse sera effectuée à la fois expérimentalement et numériquement. Une caractérisation expérimentale du comportement mécanique est en effet indispensable en premier lieu afin d'identifier quels mécanismes d'endommagement doivent être modélisés. Si l'analyse permet d'apporter les premiers éléments de compréhension du comportement mécanique, elle n'est cependant pas suffisante. Une étude numérique permet d'enrichir et de conforter l'analyse des essais. De plus, face au challenge que représente la mise en oeuvre d'oxyde/oxyde UD, il est intéressant que cette étude numérique puisse prendre en compte des paramètres liés à la morphologie du matériau tels que la microstructure ou la stratification. L'étude numérique pourrait alors répondre à deux objectifs principaux : i) mieux comprendre les essais de traction réalisés et enrichir l'analyse expérimentale, et ii) servir d'outil pour guider la conception d'un oxyde/oxyde "optimal". Dans cette optique, les méthodes multi-échelles sont particulièrement intéressantes, ce qui a amené à décrire le comportement mécanique des matériaux étudiés à l'aide d'un modèle d'endommagement micro-méso basé sur la mécanique de l'endommagement continu. La compréhension du comportement mécanique dans le cas d'une géométrie simple n'est cependant pas suffisante. La compréhension et la prédiction de l'effet des singularités géométriques telles que les entailles sur le comportement mécanique sont également requises pour envisager l'introduction des ces matériaux dans des structures aéronautiques. Les études menées à ce jour semblent démontrer une faible sensibilité à l'entaille des composites oxyde/oxyde. Au delà de l'effet engendré par un changement d'architecture textile (2D vers UD), beaucoup de sujets restent cependant ouverts à l'étude parmi lesquels : comment s'initie et se développe l'endommagement en présence d'entaille avant la rupture macroscopique ? En quoi la géométrie d'entaille influe-t-elle la tenue et comment prédire cette influence ?

Les différents objectifs énoncés ont donc amené à diviser le présent manuscrit en cinq chapitres. Pour chaque partie, on s'attachera à expliciter en quoi les oxyde/oxyde UD se différencient des oxyde/oxyde tissés. Deux matériaux seront donc étudiés dans ce mémoire dont l'organisation est la suivante.

Chapitre 1. Dans un premier temps, un état de l'art du comportement mécanique des composites oxyde/oxyde sera proposé dans le chapitre 1. La microstructure particulière de ces matériaux, les mécanismes d'endommagement élémentaires, ainsi que les techniques courantes pour la modélisation du comportement mécanique seront décrits. Une caractérisation morphologique des matériaux étudiés sera également proposée.

Chapitre 2. L'analyse d'essais de traction multi-instrumentés permettra ensuite d'étudier les propriétés mécaniques et caractériser les mécanismes d'endommagement de ces deux matériaux. La nature multi-échelle des matériaux ainsi que la complexité des mécanismes d'endommagement invitent également à l'étude d'essais de traction in-situ sous MEB. Un scénario d'endommagement sera finalement proposé.

Chapitres 3 et 4. Les éléments de compréhension apportés par l'étude expérimentale seront complétés par une étude numérique du comportement mécanique des matériaux. Une méthode multi-échelle micro-méso basée sur une approche d'endommagement continu sera proposée. Cette étude numérique sera répartie sur les chapitres 3 et 4. Le chapitre 3 décrira les objectifs, le cadre, ainsi que la méthode de modélisation mise en place. Le chapitre 4 abordera ensuite l'application du modèle aux matériaux étudiés. L'analyse numérique permettra également d'étudier l'effet de changements de la microstructure sur le comportement d'un stratifié quelconque.

Chapitre 5. Enfin, l'effet des concentrations de contraintes sera étudié à travers des essais de traction sur éprouvettes entaillées. Deux géométries d'entaille seront étudiées pour les deux matériaux. L'instrumentation des essais ainsi que l'utilisation du modèle d'endommagement développé permettront d'analyser l'initiation et la propagation d'endommagement en bord d'entaille. Une prédiction de l'effet d'entaille sur la rupture sera finalement proposée.

Chapitre 1

COMPORTEMENT MÉCANIQUE DES COMPOSITES OXYDE/OXYDE

Sommaire

1	Constituants et microstructure	6
1.1	Conditions pour un un comportement endommageable	6
1.2	Renfort et matrice	7
1.3	Mise en oeuvre et microstructure particulière	10
2	Propriétés mécaniques et modélisation	12
2.1	Mécanismes d'endommagement	13
2.2	Effet de la température et de l'environnement	16
2.3	Modélisation du comportement mécanique	18
3	Matériaux étudiés et démarche d'étude proposée	21
3.1	Positionnement du sujet	21
3.2	Caractérisation des matériaux	22
3.3	Méthodes expérimentales pour l'analyse de l'endommagement	31
4	Bilan	35

Ce premier chapitre présente les mécanismes d'endommagement élémentaires d'un composite oxyde/oxyde. Leur microstructure particulière, ainsi que le rôle des fibres et de la matrice sur le comportement mécanique seront abordés. On veillera également à proposer une revue des méthodes de modélisation du comportement mécanique proposées à ce jour dans la littérature. Enfin, les matériaux étudiés dans le cadre de ces travaux seront présentés.

1. Constituants et microstructure

1.1 Conditions pour un un comportement endommageable

Les composites oxyde/oxyde font partie de la famille des matériaux Composites à Matrice Céramique (CMC). Cette dénomination fait référence aux matériaux constitués d'une préforme fibreuse en céramique noyée dans une matrice également en céramique. Ce type de matériau permet de garder les propriétés physiques des céramiques monolithiques telles que leur bonne tenue en température, tout en s'affranchissant de la fragilité de leur comportement mécanique. Afin de conférer aux CMC un comportement endommageable et une bonne ténacité malgré le caractère fragile de leurs constituants, il est nécessaire de permettre la déviation de fissures matricielles à l'interface entre les fibres et la matrice. L'intégrité des fibres est alors préservée de façon à exploiter leurs performances mécaniques. La déviation de fissures à l'interface fibre-matrice est favorisée grâce à :

- l'introduction d'interphases entre les fibres et la matrice (figure 1.1 b). C'est le cas par exemple des composites SiC/SiC ou des C/SiC. L'interphase doit permettre une bonne liaison mécanique entre les fibres et la matrice afin d'assurer les transferts de charge, tout en étant assez faible pour permettre la déviation des fissures matricielles. On parle de "fusible" mécanique.
- l'utilisation d'une matrice aux propriétés mécaniques inférieures à celles des fibres (figure 1.1 c). Ce type de CMC est qualifié de composite à matrice faible. C'est le cas des composites C/C. Si le module de Young et la ténacité de la matrice sont suffisamment inférieurs à ceux de la matrice, la propagation des fissures matricielles s'effectue alors à l'interface entre les fibres et la matrice [Koc08]. Un compromis est nécessaire sur les propriétés de la matrice pour obtenir un composite aux propriétés mécaniques intéressantes tout en autorisant le comportement endommageable.
- l'introduction d'interphases dites fugitives (figure 1.1 d). Le revêtement introduit autour des fibres est oxydé lors du procédé de mise en oeuvre. L'intervalle entre les fibres et la matrice guide alors directement la déviation des fissures matricielles.

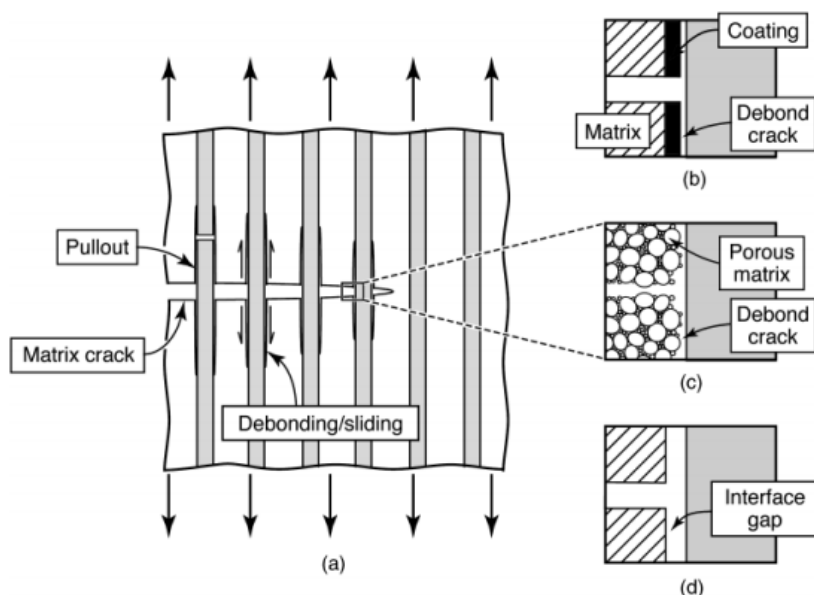


FIGURE 1.1 – Mécanismes de déviation de fissures matricielles utilisés dans les CMC [Zok06]

Ces trois solutions ont été développées dans le cas des composites oxyde/oxyde [Kel04 ; Vol15]. L'utilisation d'interphases peut permettre d'augmenter l'énergie dissipée par le matériau [Wea07] et est intéressante pour garder une liaison fibre/matrice suffisamment faible à haute température [Kel03 ; Rug06b]. La présence d'interphases nécessite cependant l'introduction d'une étape supplémentaire souvent complexe dans le procédé de mise en oeuvre. Au contraire, le choix d'une matrice faible est un compromis intéressant entre coût de mise en oeuvre limité et propriétés mécaniques intéressantes. Dans le cas d'une matrice faible, l'élaboration de la matrice par frittage partiel induit une microporosité. La maîtrise de cette microporosité permet de contrôler les propriétés mécaniques de la matrice, en particulier les différences de module de Young et d'énergie de rupture entre matrice et fibres (figure 1.2). Le degré de frittage a donc un rôle essentiel dans le comportement mécanique du composite.

Si la présence de cette matrice faible réduit les propriétés mécaniques des composites oxyde/oxyde par rapport à celles d'autres CMC comme les SiC/SiC, leur intérêt repose principalement sur un coût de mise en oeuvre réduit, et une bonne résistance à l'oxydation de par la nature de leurs constituants. L'attribution d'une matrice faible plutôt que l'introduction d'interphases est souvent l'alternative étudiée dans la littérature, et choisie par les industries de l'aéronautique. Dans la suite de ce chapitre, à moins d'indications contraires, nous étudierons la morphologie et le comportement de composites oxyde/oxyde à matrice faible.

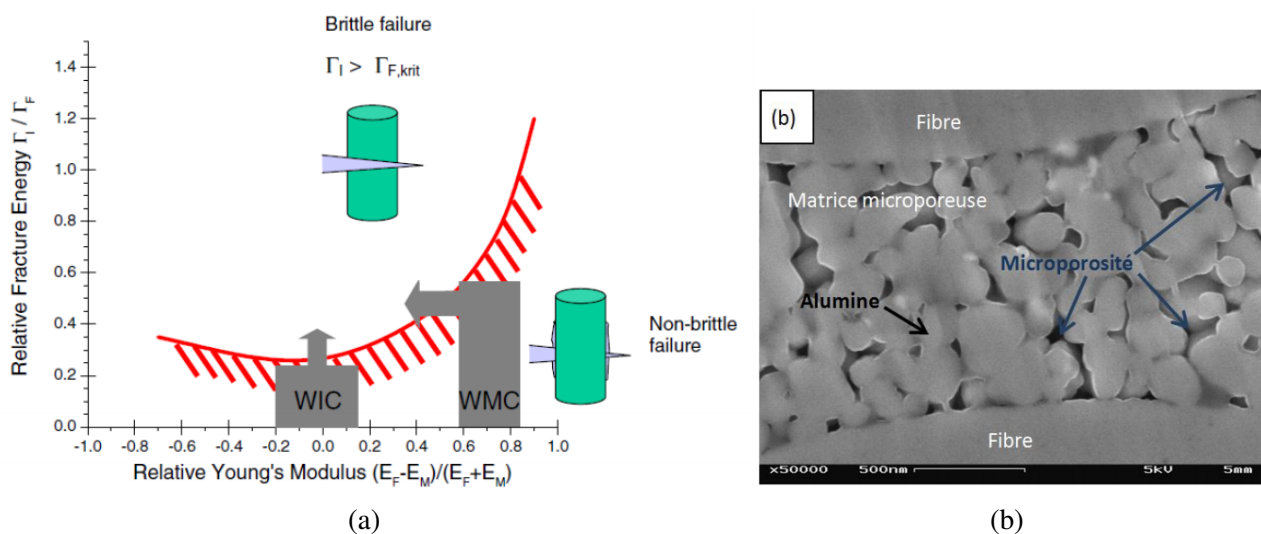


FIGURE 1.2 – a. Délimitation des domaines entre comportement endommageable et comportement fragile pour les composites à matrice faible (WMC) ou à interphase (WIC) par rapport aux différences de module entre fibre et matrice (E_f et E_m) selon He et Hutchinson, et illustré par [Koc08] b. Observation sous MEB de la microporosité d'un composite alumine/alumine sans interphase [BR14]

1.2 Renfort et matrice

La dénomination de composite "oxyde/oxyde" fait référence au fait que tous les constituants du composite sont des composés oxydés. Il s'agit bien souvent d'alumine Al_2O_3 , de silice SiO_2 , ou plus rarement de zircon ZrO_2 . La nature des composants ainsi que leur architecture dépend principalement des applications visées et des contraintes liées à la mise en oeuvre. On distingue deux constituants principaux : les fibres arrangées selon une architecture textile, et la matrice.

Fibres. Peu de fibres oxyde ont atteint à ce jour des propriétés et un niveau de maturité assez intéressants pour être utilisées à l'échelle industrielle. Ainsi, les fibres Nextel™ fabriquées par 3M semblent à ce jour avoir le monopole. Pour des applications à haute température comme les utilisations visées dans l'industrie aéronautique, deux types de fibres sont majoritairement étudiées : les fibres Nextel™610 composées à plus de 99% d'alumine, et les fibres Nextel™720 avec une composition bimodale alumine / mullite. Le choix du type de fibre dépend principalement des propriétés mécaniques attendues. Le tableau 1.1 synthétise leurs propriétés principales. Les fibres Nextel™610 présentent un module de Young et une contrainte à rupture respectivement de 370 GPa et 2800 MPa, soit 48% et 44% plus élevés que les fibres Nextel™720 [3M08]. Ces propriétés sont attribuées à la faible taille de grains des fibres Nextel™610 par rapport aux fibres Nextel™720 (environ 100 nm contre 500 nm respectivement). Au contraire, cette différence autorise une meilleure tenue en température pour les fibres Nextel™720 [Sch08]. La présence de mullite, composé très stable jusqu'à plus de 1300°C, est également à l'origine des meilleures performances en température des fibres Nextel™720. La température maximale d'utilisation des fibres oxyde est souvent gouvernée par leur résistance limite en fluage : environ 1000°C pour les fibres Nextel™610 et 1200°C pour les fibres Nextel™720 [Wil01].

Fibre	Densité	Diamètre	Composition chimique	E	σ_{rupt}^1	Limite en fluage ²
	g.cm-3	microns	% masse	GPa	MPa	°C
Nextel 610	3.9	11-13	>99% αAl_2O_3	370	2800	1000
Nextel 720	3.4	12-14	85% αAl_2O_3 15% SiO_2	250	1940	1200

¹En traction

²Déformation inférieure à 1% après 1000h à une contrainte appliquée de 69MPa

TABLE 1.1 – Propriétés des fibres Nextel™610 et Nextel™720 [3M08]

Préforme textile. La réalisation de la préforme fibreuse est la première étape de l'élaboration. Tout comme pour les Composites à Matrice Organique (CMO), les fibres peuvent être arrangées selon différents types de tissages et préformes, dont le choix et la complexité peuvent être dictés par la géométrie des pièces ou le coût de mise en oeuvre. La grande majorité des composites oxyde/oxyde sont des stratifiés de préformes tissées. Les fibres sont d'abord organisées en fils de 1500 à 20000 deniers [3M08] (unité mesurant la masse linéique des fils), puis tissées selon différents motifs, souvent en satin. Certains travaux ont également étudié les composites oxyde/oxyde à préformes tissées 3D [Yan09 ; BR14]. Ces deux auteurs observent que les fissures de retrait dans un tel matériau sont plus nombreuses et plus ouvertes que dans le cas d'un tissage 2D. L'apparition de fissures de retrait parallèle au plan des plis est également observée. Sous sollicitation mécanique, Ben Ramdane note cependant sur le matériau étudié que la déviation de fissure aux interfaces fibre matrice ne s'opère pas correctement, ce qui ne permet pas d'améliorer les propriétés hors plan par rapport à un matériau au tissage bidimensionnel. A notre connaissance, aucune autre étude de composites oxyde/oxyde tridimensionnel n'est présente dans la littérature. Enfin, il existe également des composites oxyde/oxyde stratifiés de plis unidirectionnels (UD) à interphases [Vol15 ; Kos03]. Volkmann et al. indiquent que, à taux volumique de fibre équivalent dans le sens de charge, les composites UD étudiés ont une meilleure rigidité et une meilleure résistance que celles des tissés. Ce constat est at-

tribué à l'absence d'ondulation des fibres. Pour les composites à matrice faible, aucune étude relative à des composites oxyde/oxyde UD n'a été trouvée. On peut cependant mentionner le cas du matériau WHIPOX™ développé par le DLR, qui s'en rapproche. Le procédé de bobinage utilisé induit un gain de coût intéressant tout en permettant un large choix dans la géométrie des pièces fabricables [Sch05 ; Bea19].

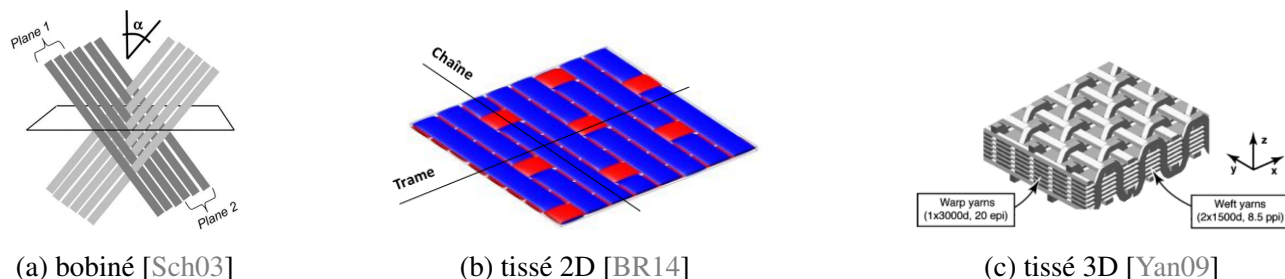


FIGURE 1.3 – Illustration des trois types d'architecture textile de composites oxyde/oxyde à matrice faible étudiés dans la littérature

Matrice. La matrice est issue d'un frittage partiel entre les poudres d'un ou plusieurs types de composés. La nature de la matrice dépend des difficultés de mise en oeuvre, de la compatibilité chimique permettant une adhésion avec la fibre, et des propriétés attendues. La mullite est intéressante pour ses bonnes propriétés à haute température. Cependant, les températures de frittage nécessaires pour la densifier sont supérieures à 1300°C et provoquent la dégradation des fibres. Le recours aux composites oxyde/oxyde à interphases avec l'ajout d'un revêtement autour de la fibre autorise des températures de frittage supérieures à 1200°C [Kel03] tout en préservant l'intégrité de la fibre. Une autre alternative permettant la processabilité de matrice base mullite est l'utilisation de poudres bimodales telles que l'alumine-mullite, zircone-mullite, ou silice-mullite. La figure 1.4 schématise l'utilisation d'une matrice bimodale à base mullite (diamètre des particules d'environ 1 micron) dopée de particules d'alumine (de diamètre d'environ 0.2 micron). L'ajout d'alumine [Lev98] ou de zircone [Has00] favorise la cinétique de frittage entre les grains de mullite, tandis que la présence de silice dans la matrice limite la diffusion de ce composé hors des fibres, empêchant le grossissement des grains [Sch10]. D'autres composés tels que des poudres d'alumine pure ou d'aluminosilicate sont un choix intéressant grâce à des cinétiques de frittage débutant à partir de 1000°C [Zaw03 ; Jia18]. Les composés mentionnés sont ceux utilisés dans les composites oxyde/oxyde à matrice faible parmi les plus matures (par exemple alumine, mullite, ou alumine/mullite pour le matériau WHIPOX [Sch05], alumine ou aluminosilicate pour les matériaux de COIC [Coi]). Enfin, l'introduction de grenats d'yttrium-aluminium dans des matrices d'alumine pure limite à la fois la diminution de la porosité matricielle et le grossissement des grains des fibres pour des températures de frittage égales à 1200°C, ce qui augmente la résistance mécanique en traction [Cin04].

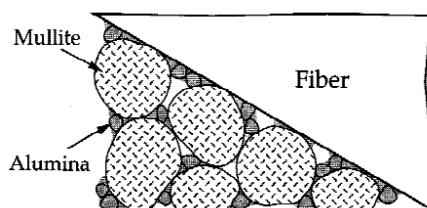


FIGURE 1.4 – Schématisation d'une matrice bimodale alumine/mullite étudiée par [Lev98]

1.3 Mise en oeuvre et microstructure particulière

Il existe différents procédés de mise en oeuvre pour les composites oxyde/oxyde. Beaucoup sont similaires aux techniques utilisées dans les CMO. Le procédé de mise en oeuvre peut être décliné en trois grandes étapes : génération de la préforme textile, infiltration de la matrice, et frittage de la matrice.

Infiltration de la matrice. Trois familles principales de techniques existent : par imprégnation/préimprégnation, par injection, ou par *freeze casting*. Lors de l'imprégnation, les plis sont enduits d'une solution contenant la poudre de matrice en suspension dans une solution, avant d'être empilés. Dans le cas du matériau WHIPOX™ les fils de matrice sont préalablement trempés dans une solution avant leur bobinage autour d'un mandrin (figure 1.5). Pour la préimprégnation, les préformes sont trempées dans la solution contenant la poudre de matrice, avant d'être empilées sur un support, puis placées en autoclave. Ces techniques permettent de réaliser des géométries complexes avec un outillage réduit. En ce qui concerne le procédé d'injection, la préforme textile est préalablement placée dans un moule. Une barbotine contenant la poudre de matrice en suspension est ensuite injectée dans la préforme textile (figure 1.6). Des adjuvants sont introduits pour conférer à la barbotine les propriétés physico-chimiques optimales pour l'injection (pH, viscosité, etc.). Malgré cela, la préforme textile peut jouer un rôle de filtre, impliquant une répartition non homogène de la matrice dans le composite final. Pour obtenir une infiltration homogène, l'injection se fait sous pression ou par vibration sous vide. La préforme est ensuite séchée de manière à retirer les adjuvants, avant l'étape de frittage de la matrice. Cette technique a priori plus complexe, permet d'obtenir des microstructures mieux contrôlées. Enfin par *freeze casting*, la matrice est mise en suspension dans un solvant sublimable, qui est imprégné à la préforme textile. La préforme est ensuite refroidie à une température permettant la solidification du solvant, avant sa sublimation. Le réseau de porosité de la matrice reproduit alors la structure du solvant solidifié. L'un des intérêts de ce procédé de mise en oeuvre est la réduction voire la suppression de la présence de fissures de retrait [Kel15 ; Mah15].

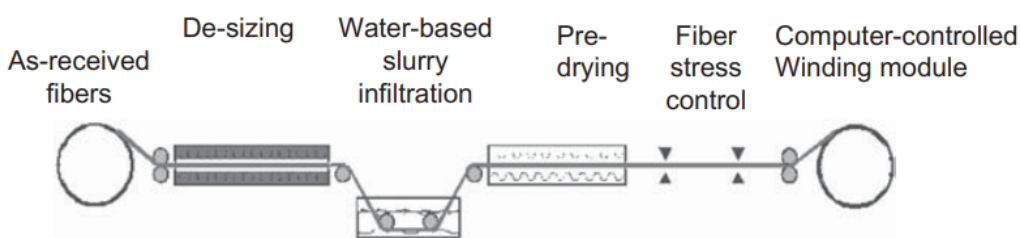


FIGURE 1.5 – Schématisation du procédé de bobinage du matériau WHIPOX™[Sch05]

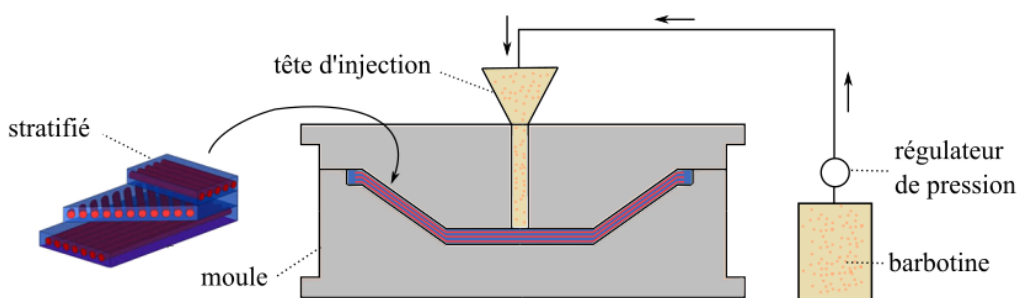


FIGURE 1.6 – Schématisation du procédé d'injection

Frittage partiel de la matrice. Quelque soit la méthode d'infiltration de la matrice, et après retrait de tous les adjuvants, une préforme textile noyée dans une matrice est obtenue. L'étape finale est le frittage partiel de la matrice à l'air ou sous vide. Les deux paramètres temps et température contrôlent directement les propriétés mécaniques de la matrice via le taux de microporosité matricielle, et donc les propriétés mécaniques du composite final. Dans le cas des composites à matrice faible, un cycle de frittage inadéquat entrainera une matrice trop microporeuse et un composite aux propriétés mécaniques trop faibles. Au contraire, une matrice trop dense sera responsable d'un comportement mécanique fragile (figure 1.2). Il existe donc un compromis dans le choix des temps et températures de frittage de la matrice, qui sont des paramètres clés dans le processus de mise en oeuvre des composites oxyde/oxyde [Kam96] (figure 1.7). Ces paramètres dépendent de la nature de la matrice, comme le démontrent les études de vieillissement en température [Lev98 ; Kel15].

La connaissance de l'organisation du réseau de particules de la matrice permet d'orienter les choix de mise en oeuvre, comme la concentration d'alumine dans une matrice bimodale mullite/alumine, ou un taux de microporosité matricielle minimum pour garantir un comportement endommageable. Ce seuil est estimé à 27% par Heathcote et al. pour une matrice alumine/mullite [Hea99]. Les taux de microporosité matricielle des matériaux étudiés dans la littérature se situent entre 30% et 50% d'après la revue de Keller [Kel15].

En parallèle, les cycles de frittage doivent respecter les températures limites autorisées par les fibres sans les dégrader. Dans certains cas, en particulier pour les fibres Nextel™610, les temps/température de frittage ou de vieillissement après mise en oeuvre ne sont pas limités par la matrice, mais par la dégradation des fibres [Kel15 ; Vol15]. La définition des cycles de frittage résulte donc d'un compromis exigeant entre préservation de l'intégrité des fibres, propriétés mécanique matricielles intéressantes, et matrice suffisamment faible pour conserver un comportement endommageable du stratifié.

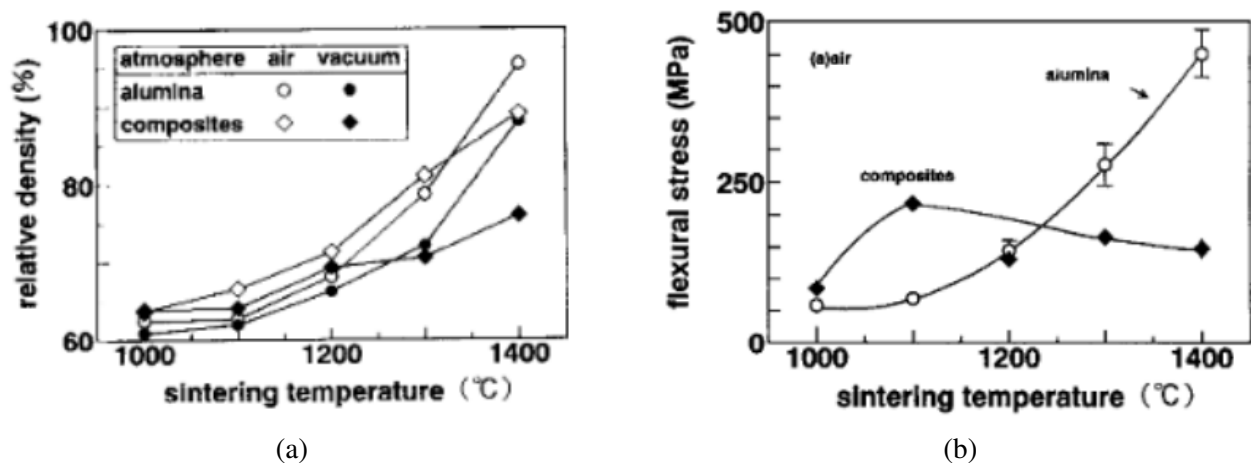


FIGURE 1.7 – Comparaison des propriétés d'un composite alumine/alumine et d'une alumine monolithique en fonction de la température de frittage : a. densité b. résistance en flexion [Kam96]

Microstructure obtenue. Un taux volumique de porosité important est présent dans les composites oxyde/oxyde. Il est classiquement de 20% à 25% selon la revue de Volkmann et al. [Vol15]. La figure 1.8 illustre la microstructure caractéristique d'un composite oxyde/oxyde après élaboration. La porosité peut être classifiée en trois catégories : la microporosité matricielle, les fissures de retrait, et les macropores. La nature des fibres et de la matrice, et le choix du procédé et des paramètres sont des choix déterminants pour la microstructure finale [Gue18]. Le taux de microporosité matricielle est principalement contrôlé par les cycles de frittage et impacte au premier ordre le comportement

mécanique du matériau. Au contraire, la présence de macropores peut être qualifiée de défaut, résultant d'une infiltration imparfaite de la matrice dans la préforme textile. Selon le choix du procédé, la répartition et le taux volumique de macroporosité sera différente entre les zones d'embuvage et les torons de fibres [Gue18]. Enfin, la présence de fissures à l'état initial provient en partie de la différence de retrait entre les fibres et la matrice lors des phases de séchage et frittage. On parle de fissures de retrait. Ces fissures sont majoritairement orientées perpendiculairement au plan des plis. Peu d'étude quantifie cependant la densité de fissures obtenue. L'optimisation des procédés permet de limiter voire annuler la présence de fissures de retrait. C'est le cas par exemple du procédé de *freeze casting* [Kel15; Mah15]. Dans le cas d'une infiltration de la matrice par injection, Yang et al. démontrent la faisabilité d'utiliser des particules de diamètre important pour réduire le nombre de fissures de retrait [Yan09]. L'utilisation de grains de SiC de diamètre allant jusqu'à 25 microns (contre 1 micron pour le diamètre des particules de mullite, utilisée initialement pour la matrice) permet de combler les retraits de matrice.

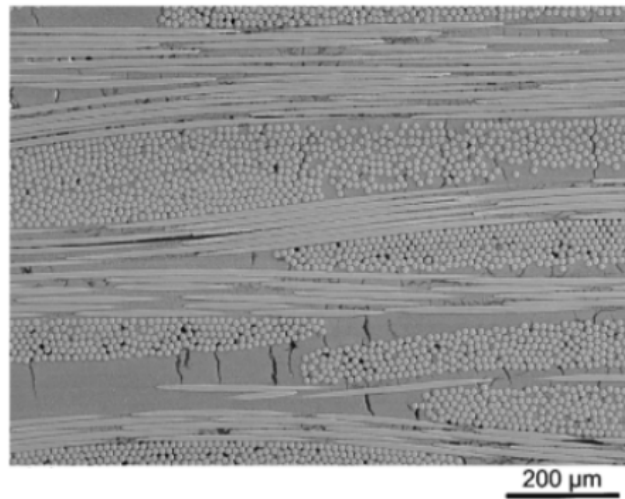


FIGURE 1.8 – Observation de la microstructure d'un composite oxyde/oxyde Nextel™610/mullite en satin de 8 après élaboration [Sim05]

Finalement, la nature des composés des composites oxyde/oxyde ainsi que les différentes étapes de mise en oeuvre sont responsables de leur microstructure particulière. L'organisation de cette microstructure influe directement sur les mécanismes d'endommagement et le comportement mécanique composites oxyde/oxyde, qui font l'objet du paragraphe suivant.

2. Propriétés mécaniques et modélisation

Le paragraphe précédent a permis de présenter les constituants et la microstructure particulière des composites oxyde/oxyde. L'enjeu des paramètres procédés et en particulier du frittage ont été évoqués. Nous allons maintenant nous intéresser à l'étude du comportement mécanique, et les mécanismes d'endommagement élémentaires. A moins de précision contraire, le paragraphe suivant traitera du comportement des composites oxyde/oxyde tissés, majoritairement étudiés dans la littérature.

2.1 Mécanismes d'endommagement

Sollicitation en traction, dans l'axe des fibres. En traction dans l'axe des fils de chaîne, les composites oxyde/oxyde présentent un comportement quasi-linéaire [Lev98 ; Zok01], comme illustré en figure 1.9 a. Le faible module de la matrice par rapport aux fibres explique que l'endommagement progressif de la matrice a peu d'effet sur le module effectif du stratifié, contrairement à d'autres CMC tels que les SiC/SiC. Ce phénomène est d'autant plus marqué que que les fissures existantes à l'état initial diminuent la capacité de la matrice à supporter la charge. En fin d'essai, [Zok01] remarque que le module effectif du composite est égal au module de Young des fibres rapporté au ratio du taux volumique de fibres, ce qui indique que l'endommagement matriciel est saturé, et la charge entièrement reprise par les fibres. Les fibres rompent alors progressivement [Kos03 ; BR14 ; Gue18]. Ces analyses confirment que le comportement mécanique est principalement dirigé par les fibres. Le tableau 1.2 synthétise les propriétés mécaniques de composites oxyde/oxyde étudiés dans la littérature.

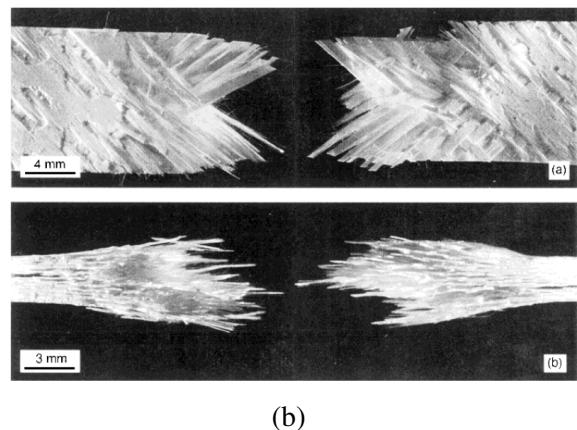
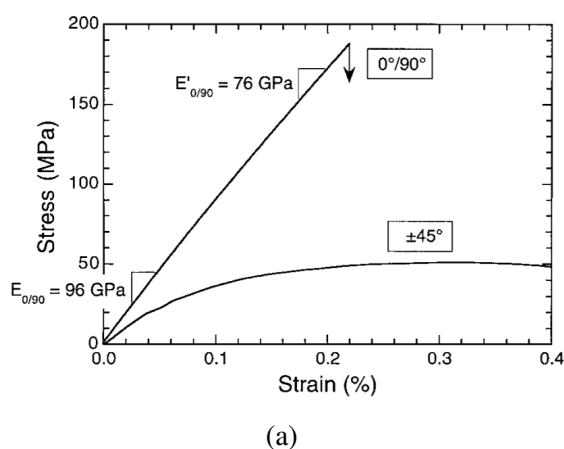


FIGURE 1.9 – a) Comportement en traction dans l'axe des fils de chaîne, et hors axe (45°) et b) Faciès de rupture pour une sollicitation à 45° [Zok01]

Un foisonnement important de la tranche des éprouvettes est observé après rupture, ce qui montre que le délaminage est un mode de dégradation majeur. Selon Guel (figure 1.10), les délaminages sont dus à la déviation aux interfaces toron/matrice des fissures matricielles dans les zones d'embuvages et aux endommagement intrafils de trame. L'apparition de délaminages est d'autant plus marquée que la matériau est macroporeux, la présence de macropores favorise leur initiation. Ce mode d'endommagement, bien que prédominant, s'effectue dans le plan des plis, et influe donc peu l'évolution du module effectif en traction. L'enchaînement des mécanismes élémentaires d'endommagement n'est cependant pas analysé de la même façon par tous les auteurs. En particulier, l'endommagement matriciel intrafil de trame est un des premiers modes d'endommagement selon différentes études [Kos03 ; Kay07 ; Gue18], mais s'initie après l'apparition de délaminages selon Ben Ramdane [BR14]. Enfin, il est à noter que Ben Ramdane identifie un comportement différent en traction sens chaîne ou sens trame. En particulier, le composite semble plus rigide en sens trame qu'en sens chaîne (147 GPa contre 134 GPa en moyenne) mais moins résistant (207 MPa contre 260 MPa).

Sollicitation en traction, hors axe. D'après Ben Ramdane et Guel [BR14 ; Gue18], l'enchaînement des mécanismes d'endommagement est similaire pour une traction hors axe à 45° par rapport aux fibres (figure 1.10 b). Cependant, la forte contribution de la matrice dans ce sens de sollicitation

Auteurs et matériau	Fibre/ Matrice*	TVf %	TVp %	TV μ %	E GPa	σ_{rupt} MPa	ϵ_{rupt} %
Ben Ramdane [BRI14] ONERA	N610/A	49±0	24±2	32±1	134±19	260±37	0.30±0.09
Guel [Gue18] Safran	N610/AS	46.8	21.6	34.7	123±2.5	275±15	0.45±0.04
Guel [Gue18] Safran	N610/A	43.5	26.5	40.2	113±13	270±10	0.37±0.07
Levi et al. [Lev98] UCSB	N610/AM	39	-	40	100	225	0.27
Zawada et al. [Zaw03] GEN-IV™(GE)	N610/AS	30.7±2.3	24	35	70	205	0.35
Volkman et al. [Vol15] UMOX™ ¹ (EADS)	N610/M- SiOC	50	12	-	98±4	182	-
Vasechko et al. [Vas18] WHIPOX™(DLR)	N610/A	35.8±4.0	20.8±3.6	-	-	196±25	0.18±0.03
Hackemann et al. [Hac10] WHIPOX™(DLR)	N610/A	32.7	38.5	45.5	110±10	-	-
Levi et al. [Lev98] UCSB	N720/AM	39	-	40	60	145	0.27
Mall et Anh [Mal08] COIC	N720/AS	44	24	-	70	145	0.25

* A : alumine, AS : aluminosilicate, AM : alumine-mullite, M : mullite

¹Matériau UMOX : architecture textile UD 0/90 et présence d'une interphase fugitive

TABLE 1.2 – Propriétés mécaniques des composites oxyde/oxyde en fonction de leur taux volumique de fibre (TVf), de porosité (TVp), et de microporosité matricielle (TV μ)

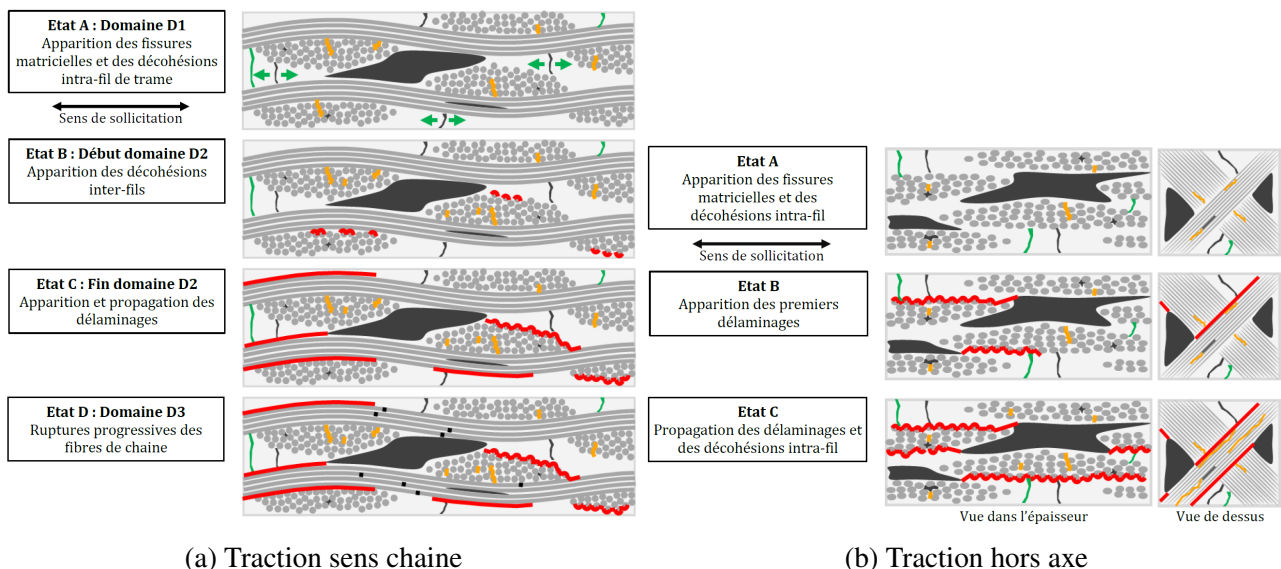


FIGURE 1.10 – Scénario d'endommagement a) en traction dans l'axe des fibres et b) hors axe (à 45°) proposé par [Gue18]

explique à la fois un faible module de Young par rapport à une traction sens chaîne, et la forte non-linéarité résultant des endommagements matriciels et intrafils (figure 1.9 a). Cela se traduit également

par des boucles d'hystérésis ainsi que des déformations résiduelles bien plus importantes [Lev98]. Le plateau de charge observé lorsque la charge maximale est atteinte est du aux frottements lors de l'extraction des fibres et des plis. Tout comme pour une traction dans l'axe des fibres, le faciès de rupture montre un fort foisonnement des éprouvettes qui traduit l'accumulation de délaminages (figure 1.9 b).

Auteurs et matériau	Fibre/ Matrice*	TVf %	TVp %	TV μ %	E45 GPa	σ_{rupt} MPa	ϵ_{rupt} %
Ben Ramdane [BR14] ONERA	N610/A	49 \pm 0	24 \pm 2	32 \pm 1	122 \pm 28	89 \pm 19	0.19 \pm 0.07
Guel [Gue18] Safran	N610/AS	46.8	21.6	34.7	86.5 \pm 4.5	65 \pm 5	0.25
Guel [Gue18] Safran	N610/A	43.5	26.5	40.2	86.5 \pm 4.5	63	0.20
Levi et al. [Lev98] UCSB	N610/AM	36	-	40	35	50	0.4
Zawada et al. [Zaw03] GEN-IV TM (GE)	N610/AS	30.7 \pm 2.3	24	35	70 ¹	-	-
Vasechko et al. [Vas18] WHIPOX TM (DLR)	N610/A	35.8 \pm 4.0	20.8 \pm 3.6	-	-	114.5 \pm 8.5	0.23 \pm 0.03
Hackemann et al. [Hac10] WHIPOX TM (DLR)	N610/A	32.7	38.5	45.5	76 ¹	-	-

* A : alumine, AS : aluminosilicate, AM : alumine-mullite, M : mullite

¹ Calcul de E45 à partir de G12 via l'équation $\frac{1}{E_{45}} = \frac{1}{4E_{11}} + \frac{1}{4E_{22}} + \frac{1}{4G_{12}} - \frac{\nu_{12}}{2E_{11}}$

TABLE 1.3 – Propriétés mécaniques des composites oxyde/oxyde à 45° par rapport à l'axe des fibres, en fonction de leur taux volumique de fibre (TVf), de porosité (TVp), et de microporosité matricielle (TV μ)

Sollicitation en compression, dans l'axe des fibres. Le module de Young des composites oxyde/oxyde sollicités en compression est souvent supérieur au module en traction [Jac07; BR14; Kel15]. Cela peut s'analyser par le rôle différent que jouent les fissures de retrait dans ces deux modes de sollicitation : leur ouverture en traction a un impact sur la rigidité, contrairement à une fermeture en cas de compression. Le comportement mécanique en compression est fortement linéaire jusqu'à rupture [Jac07; Bro18] et les mécanismes d'endommagement observés par Ben Ramdane [BR14] sont similaires à ceux observés en traction (où les fissures matricielles sont déviées aux interfaces torons-matrice, créant d'importants délaminages). Les essais de compression sont cependant délicats à réaliser, et peuvent amener à des modes de rupture non conformes [Bro18]. Dans ce cas, les résistances en compression sont inférieures à celles mesurées en traction. Au contraire, d'autres auteurs mesurent des résistances en compression plus importantes qu'en traction, bien qu'une forte dispersion des résultats soit observée [BR14].

Energie de rupture (Gc). L'estimation de la ténacité ou de l'énergie de rupture sont indispensables pour la conception de pièces structurales en composite oxyde/oxyde. L'énergie de rupture est classiquement évaluée dans la littérature par essais de flexion entaillée. Les valeurs identifiées sont résumées dans le tableau 1.4. Volkmann et al. estiment l'énergie de rupture à environ 1.6 kJ/m² pour le matériau WHIPOXTM(orientation des fibres +/-30°), et à 2.4 kJ/m² et 3.2 kJ/m² pour des compo-

sites oxyde/oxyde à interface fugitive respectivement stratifié et sergé 0/90 [Vol15]. Heathcote et al. identifient une énergie de rupture bien supérieure (6.0 kJ/m²), mais avertissent que les faibles dimensions des géométries utilisées (longueur initiale d'entaille et largeur d'éprouvette) peuvent remettre en cause l'utilisation de la mécanique linéaire de la rupture pour cette estimation [Hea99]. Enfin, Zhang et al. identifient des énergies de rupture de 4.0 kJ/m² en mode I et 0.2 kJ/m² en mode II pour un composite à fibres Nextel™610 et matrice aluminosilicate en modélisant le réponse *post-peak* [Zha17]. Ces propriétés confèrent aux composites oxyde/oxyde une faible sensibilité à l'entaille [Lev98 ; Hea99 ; Zok01]. En effet, le comportement endommageable rendu possible par la fissuration progressive de la matrice microporeuse et les déviations à l'interface fibre-matrice permet de redistribuer les concentrations de contraintes en bord d'entaille. L'effet des géométries d'entaille sur les cinétiques d'endommagement et sur la rupture reste cependant un sujet d'étude [Sam20].

Auteurs et matériau	Fibre/Matrice	TVf %	TVp %	Gc kJ/m ²
Volkman et al. [Vol15] WHIPOX™ ¹ (DLR)	N610/A	37	25	1.6
Volkman et al. [Vol15] UMOX™ ² (EADS)	N610/M-SiOC	50	12	2.4
Volkman et al. [Vol15] OXIPOL™ ² (DLR)	N610/SiOC	43	15	3.2
Heathcote et al. [Hea99] UCSB	N610/AM	[37 ; 42]	[22 ; 25]	6.0
Zhang et al. [Zha17] COIC	N610/AS	-	-	4.0

¹Orientation des fibres +/- 30° pour le matériau WHIPOX™

²Architecture textile UD 0/90 et sergé 0/90 pour les matériaux UMOX™ et OXIPOL™, et présence d'une interface fugitive

TABLE 1.4 – Synthèse des valeurs d'énergie de rupture en mode I évaluée pour différents composites oxyde/oxyde à partir d'essais de flexion sur éprouvettes entaillées [Vol15 ; Hea99 ; Zha17]

2.2 Effet de la température et de l'environnement

Le comportement mécanique des composites oxyde/oxyde à haute température dépend de la stabilité de ses constituants. D'une part pour les fibres, l'élévation de la température entraîne le grossissement des grains et la diminution des propriétés mécaniques (module de Young, résistance, tenue au fluage). D'autre part, une température trop élevée et/ou une exposition à haute température trop longue entraîne le frittage de la matrice microporeuse (entre les grains de matrice ainsi qu'entre les fibres et la matrice). Le composite perd alors sa dénomination de matrice "faible" et le matériau se fragilise, le comportement mécanique se rapprochant de celui d'un céramique monolithique.

Comportement en traction monotone. Le comportement quasi-linéaire des composites oxyde-oxyde en traction est similaire pour des essais allant de la température ambiante jusqu'à au moins 1200°C [Vol15 ; Rug06a ; Rug18]. Pour les composites à fibre Nextel™610, Zawada et al. [Zaw03] déterminent un module de Young plus important à 1100°C qu'à température ambiante (+14% à 1100°C).

Les auteurs associent ce phénomène à la relaxation des contraintes résiduelles issues du procédé de fabrication. Toutefois, la résistance mécanique en traction diminue d'environ 15%. Cette diminution s'accompagne d'un changement du faciès de rupture à haute température : la rupture est plus nette, confinée dans une zone restreinte des éprouvettes, et l'aspect fibreux observé à température ambiante est moins prononcé, se rapprochant du faciès de rupture d'un matériau fragile (figure 1.11). La baisse de la résistance mécanique s'observe dès 900°C [Wen21]. Volkamn et al. mesurent pour le matériau WHIPOX™ que cette diminution est proportionnelle au taux de fibre dans la direction de chargement, concluant que la variation de résistance mécanique est associée à une perte des propriétés des fibres avec la température. Une baisse de la ténacité est également mesurée. L'augmentation de la résistance interlaminaire corrobore par ailleurs l'hypothèse d'une rigidification de la matrice à 1100°C par rapport à température ambiante [Vol15]. Au contraire, les composites à fibres Nextel™720 ont une contrainte à rupture plus importante jusqu'à 1200°C [Sal15 ; Rug06a]. Le comportement mécanique se détériore cependant au-delà de 1200°C : de fortes non linéarités et un abaissement drastique des propriétés mécaniques sont observés à 1300°C (figure 1.11 a).

Finalement, peu d'étude s'intéresse au comportement visqueux des composites oxyde/oxyde en fonction de la température. Ce phénomène est pourtant observé pour des températures dites intermédiaires, dès 800°C [Wen21].

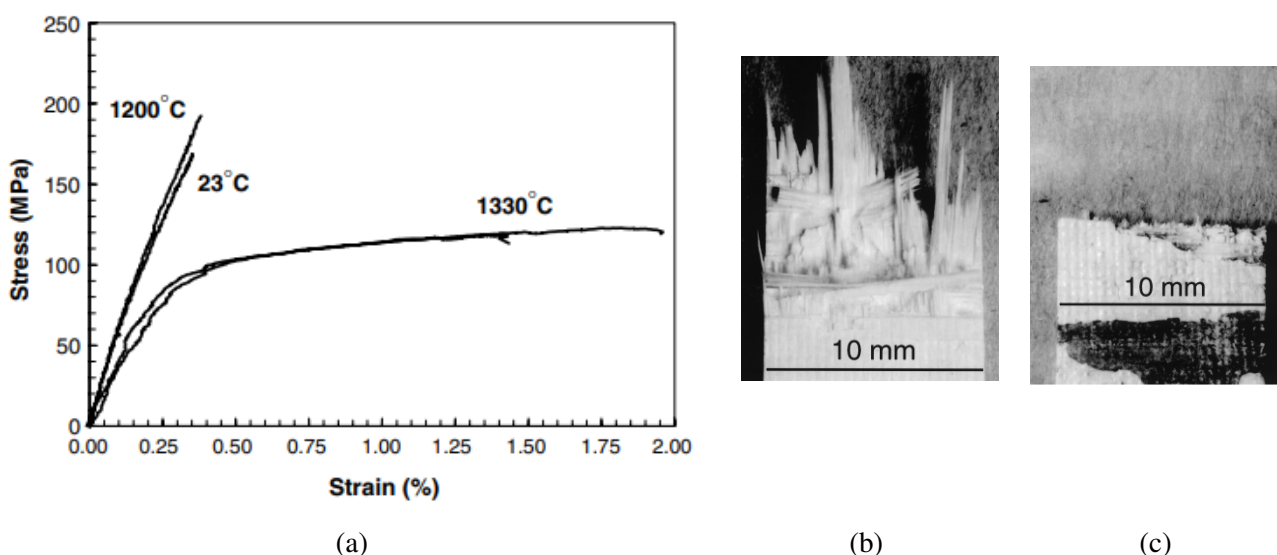


FIGURE 1.11 – a. Comparaison du comportement mécanique d'un oxyde/oxyde Nextel™720/alumine à température ambiante et à très haute température [Rug06a] b. et c. Faciès de rupture d'un composite oxyde/oxyde Nextel™720/aluminosilicate à température ambiante et à 1000°C [Zaw03]

Durabilité. Les composites oxyde/oxyde démontrent une tenue en fatigue entre 1000°C et 1200°C similaire à la tenue en température ambiante [Zaw03], voire meilleure [Sal15]. Les phénomènes de relaxation de contraintes résiduelles dans la matrice sont rendus responsables de ces observations. De plus, l'évolution du module semble indiquer un endommagement en fatigue modéré. Ce comportement marque une différence fondamentale avec les autres familles de CMC. Dans le cas des SiC/SiC, l'accumulation de fissures matricielles dans les CMC à interphases provoque l'oxydation et la dégradation des interphases, puis celle des fibres. La durabilité à haute température est alors fortement altérée. Ce phénomène ne se produit pas dans les composites oxyde/oxyde de part la nature des constituants. Cependant, en présence d'humidité, la réaction avec la silice contenue dans les fibres Nextel720™ conduit à la formation de $Si(OH)_4$ et à une diminution de la phase mullite dans les fibres.

Les propriétés à 1100°C en sont alors dégradées [Rug06a ; Meh07 ; Inc17]. La limite d'endurance à 1200°C baisse de 170 MPa à 125 MPa.

Cependant, la durabilité des composites oxyde/oxyde est principalement limitée par la tenue en fluage. Le comportement des fibres est déterminant pour ce type de sollicitation. Les composites à fibres Nextel610™ possèdent une tenue en fluage inférieure à celle des composites à fibres Nextel720™. La température limite avant une perte quasi-totale des propriétés est estimée à 1000°C et 1200°C respectivement [Wil01 ; Zaw03].

2.3 Modélisation du comportement mécanique

Les propositions de modèles de comportement mécanique des composites oxyde/oxyde ont surtout émergé au cours des cinq dernières années. On peut classer ces modèles en deux catégories : les modèles basés sur une formulation élastoplastique, et les modèles élastiques endommageables.

Modèles élastoplastiques. Ces modèles exploitent la théorie de la plasticité, initialement utilisée pour décrire le comportement des métaux. Dans le cas des CMC, ils sont souvent qualifiés de phénoménologiques, puisque les données d'entrée sont des mesures (contraintes ou déformations) évaluées sur des éprouvettes macroscopiques ; elles ne s'appuient pas sur des données mécaniques aux échelles inférieures. Les modèles élastoplastiques se basent sur la partition des déformations en une partie réversible (déformations élastiques), et une partie irréversible (déformations permanentes, ou déformations plastiques). L'apparition des déformations plastiques marquant le seuil de non linéarité dans la courbe contrainte-déformation est modélisée par un critère de plasticité. Le durcissement du matériau (c'est à dire l'évolution de la non linéarité) est ensuite piloté par une fonction d'écrouissage dépendant de la déformation plastique. Un des avantages de ce type de modèle repose dans le nombre limité de paramètres à identifier, à l'aide d'essais mécaniques standards. Dans ce cadre, le modèle de Rajan et al. [Raj14] initialement utilisé pour modéliser le comportement mécanique d'un composite tissé SiC/SiCN est appliqué par Samuel et al. [Sam20] sur deux composites tissés oxyde/oxyde. Ce modèle repose cependant sur les hypothèses d'une sollicitation en contrainte plane, sans couplage traction/cisaillement. Liu et al. [Liu19] proposent un modèle pour des sollicitations en traction et en compression, dont le critère de plasticité est représenté en figure 1.12.

L'anisotropie de la fonction d'écrouissage dépend ensuite de l'orientation et de la nature de la sollicitation (traction ou compression). Afin de prendre en compte l'effet d'une sollicitation cyclée sur le comportement mécanique, ce modèle est étendu à un modèle élasto-plastique endommageable (figure 1.13). Trois variables d'endommagement internes associées au trois sens de sollicitation dans le plan du pli sont introduites pour prendre en compte l'endommagement dû au cyclage [Liu20]. Les modèles élastiques endommageables sont le deuxième type de modèle utilisé dans la littérature.

Modèles élastiques endommageables. Ces modèles sont souvent formulés dans le cadre de la thermodynamique des milieux continus. Ils s'appuient sur l'évolution de variables internes, qui décrivent l'état d'endommagement du matériau selon différents modes : décohésions fibres matrice, fissuration matricielle, rupture de fibre, délaminage. Il peut s'agir de variables scalaires (dans certains cas basées sur une quantité physique telle qu'une densité de fissures) ou tensorielles. L'identification des lois d'évolution et d'effet sur le tenseur de rigidité (ou de souplesse) permettent de décrire les pertes de rigidité, et les non linéarités du comportement mécanique. On peut par exemple citer le cas

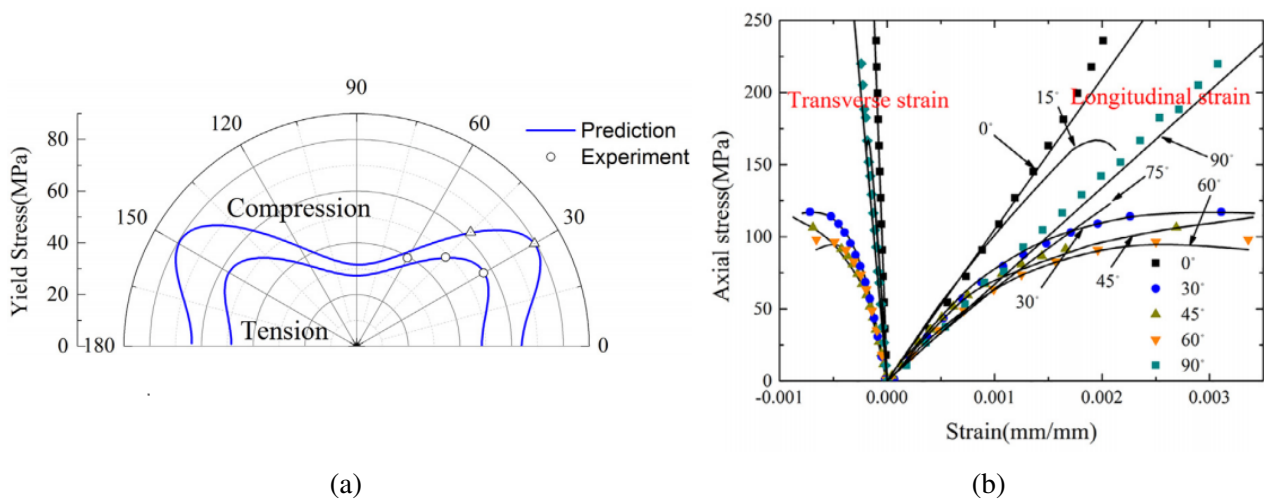


FIGURE 1.12 – Modélisation du comportement mécanique d'un composite oxyde/oxyde selon un modèle élasto-plastique d'après [Liu19] : a. Critère de plasticité en traction et en compression et b. Comparaison essai-calcul en traction pour différentes orientations de sollicitation

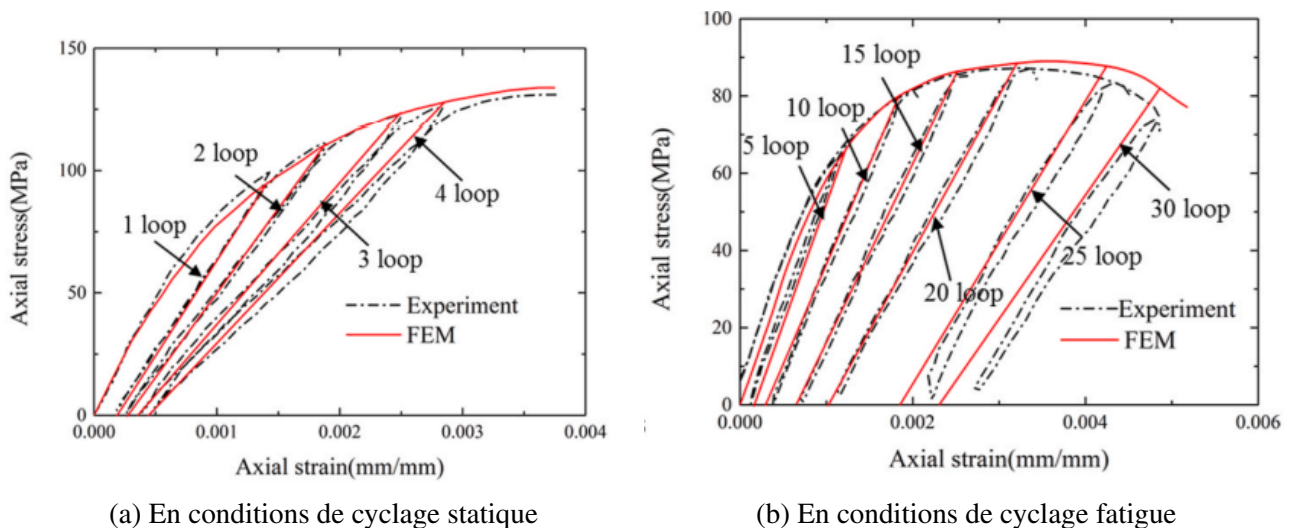


FIGURE 1.13 – Modélisation du comportement mécanique d'un composite oxyde/oxyde selon un modèle élasto-plastique endommageable, pour une sollicitation à 45° par rapport à l'axe des fibres [Liu20]

des modèles ODM (Onera Damage Model) développés à l'ONERA, adaptés aux oxyde/oxyde par Ben Ramdane [BR14], et étendu à la fatigue par Sally [Sal20]. Les observations effectuées post-portem tendent à montrer que l'endommagement des composites oxyde/oxyde est orienté par la microstructure, et non pas la direction de charge. Les variables d'endommagement choisies sont donc des scalaires, et les modèles développées s'inscrivent dans la continuité des modèles ODM déjà définis pour les CMO. Les modèles élastiques endommageables ont également été utilisés pour décrire des sollicitations complexes comme celle du matage [Bro18]. Enfin, un modèle élastique endommageable est proposé pour le matériau WHIPOXTM par Jain et al. [Jai20]. Ce modèle est simplifié par rapport aux autres modèles évoqués précédemment, puisque le dommage est considéré comme isotrope et aucun couplage entre traction et cisaillement n'est pris en compte.

Influence de la microstructure. Les modèles évoqués précédemment ne permettent pas de prendre

en compte l'effet de la présence de défauts dans la microstructure du matériau, ou les écarts par rapport à une microstructure nominale. Ces écarts peuvent être dus à des dispersions inhérentes aux paramètres de mise en oeuvre, ou à la nature du procédé utilisé. Une conséquence directe sur le comportement mécanique est alors observée [Gue18]. Pour les travaux de modélisation, ces variations nécessitent de réitérer l'identification des paramètres pour toute nouvelle nuance de matériau [Sam20]. Plusieurs études se sont penchées sur la prise en compte de la morphologie du matériau WHIPOX™ sur le comportement élastique via la théorie des stratifiés [Shi14; Shi18]. Un coefficient de fabrication Ω est introduit, basé sur le calcul du taux volumique de fibre et de microporosité matricielle. Ce coefficient permet de quantifier la variation des propriétés imputable au procédé de fabrication. La présence ou non de fissures transverses initiales, dépendant de l'angle de bobinage, est également prise en compte. D'autres modèles analysent l'influence des fissures de retrait et de la microporosité matricielle. Tandon et al. proposent une méthode analytique permettant d'estimer les propriétés thermoélastiques du pli tissé en fonction d'une densité de fissures de retrait [Tan01] (figure 1.14). Gowayed et al. étudient l'effet de la microporosité matricielle sur les propriétés thermiques et thermoélastiques par éléments finis [Gow13; Gow18] (figure 1.15).

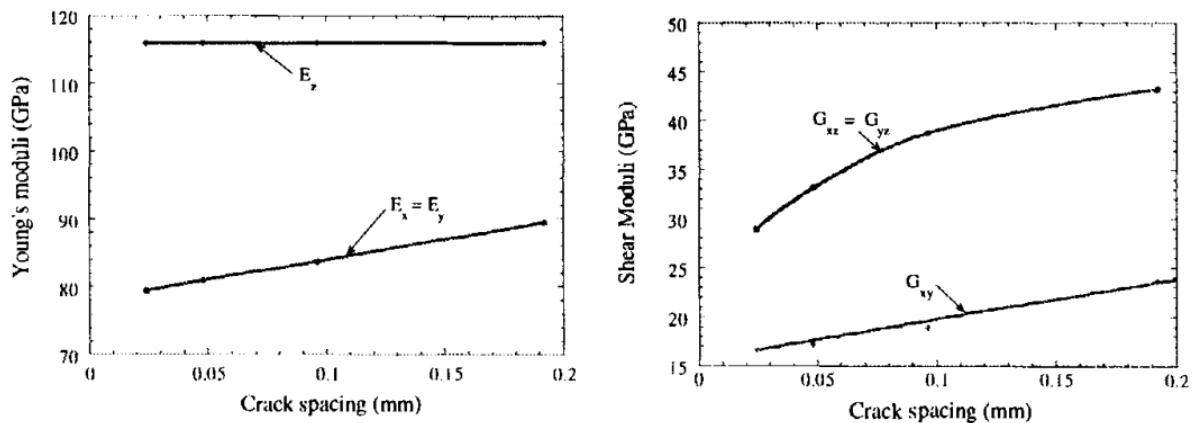


FIGURE 1.14 – Evolution des propriétés élastiques dans le plan du pli en fonction de la densité de fissures de retrait [Tan01]

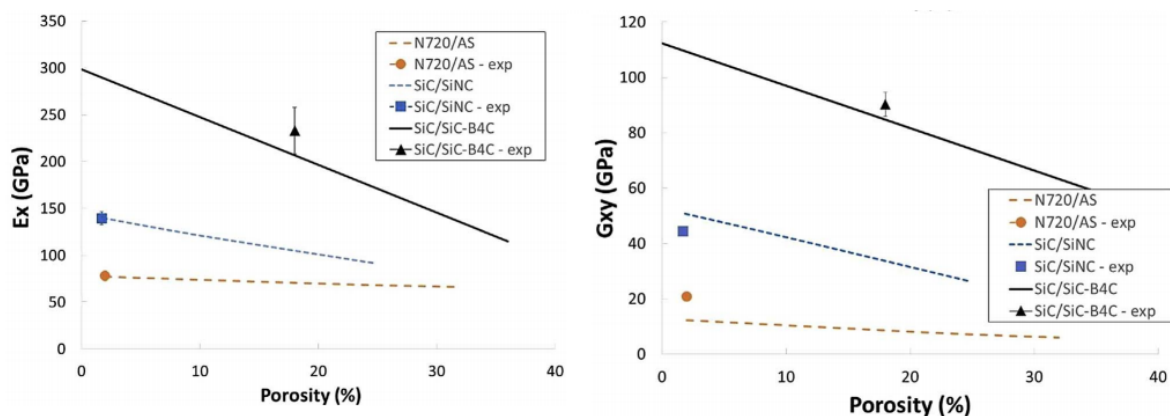


FIGURE 1.15 – Evolution des propriétés élastiques dans le plan du pli en fonction de la microporosité matricielle [Gow18]

Enfin, Jiang et al. proposent de prendre en compte l'effet de la température de frittage sur le comportement mécanique du composite via une modélisation multi-échelle [Jia18]. L'effet de la

température de frittage sur les propriétés mécaniques de la matrice (module de Young et contrainte à rupture mesurés par indentation) ainsi que des interfaces fibre-matrice (contrainte à rupture mesurée par push-out) sont introduites dans une cellule microscopique fibre-matrice, dont la réponse est homogénéisée pour différentes sollicitations. La méthode proposée ne permet cependant pas de reproduire correctement le changement de comportement et la fragilisation du composite lorsque la température de frittage augmente.

Finalement, différentes méthodes de modélisation qui varient dans leur formulation et leur complexité ont été balayées. Le comportement mécanique dans diverses orientations est souvent bien décrit. Cependant, bien que tous les modèles évoqués précédemment montrent une prédictibilité acceptable sur des stratifications simples, leur utilisation pour des stratifications plus complexes reste à évaluer. De même, aucun modèle d'endommagement permettant de prendre en compte l'endommagement hors plan n'a été trouvé dans la littérature. Enfin, si l'effet de la microstructure sur les propriétés thermoélastiques a été évoqué, l'effet sur l'endommagement n'a pas été abordé dans la littérature. La modélisation du comportement mécanique reste donc un sujet très ouvert.

3. Matériaux étudiés et démarche d'étude proposée

3.1 Positionnement du sujet

La première partie de ce chapitre a permis d'introduire les composites oxyde/oxyde via leur morphologie particulière et les mécanismes d'endommagement élémentaires. La compétition entre propriétés mécaniques suffisantes de la matrice, préservation du comportement endommageable, et préservation de l'intégrité des fibres lors de la mise en oeuvre a été discutée. Le comportement mécanique dominé par les fibres permet de rapprocher les composites oxyde/oxyde à d'autres types de CMC comme les C/C, ou à d'autres types de composites tels que les CMO. Les modèles d'endommagements proposés dans la littérature ces dernières années sont d'ailleurs parfois adaptés de modèles existants pour les CMO. Le rôle majeur de la matrice microporeuse sur le comportement mécanique a également été mis en évidence. Plusieurs sujets restent cependant ouverts à étude, tels que la nature de l'architecture textile. Hormis l'exemple du WHIPOXTM qui s'en rapproche, aucun exemple de composites oxyde/oxyde UD à matrice faible n'existe dans la littérature à notre connaissance. Cette architecture permettrait cependant une plus grande liberté dans les choix de stratifications et dans la complexité des pièces finales, en plus d'un gain économique majeur [Sch08]. Ainsi, la processabilité de composites UD et leurs différences de comportement mécanique avec les composites tissés sont des sujets d'étude.

Ce constat a motivé les objectifs fixés lors de cette thèse. Le premier objectif principal sera d'étudier et comprendre le comportement mécanique d'une nouvelle génération de composites oxyde/oxyde développée par Safran Ceramics : les UD. Une analyse expérimentale de l'endommagement en traction sera effectuée, et on s'attachera à mettre en parallèle le comportement de ce matériau par rapport aux stratifiés de plis tissés. Les éléments de bibliographie évoqués ont permis de mettre en avant que les composites oxyde/oxyde sont peu sensibles à la température d'utilisation visée pour les plugs de moteur (jusqu'à 800°C). Nous concentrerons donc notre étude sur le comportement mécanique en

traction, et à température ambiante. Par ailleurs, les contraintes de mise en oeuvre ne permettent pas d'étudier le comportement mécanique pour des stratifications élémentaires (par exemple 0, 0/90, 90, ou +/-45) et imposent d'étudier les mécanismes d'endommagement des deux matériaux sur une stratification quasi-iso fixe. Cette analyse se fera également à cycle de frittage identique pour toutes les plaques et éprouvettes étudiées.

Le second objectif sera de proposer une méthode de modélisation du comportement mécanique de cette nouvelle génération de composites oxyde/oxyde. Nous proposerons un modèle complémentaire des approches de la littérature par la prise en compte de la microstructure dans les paramètres du modèle, tout en autorisant la modélisation de sollicitations hors plan. La méthode proposée se basera sur une stratégie de *virtual testing* multi-échelle micro-méso. Face au challenge que représente la mise en oeuvre des oxyde/oxyde UD, la prise en compte explicite de la microstructure dans le modèle conduit à deux avantages principaux que sont i) servir d'outil afin d'identifier une microstructure et une géométrie de stratifié idéal et ii) pouvoir étudier en quoi le comportement mécanique est modifié pour tout à écart à une microstructure nominale et ainsi alimenter des approches macroscopiques.

Finalement, pour compléter la comparaison UD et tissé, une étude de l'effet d'entaille sera proposée à l'aide d'essais sur éprouvettes trouées et entaillées. Il s'agit en effet d'un sujet majeur pour l'intégration de ces matériaux dans la conception de pièces. On étudiera en particulier l'effet pour deux géométries d'entaille différentes (trous et entailles en V). Bien que plusieurs travaux aient démontré la faible sensibilité à l'entaille des composites oxyde/oxyde [Lev98; Hea99; Zok01], l'effet d'entaille sur les premiers endommagements ainsi que la prédiction de la rupture en présence restent ouverts à l'étude. Les sollicitations multiaxiales en bord d'entaille permettront également une bonne évaluation du modèle d'endommagement proposé.

3.2 Caractérisation des matériaux

Deux composites oxyde/oxyde ont été étudiés dans le cadre de cette thèse. L'étude expérimentale s'est effectuée à stratification imposée et cycle de frittage constant. Le premier matériau étudié est un matériau tissé à stratification quasi-iso équilibrée et symétrique. Le second est un matériau à pli UD, à stratification quasi-iso équilibrée mais non symétrique (tableau 1.5). Les matériaux étudiés sont caractérisés par trois constituants principaux : les fibres, la matrice, et la porosité. Cette dernière peut se décliner en trois catégories : la microporosité matricielle associée au frittage partiel, les fissures de retrait inhérentes au procédé, et la macroporosité résultant de défauts de mise en oeuvre.

Dénomination	Architecture textile du pli	Stratification	Epaisseur
2D	tissé, satin de 5	16 plis quasi-iso [0°/45°/90°/-45°] _{2S}	[3.2mm, 3.6mm]
UD	unidirectionnelle	8 plis quasi-iso [0°/90°/45°/-45°/45°/-45°/90°/0°]	[1.4mm, 2.0mm]

TABLE 1.5 – Caractéristiques des deux matériaux étudiés

Nature et taux volumique des constituants. Le taux volumique de fibre est estimé à partir de la mesure de l'épaisseur d'échantillons/éprouvettes. La connaissance du nombre de plis, de la masse surfacique moyenne des plis, et de la masse volumique des fibres Nextel™610 [3M08] permet de mesurer le taux volumique de fibres (équation 1.1) :

$$TV_f = \frac{m_{surf} \times n}{\rho \times t} \quad (1.1)$$

où m_{surf} est la masse surfacique moyenne des plis égale à 0.0364 g/cm², n le nombre de plis, ρ la masse volumique des fibres [3M08], et t l'épaisseur du stratifié.

Le taux volumique de porosité totale est ensuite déterminé par porosimétrie à poussée d'Archimède. Ce procédé consiste à mesurer le taux de porosités ouvertes via des mesures de masse d'un échantillon sec, immergé dans l'eau, et à l'air saturé en eau. On considère que le volume restant (ne correspondant ni aux fibres, ni aux porosités) est associé à la matrice.

Le taux volumique des différents constituants a été quantifié pour chaque éprouvette testée. Le tableau 1.6 présente la nature des différents constituants ainsi que leur taux volumique. Des différences existent d'une plaque à l'autre, et les taux volumiques indiquées sont les bornes minimales et maximales de toutes les éprouvettes testées. Le taux volumique de fibre mesuré correspond aux taux classiquement mentionnés dans la littérature (rarement supérieur à 50%). Concernant la porosité, la revue bibliographique proposée par [Hac10] montre que le taux de porosité totale TV_p dans le matériau est généralement compris entre 20% et 25%, ce qui est cohérent avec les mesures du tableau 1.6.

Dénomination	Fibres et TV _f	Matrice et TV _m	TV _p	TV _μ
2D	Nextel™610 [41.4%, 46.7%]	Aluminosilicate [33.0%, 37.4%]	[20.2%, 22.5%]	31%
UD	Nextel™610 [35.5%, 52.6%]	Alumine [24.6%, 41.5%]	[18.6%, 27.3%]	[37%, 41%]

TABLE 1.6 – Nature et taux volumique des différents constituants pour les deux matériaux étudiés. Pour les TV_f, TV_m, et TV_p, les taux volumiques indiqués sont ramenés au volume total du matériau. Pour le TV_μ, le taux volumique est ramené au volume de matrice.

L'analyse de la microporosité matricielle a été effectuée par porosimétrie à intrusion de mercure. Contrairement à la porosimétrie à poussée d'Archimède, cette méthode est destructive et a été effectuée sur des échantillons de dimensions 10mm x 10mm x épaisseur. On considèrera par la suite que le taux de microporosité matricielle est homogène au sein d'une plaque, donc identique pour toutes les éprouvettes et les échantillons testés. Le procédé consiste à plonger l'échantillon dans une cuve de mercure. Une pression est ensuite appliquée, et le mercure s'introduit progressivement dans l'échantillon via son réseau de porosité. Pour une pression donnée, l'incrément de volume de mercure introduit permet d'estimer le diamètre équivalent des porosités en considérant une géométrie cylindrique. La figure 1.16 identifie les porosités contenues dans les matériaux d'étude, en fonction de leur diamètre équivalent. Deux courbes sont présentées, faisant référence aux deux plaques étudiées pour l'analyse expérimentale du chapitre 2 (la plaque 4005 pour le 2D, et la plaque 1147 pour l'UD).

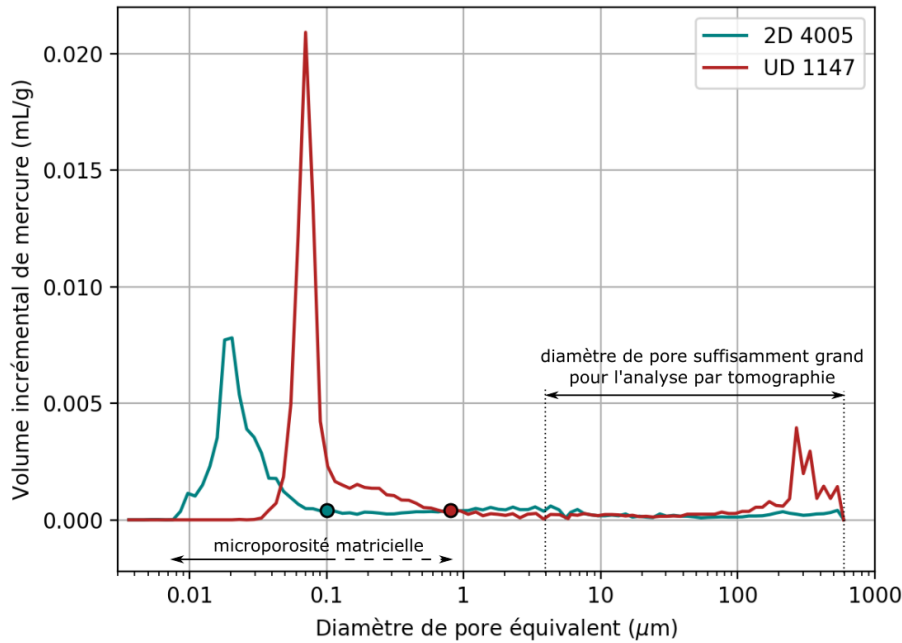


FIGURE 1.16 – Identification des tailles de pores contenus dans la matériaux par porosimétrie par intrusion de mercure

On distingue pour chaque courbe un pic principal, qui est attribué à la microporosité matricielle due au frittage partiel. La diamètre de micropore équivalent moyen pour le 2D est d'environ 20 nm, contre environ 58nm et 70nm pour l'UD. Cette différence entre les deux matériaux peut s'expliquer par la nature des matrices dont l'arrangement des grains diffère entre une matrice bimodale aluminosilicate (cas du 2D) ou monomodale d'alumine pure (cas de l'UD). Pour des diamètres de pore équivalents supérieurs à 0.1 micron, le volume de mercure introduit dans le cas du 2D reste presque nul. Les variations locales sont attribuées aux fissures de retrait ainsi qu'aux macropores de différentes tailles. Dans le cas de l'UD, on observe une transition entre 0.13 micron et 0.65 micron pour l'échantillon 1147, entre le pic dû à la microporosité matricielle et le retour à un niveau quasi-nul de volume de mercure introduit. Il est difficile d'attribuer précisément la nature des porosités dans ce domaine : fissures de retrait de faible longueur, ou élargissement du domaine de microporosité matricielle due au frittage partiel. Nous inclurons cependant ce "domaine" pour le calcul du taux volumique de microporosité matricielle. Enfin, on remarque une présence importante de macropores de volume important (diamètre équivalent supérieur à 100 microns) dans le cas de l'UD. La technique de porosimétrie par intrusion de mercure permet de quantifier le taux volumique de microporosité matricielle selon l'équation 1.2.

$$TV\mu_{matrice} = \frac{TV\mu_{matériau}}{TV\mu_{matériau} + TVm} \quad (1.2)$$

où $TV\mu_{matrice}$ le taux volumique de microporosité matricielle rapporté au volume de la matrice, TVm est le taux volumique de matrice rapporté au volume total du matériau, et $TV\mu_{matériau}$ est défini par l'équation 1.3.

$$TV\mu_{matériau} = TVporo \times \frac{V_{cumul,mercure}}{V_{total,mercure}} \quad (1.3)$$

où $V_{cumul,mercure}$ est le volume cumulé de mercure introduit dans le matériau entre un diamètre de pore équivalent infiniment faible et un diamètre de pore équivalent donné, $V_{total,mercure}$ est le volume

totale de mercure introduit, et TV_{poro} est le taux volumique total de porosité de toute nature dans le matériau, mesuré par pycnométrie hélium.

Deux points identifiés sur la figure 1.16 la limite considérée pour le calcul de microporosité matricielle. On détermine un taux volumique de microporosité matricielle de 30.8% pour le 2D plaque 4005, 37.4% pour l'UD 1201, et 40.6% pour l'UD 1147. Ce résultat est en phase avec les matériaux généralement étudiés dans la littérature : selon la revue bibliographique de Keller [Kel15], le taux de microporosité matricielle pour les composites à matrice faible est compris entre 30% et 50%. La porosimétrie par intrusion de mercure ne permet cependant pas de différencier les macroporosités des fissures de retrait. Cette analyse a été effectuée par traitement d'images issues de tomographie X et d'observations sous MEB, pour la plaque 2D-4005 et la plaque UD-1201.

Caractérisation de la macroporosité et des fissures de retrait par traitement d'image issues de tomographie X. Le principe repose sur l'acquisition d'une série d'images d'un échantillon qui pivote à 360° sur un axe. L'absorption des rayons X par le matériau génère des images 2D dont les niveaux de gris dépendent de la nature des constituants, des variations de densité, porosité, etc. Des algorithmes de reconstructions permettent ensuite de reconstituer une image en trois dimensions, ce qui constitue un des intérêts majeurs de la technique. Un compromis est cependant nécessaire entre taille d'échantillon représentative de la microstructure, et taille d'échantillon permettant d'obtenir une résolution d'image suffisante. Des tomographies ont été effectuées sur les deux matériaux étudiés à PLACAMAT (UMS3626). Les images finales traitées sont de dimensions 5mm x 5mm x 1.6mm. Pour le 2D, ces dimensions sont équivalentes à 0.5 VER (Volume Élémentaire Représentatif) textile x 0.5 VER textile x demi-épaisseur plaque. En ce qui concerne l'UD, cela représente toute l'épaisseur de la plaque. La résolution est de 4 microns. La plage des porosités analysables selon leur diamètre équivalent est indiquée sur la figure 1.16. Un traitement d'images a permis de différencier les types de porosité. Pour le 2D, trois familles de porosité sont identifiables par tomographie : les porosités intratorons, les fissures de retrait, et les macropores. Pour l'UD, deux familles sont identifiées : les fissures de retrait et les macropores. Un exemple de résultat est illustré par les figures 1.17 (pour le 2D) et 1.18 (pour l'UD).

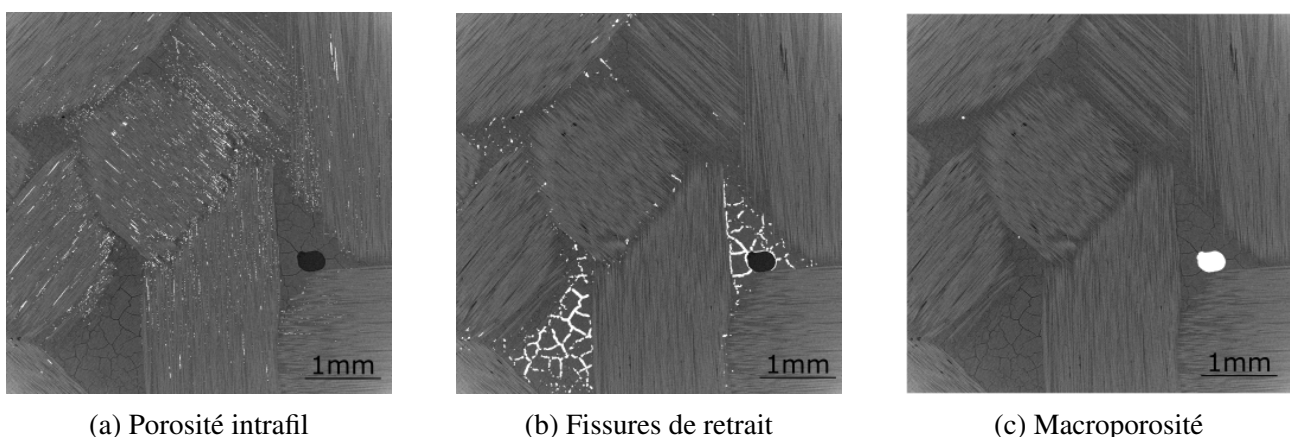


FIGURE 1.17 – Exemple de résultat du traitement d'images de tomographie pour le matériau 2D (coupe dans le plan du pli)

Pour le 2D, le traitement d'image suivant a été réalisé :

- Seuillage de l'image de façon à obtenir le même taux volumique de porosité que celui mesuré

par porosimétrie par intrusion de mercure, pour un diamètre équivalent supérieur ou égal à la résolution de l'image (figure 1.16). Cette image constitue l'image "initiale".

- Masque des torons : Les torons sont identifiés en calculant le tenseur de structure, qui permet d'obtenir les directions de l'image. La méthode a été développée dans le cadre de la thèse de Charron [Cha17]. Elle se base sur l'étude des gradients de niveau de gris dans un volume donné autour de chaque pixel.
- Masque des porosités intrafils : La multiplication de l'image initiale au masque des torons permet d'obtenir le masque des porosités intrafils.
- Masque des fissures de retrait : les fissures de retrait sont identifiées grâce à l'anisotropie de l'image, estimée à partir du tenseur de structure calculé. De part leurs géométries, les fissures de retrait génèrent une forte anisotropie locale de l'image, qui permettent d'en obtenir le masque.
- Masque des macropores : Les macropores sont finalement segmentés en soustrayant le masque des porosités intrafils et des fissures de retrait à l'image initiale.

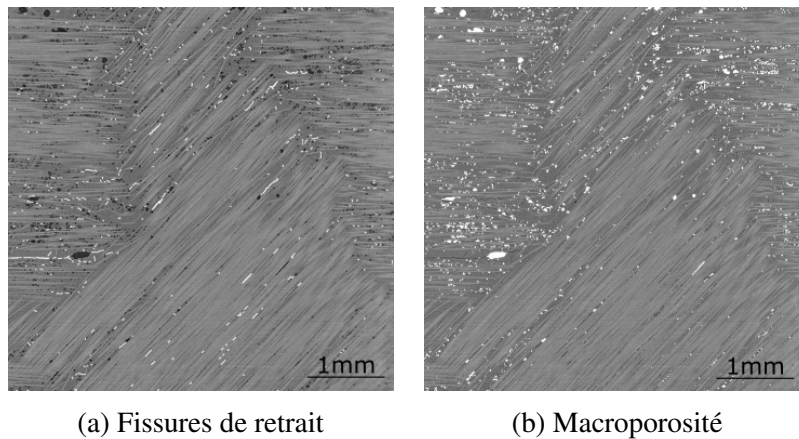


FIGURE 1.18 – Exemple de résultat du traitement d'images de tomographie pour le matériau UD (coupe dans le plan du pli ; plan 12)

La faible ouverture des fissures de retrait du matériau UD a nécessité un traitement d'image différent :

- Seuillage de l'image de façon à obtenir le même taux volumique de porosité que celui mesuré par porosimétrie par intrusion de mercure, pour un diamètre équivalent supérieur ou égal à la résolution de l'image (figure 1.16). Certaines fissures de retrait peuvent être "reliées" à des macropores. Pour différencier totalement les macropores des fissures, un filtre *watershed* est appliqué, permettant de séparer les amas. Les filtres évoqués ensuite sont tous appliqués sur l'image obtenue, qu'on appelle image initiale.
- Les fissures les plus ouvertes sont identifiées grâce à leur aspect géométrique particulier (circularité inférieure à 0.2, où la circularité est définie comme le ratio $4\pi \text{aire} / \text{périmètre}^2$).
- La plupart des fissures sont cependant plus difficilement détectables, car leur ouverture est proche de la résolution de l'image. Le recours au calcul de l'anisotropie de l'image, comme pour le matériau 2D, ne permet pas dans ce cas d'obtenir le masque des fissures de retrait. Ces dernières sont finalement identifiées en partant de l'hypothèse que leur ouverture ne dépasse pas 1 pixel. Il s'agit donc de multiplier l'image du contour des porosités à l'image initiale afin d'obtenir le masque des fissures de retrait.

- Les macropores sont finalement identifiés en soustrayant l'image segmentée de la totalité des fissures, à l'image segmentée la totalité des porosités (fissures+macropores).

Un calcul de direction identique à celui effectué pour le 2D est ensuite utilisé pour déterminer la position et l'orientation des plis. Finalement, les figures 1.19 et 1.20 illustrent la répartition des porosités en fonction de leur volume, respectivement pour le 2D et pour l'UD.

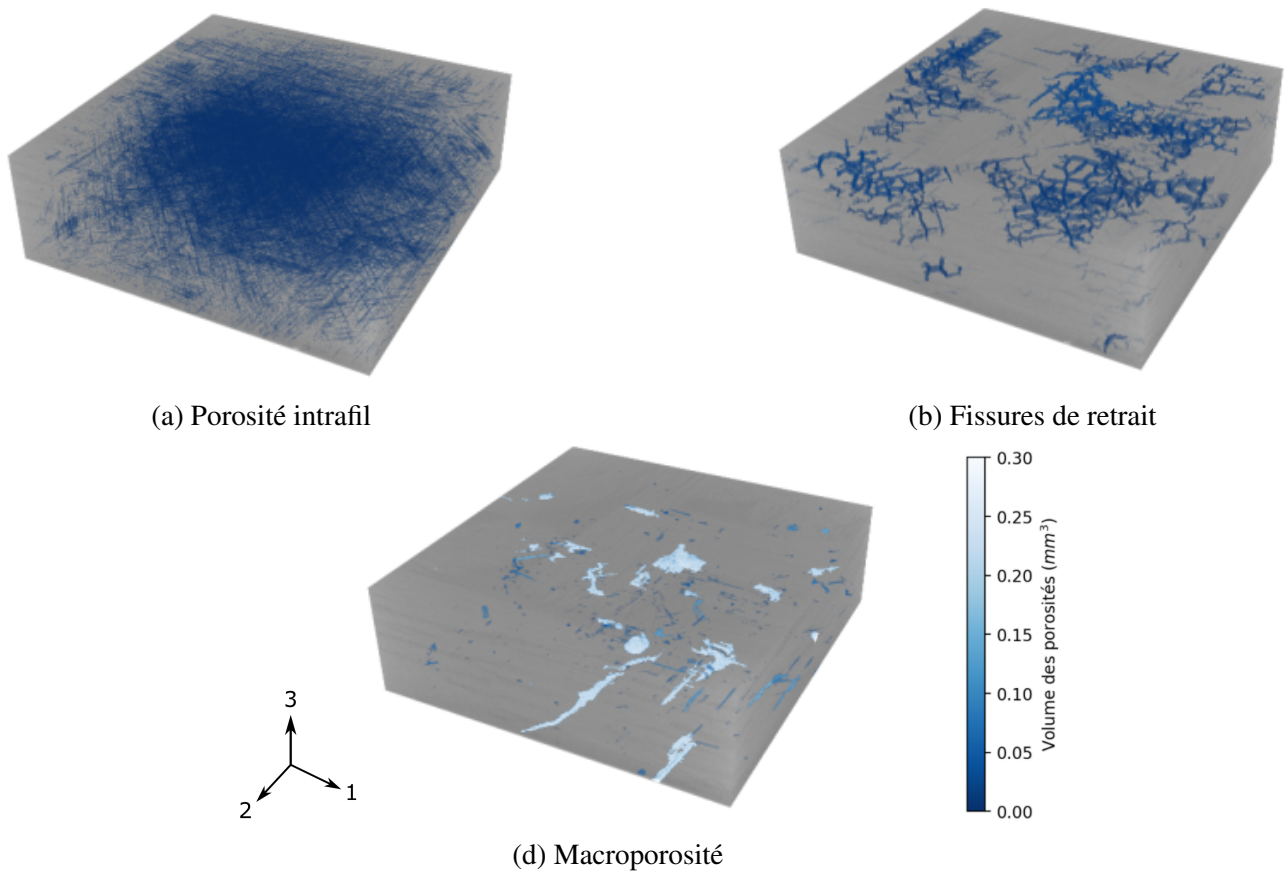


FIGURE 1.19 – Visualisation de la répartition des porosités dans le matériau 2D par traitement d'images issues de tomographie

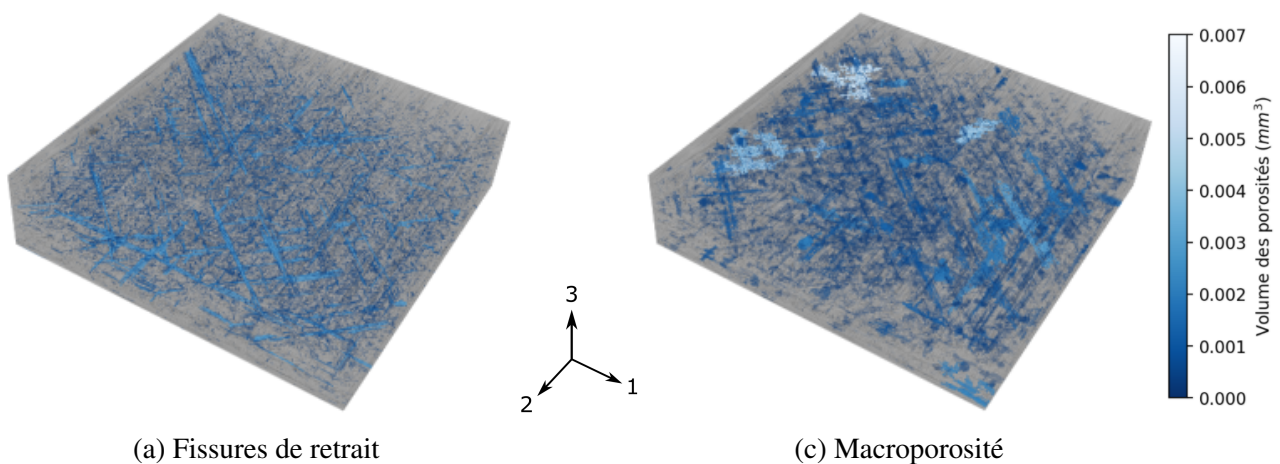


FIGURE 1.20 – Visualisation de la répartition des porosités dans le matériau UD par traitement d'images issues de tomographie

Le tableau 1.7 synthétise la quantification issue du traitement d’image. Dans le cas du 2D, la porosité est fortement localisée dans le torons, ce qui dépend du procédé de mise en oeuvre utilisé [Gue18]. Il est à noter que le matériau UD présente presque deux fois plus de macroporosité que le matériau 2D. Enfin, peu d’études issues de la littérature s’attachent à donner une description quantitative de la porosité des composites oxyde/oxyde. Le tableau 1.7 compare les résultats de la caractérisation morphologique avec différents matériaux : matériaux développés par Safran et l’IRT Saint Exupéry [Gue18], matériau COIC [Gow18], et enfin le matériau WHIPOX™ du DLR [Sch03]. Il est important de mettre en perspective ces comparaisons. Les résolutions d’images utilisées pour les matériaux étudiés (similaire à celle utilisée par [Gue18]) sont de 4 microns. En revanche, Gowayed et al. quantifient la porosité par traitement d’images issues d’observations au MEB dont la résolution n’est pas précisée, et Schmücker et al. ne précisent pas la technique de quantification.

Matériau	TVp totale	Intrafil	Macroporosité	Fissures de retrait
2D	2.9%	1.9%	0.2%	0.7%
UD	4.3%	-	3.6%	0.7%
Safran/IRT [Gue18]	[2.7%, 11.7%]	[0.3%, 3.5%]	[0.3%, 8.2%]	[<0.1%, 1.0%]
COIC [Gow18]	3.3%	1.3%		2.0%
WHIPOX™[Sch03]	[4.5%, 9.9%]	-	-	-

TABLE 1.7 – Quantification des taux volumiques de porosité en fonction de leur nature, par traitement d’images issues de tomographie X (résolution de 4 microns). Les taux volumiques indiqués sont rapportés au volume total du matériau.

Outre la quantification différenciée selon la nature des porosités, il est intéressant d’analyser la répartition de ces porosités dans le matériau. Les graphes de la figure 1.21 illustrent la localisation de la porosité dans l’épaisseur du matériau. Dans le cas du matériau 2D, on constate que la porosité intrafil et la macroporosité sont fortement localisées dans les 0.6 premiers millimètres de l’épaisseur, avant d’osciller autour d’un taux volumique de porosité relativement constant (pour la porosité intrafil) ou quasi-nul (pour les macropores). Cette localisation correspond aux trois premiers plis du stratifié environ. Pour l’UD, on remarque que la macroporosité n’est pas constante dans l’épaisseur, et oscille suivant une période proche de celle de l’épaisseur d’un pli (environ 0.2mm). En effet, la porosité est fortement localisée aux interfaces de plis, identifiés par les flèches sur le graphe 1.21 b. Ces observations sont également illustrées par la figure 1.22.

Enfin, le tableau 1.8 quantifie le taux de porosité contenu dans les torons (cas du 2D) ou dans les plis (cas de l’UD) selon leur orientation. On constate que la répartition des porosités intrafil ou intrapli est relativement homogène selon les orientations de plis. Le taux de macroporosité n’a cependant pas pu être identifié pour les deux plis extérieurs du stratifié UD (plis à 0°).

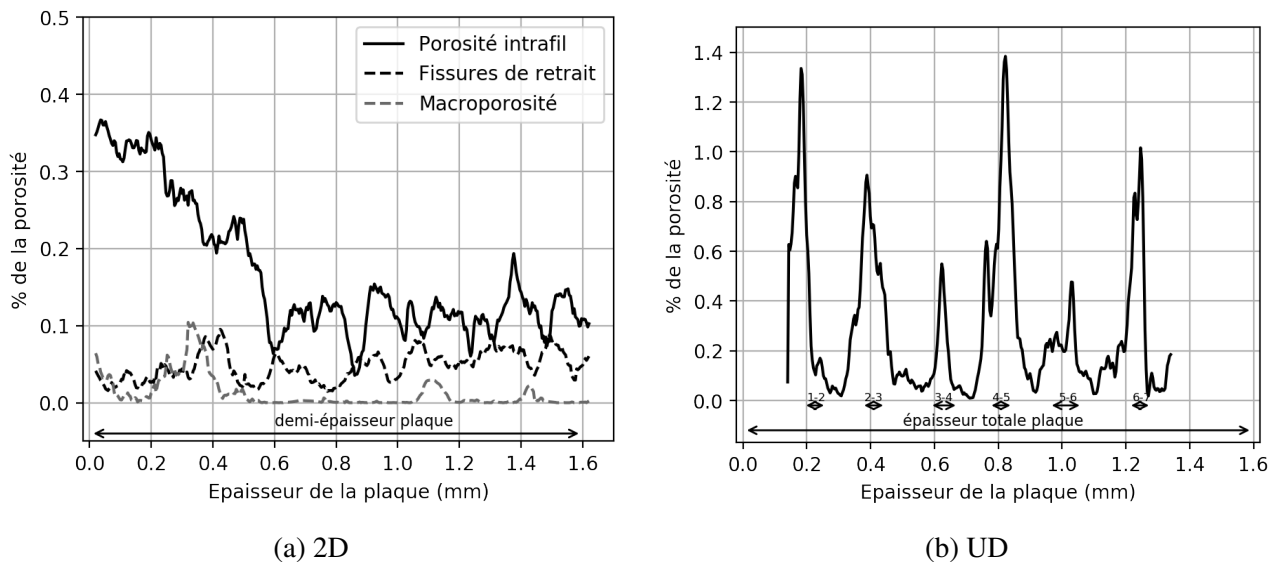


FIGURE 1.21 – Localisation de la porosité pour a) le matériau 2D et b) le matériau UD

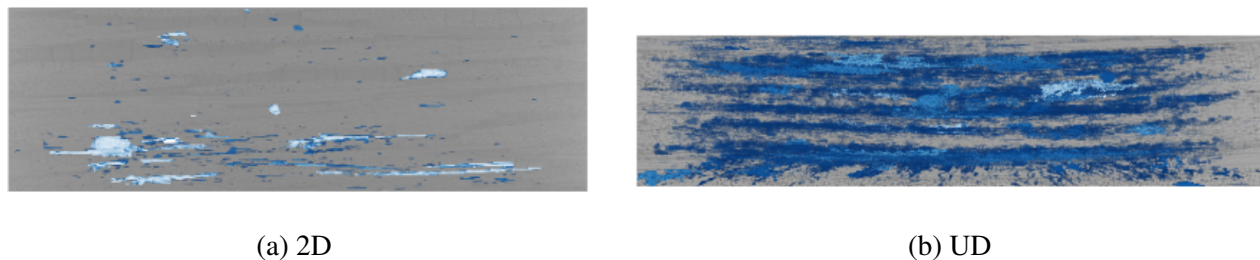


FIGURE 1.22 – Localisation des macropores dans l'épaisseur du volume analysé par traitement d'image

Matériau	Fils/Plis 0°	Fils/Plis 90°	Fils/Plis 45°	Fils/Plis -45°	Toutes directions
2D	1.9%	1.9%	1.9%	1.9%	1.9%
UD	-	4.3 %	4.1%	4.8%	4.3%

TABLE 1.8 – Taux volumique occupé par les porosités au sein des fils (pour le 2D) ou des plis (pour l'UD) selon leur orientation. Les taux volumiques sont rapportés au taux volumique occupé par les fils/plis d'intérêt.

Caractérisation des fissures de retrait par traitement d'image issues d'observations au MEB.

Les informations issues des tomographies sont principalement limitées par la résolution des images. En particulier, aucune quantification fiable des caractéristiques des fissures des retrait n'a pu être effectuée. Cette étude a donc été effectuée "manuellement" sur des images issues d'observations MEB. Les images 1.23 et 1.24 illustrent des exemples de micrographie pour les deux matériaux. Les observations d'images de tomographie et sous MEB conduisent à proposer une schématisation simplifiée de l'organisation des fissures de retrait dans les matériaux (figure 1.25). Deux types de fissures sont observées : les fissures "dans le plan 23", considérées comme perpendiculaires au plan 23 et traversant la longueur de la plaque dans le sens 1, et les fissures "dans le plan 13", considérées comme perpendiculaires au plan 13 et traversant la longueur de la plaque dans le sens 2.

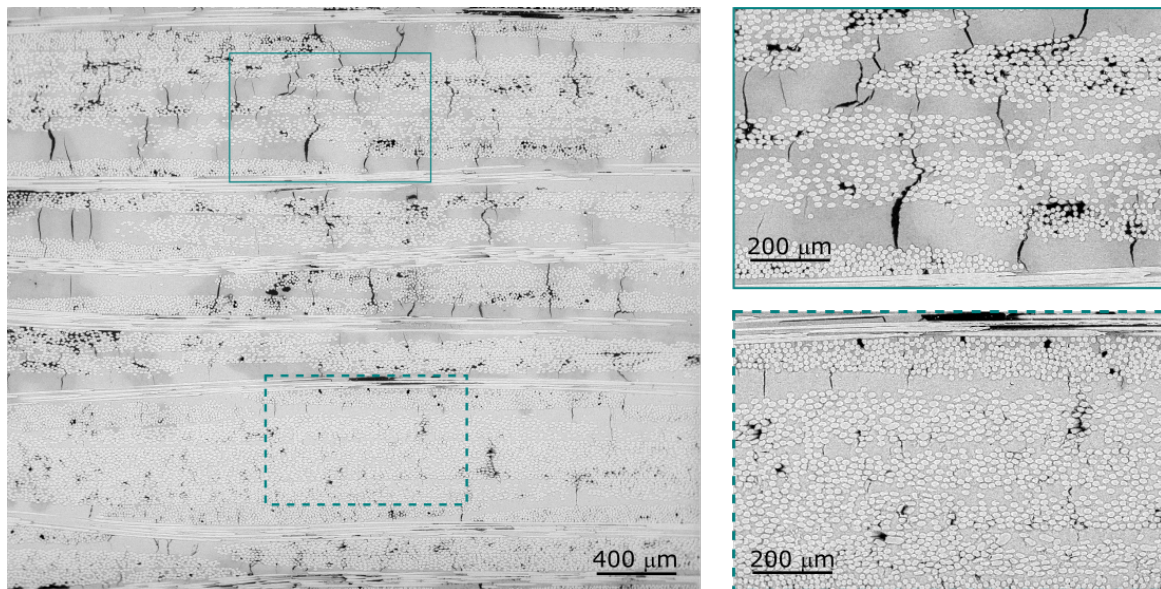


FIGURE 1.23 – Observation de la microstructure du matériau 2D sous MEB

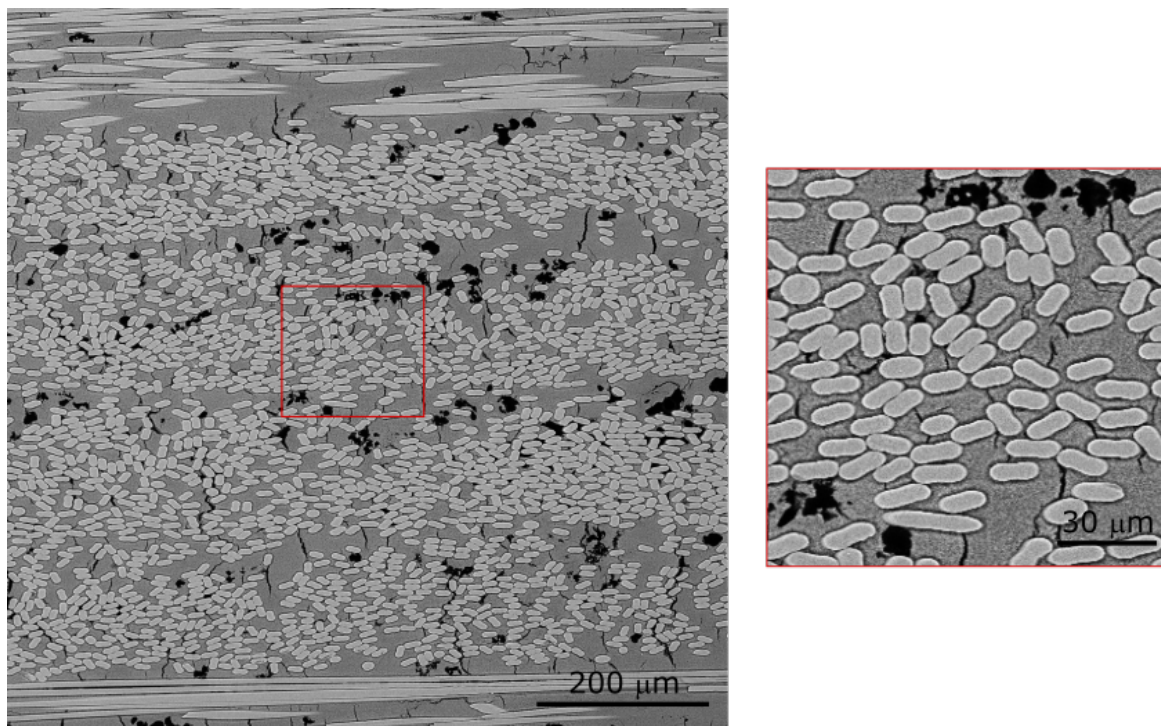


FIGURE 1.24 – Observation de la microstructure du matériau UD sous MEB

La figure 1.26 présente les caractéristiques des fissures de retrait dans le plan 23 pour les deux matériaux étudiés : longueur, et orientation par rapport à l'axe perpendiculaire au plan des plis. Pour le 2D, 250 fissures ont été répertoriées et analysées, contre 620 pour l'UD. La figure 1.26 illustre les caractéristiques globales des fissures dans toute l'épaisseur du matériau. La morphologie des fissures est très différente entre les deux matériaux. Pour le 2D, les fissures sont toutes orientées quasi-verticalement par rapport aux plis, mais la longueur des fissures varie selon leur position dans la stratification, comme évoqué précédemment. Le barycentre des points de mesure se situe à une longueur d'environ 71 microns et une orientation de 84° . Pour l'UD, la tendance est inverse. Peu de variation sont notées quant à la longueur des fissures de retrait, tandis qu'il existe une certaine variation dans

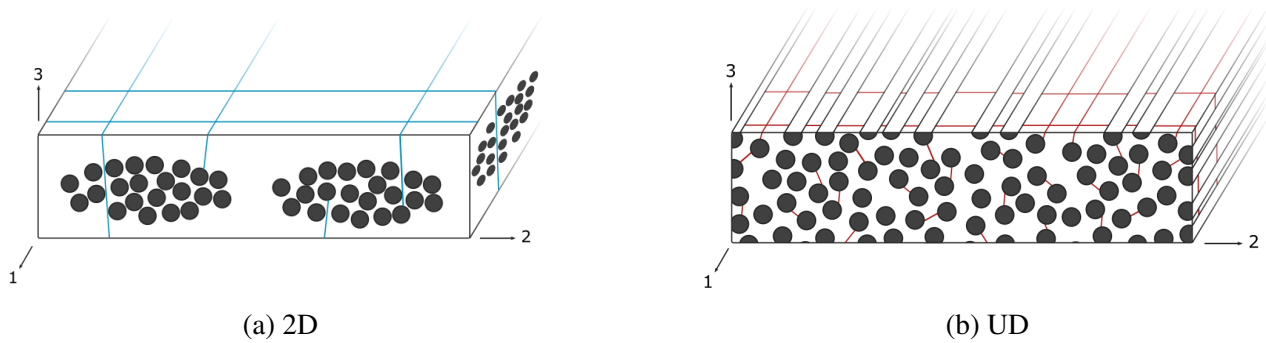


FIGURE 1.25 – Représentation schématique des fissures de retrait pour les deux matériaux étudiés

leur orientation. Le barycentre des points de mesure se situe à une longueur d'environ 2.9 microns et une orientation de 69° . Il est à noter que les longueurs de fissures de retrait sont environ 20 fois supérieures pour le 2D par rapport à l'UD. Les images de tomographie et d'observation sous MEB montrent également que les fissures dans le matériau UD sont moins ouvertes et moins facilement observables. Outre les fissures, les clichés MEB montrent une section de fibre atypique pour l'UD, à géométrie ovoïdale. Cet aspect est attribué au titrage des fils [Pri20].

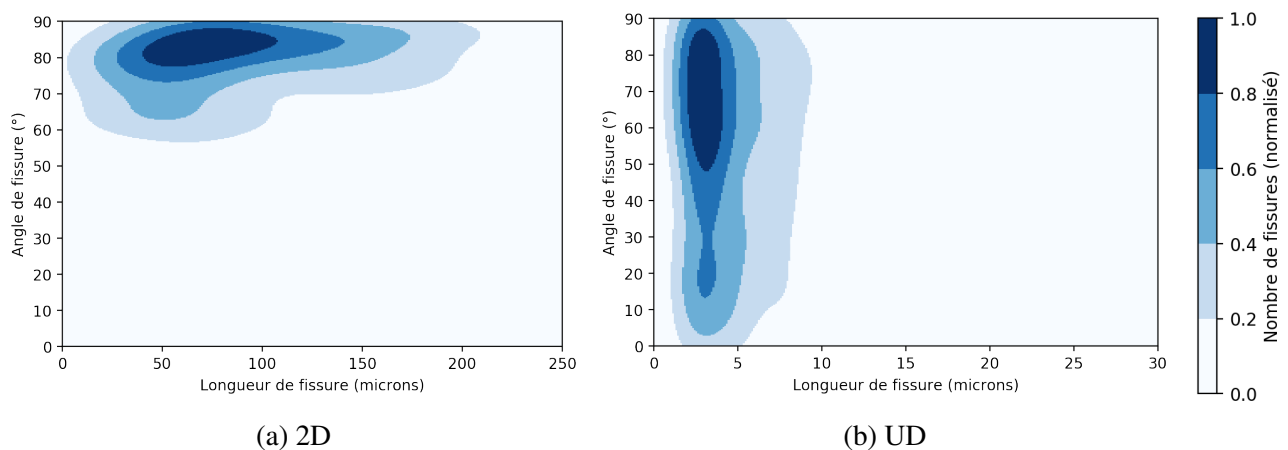


FIGURE 1.26 – Caractéristiques des fissures de retrait présentes dans les matériaux étudiés (longueur et orientation dans le plan 23 de la figure 1.25)

Pour conclure, la nature des différents constituants ainsi que les taux volumiques associés ont été quantifiés pour les deux matériaux. La différence dans l'organisation de la macroporosité et des fissures de retrait, en particulier, a été décrite. L'analyse morphologique des deux matériaux permet de donner tous les éléments nécessaires pour aborder l'étude expérimentale de l'endommagement.

3.3 Méthodes expérimentales pour l'analyse de l'endommagement

L'objectif de ce paragraphe est d'aborder les techniques d'essais et d'instrumentation parmi les plus courantes pour caractériser l'endommagement des CMC, tout en discutant de leur pertinence et leurs limites dans le cas des composites oxyde/oxyde. Certaines quantités mécaniques seront également définies.

Quantités mécaniques clés. La figure 1.27 propose une illustration des propriétés mécaniques classiquement extraites d'une courbe contrainte-déformation lors d'un essai de traction. Le module

de Young E_0 est le module élastique du matériau. Il correspond à la partie linéaire du début de courbe. Dans certains cas, il est difficile de distinguer une partie réellement linéaire. Ceci est particulièrement vrai pour le matériau UD étudié. Il est alors nécessaire de fixer une convention pour estimer ce module (par exemple à un niveau de déformation donné). Nous fixerons ce niveau de déformation à 0.015%. La contrainte à laquelle cette linéarité disparaît est appelée σ_{el} . Elle correspond au début de l'endommagement. Dès lors, deux modules peuvent être calculés pour quantifier l'état d'endommagement du matériau : le module sécant E_{sec} , et le module tangent E_{tan} . Le module sécant est le rapport contrainte/déformation en tout point de la courbe, et permet d'estimer de manière assez fiable le module "vrai" E du matériau à un état de chargement donné, lorsque les déformations résiduelles sont faibles (ce qui est le cas des composites oxyde/oxyde). En revanche, le module tangent permet de mieux représenter les évolutions de non linéarités dans la courbe contrainte déformation, pour identifier les différents seuils d'endommagement. Les cycles charge/décharge permettent de définir d'autres quantités mécaniques en particulier les modules de recharge E_r et de décharge E_d dus aux boucles d'hystérésis. Celles-ci sont attribuées à plusieurs phénomènes : viscosité de la matrice (cas des CMO), frottement entres constituants, refermeture des fissures. Enfin, l'amplitude des déformations résiduelles ε_{res} permettent d'estimer l'état d'endommagement irréversible du matériau.

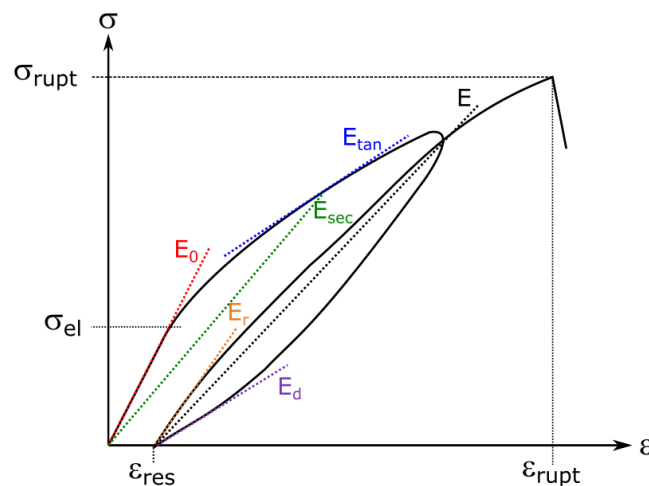


FIGURE 1.27 – Propriétés mécaniques extraites à partir d'une courbe de contrainte-déformation en traction

Champs de déplacements et de déformations par corrélation d'image. La mesure classique des déformations par extensomètre ou jauge de déformation est limitée par le nombre de points de mesure ainsi que les directions de mesure. Le développement de la technique de corrélation d'images numériques (CIN) est un outil précieux pour évaluer l'amplitude des déformations en tout point d'une surface, et dans toutes les directions du plan. Cette technique a permis la compréhension des champs de déformations en lien avec l'architecture textile complexe de CMC [Leg18]. La détection de discontinuités dans les champs de déplacement est également intéressante pour évaluer l'état d'endommagement en bord de concentration de contraintes [Pie07]. L'élargissement de la technique à la mesure des déformations dans le volume dans le cas d'essais in-situ sous tomographe permet d'identifier les réseaux de fissures à différents états d'endommagement [Pir21].

Instrumentation permettant de suivre l'endommagement en temps réel. L'émission acoustique (EA) est une méthode instrumentale couramment utilisée pour toutes les familles de composites.

Elle repose sur le postulat que l'énergie libérée par une création de fissure génère une onde élastique qui se propage dans le matériau. Le nombre de signaux ou l'énergie cumulée des ondes captées par des capteurs piézoélectriques permet de renseigner sur l'état d'endommagement du matériau. L'émission acoustique présente l'avantage de détecter des endommagements dans tout le volume du matériau, et de les localiser. De plus, l'analyse de la signature acoustique permet d'associer un signal donné à un groupe de modes d'endommagement (figure 1.28). Cette technique a déjà été utilisée pour proposer des scénarios d'endommagement dans les composites oxyde/oxyde [Kos03; Gue18]. Cependant, la microporosité matricielle a tendance à atténuer les signaux acoustiques, qui peuvent devenir difficilement détectables [Kay07]. Ce phénomène explique que lors d'une sollicitation en traction, peu de signaux acoustiques sont détectés en début d'essai, malgré la dégradation du module [Gue18]. La résistivité électrique est également une méthode simple permettant de suivre l'endommagement en temps réel de certains CMC. La résistivité est mesurée en injectant un courant dans le matériau. La variation de cette résistivité permet d'associer un état d'endommagement du matériau, qui dépend de la conductivité des différents constituants [Sim17]. Les constituants des composites oxyde/oxyde étant des isolants électriques, cette méthode n'est pas adaptée aux matériaux d'intérêt. La thermographie infrarouge est intéressante pour évaluer la distribution des déformations inélastiques en présence de concentrations de contraintes [Zok01]. Cette technique a été utilisée pour d'autres CMC afin d'évaluer l'évolution de la conductivité thermique du matériau, qui peut être reliée à l'état d'endommagement [Cam16]. Elle nécessite d'étudier la réponse du matériau sous charge à une excitation thermique, l'auto-échauffement du matériau ou aux frictions internes n'étant pas suffisant pour les composites oxyde/oxyde [BR14]. Enfin, l'évaluation du tenseur de rigidité par mesures ultrasonores permet d'évaluer l'endommagement du matériau dans toutes les directions [Gri13].

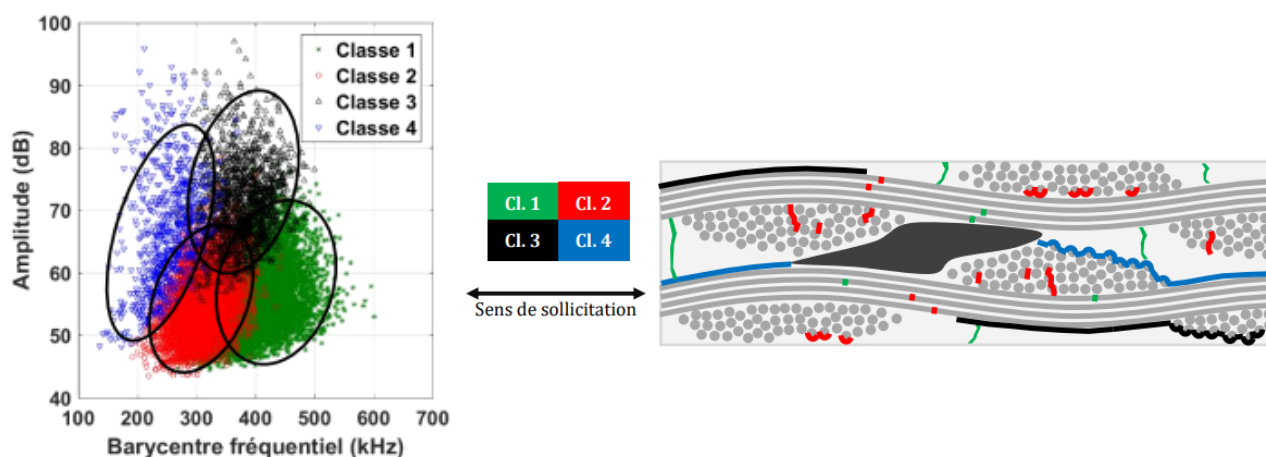


FIGURE 1.28 – Labellisation EA [Gue18] : attribution des signaux d'émission acoustique à des mécanismes d'endommagement en fonction des signatures acoustiques

Observations et essais in-situ. L'observation d'endommagement in-situ est une méthode intéressante permettant d'identifier des modes d'endommagement et mesurer des cinétiques de fissuration. Plusieurs échelles sont à distinguer. L'observation par microscopie optique sur la tranche d'une éprouvette sous charge permet de quantifier les densités de fissures transverses et de micro délaminages dans une éprouvette macroscopique en CMO [Huc05]. La méthode ne permet cependant pas d'observer les endommagements aux échelles fibre/matrice. Le recours à des observations sous MEB peut être intéressante dans ce cas, afin d'observer des endommagements à l'échelle du micron,

voire submicronique. La meilleure profondeur de champs sous MEB est également un avantage par rapport à l'optique. L'observation de micro endommagements matriciels dans le cas des composites oxyde/oxyde reste un challenge [BR14 ; Gue18]. De plus, la platine de traction doit respecter l'encombrement dans la chambre du MEB, ce qui implique une taille d'éprouvette réduite, parfois inférieure à la taille du VER. La question de la représentativité des endommagements en jeu se pose alors, en particulier dans les matériaux tissés. Dans les deux cas (optique ou MEB), les observations sont surfaciques et ne garantissent pas la représentation d'un endommagement volumique. Dans ce contexte, le recours aux essais in-situ sous tomographe sont intéressants. Ce type d'essai a permis d'alimenter le scénario d'endommagement proposé par Guel [Gue18], et d'analyser les différences d'endommagements à température ambiante et à 1100°C en flexion [Pir21] (figure 1.29). Ces essais sont cependant complexes et couteux.

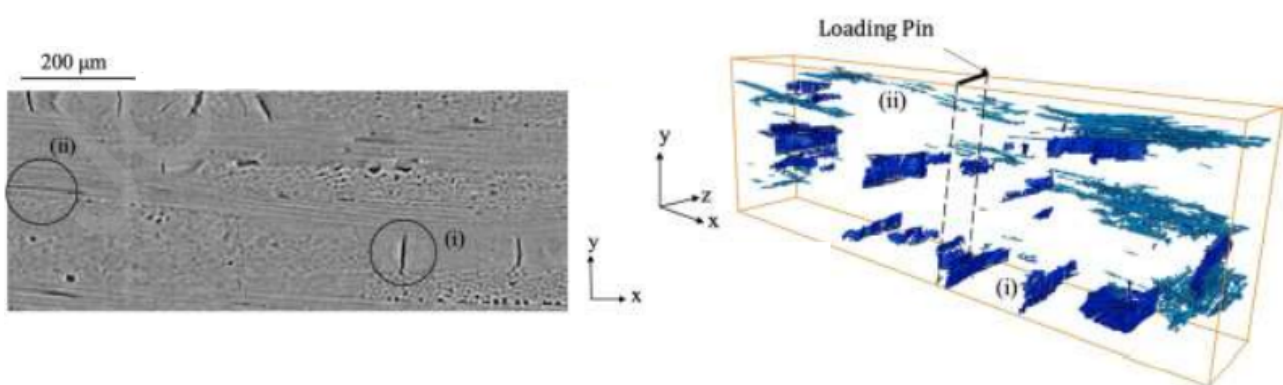


FIGURE 1.29 – Localisation des fissures dans un composite oxyde/oxyde sollicité en flexion à 1100°C, par essai in situ sous tomographe (i. fissures de retrait, ii. fissures liées à l'endommagement) [Pir21] : a. Par observation, b. Par calcul de corrélation d'images volumique

Observations post-mortem. Finalement, l'observation post-mortem reste un moyen simple et peu couteux d'analyser la nature de la rupture, et identifier visuellement les différents mécanismes d'endommagement dans le volume. L'observation sous MEB d'échantillons sollicités jusqu'à une charge donnée a entre autres permis d'établir le scénario d'endommagement de Ben Ramdane [BR14]. La technique est cependant limitée par deux points majeurs. Tout d'abord, elle nécessite la découpe d'échantillon et est donc destructive. Deuxièmement, elle implique l'observation d'un échantillon déchargé mécaniquement, et potentiellement la refermeture totale des fissures. Ce dernier inconvénient est d'autant plus marqué dans le cas des composites oxyde/oxyde puisque le matériau est multi-fissuré à l'état initial, et la distinction entre fissures liées au procédé et fissures liées à l'endommagement n'est pas évidente.

Choix des moyens expérimentaux. Différents types d'instrumentations et d'essais ont été abordés. Leur pertinence dans le cas des composites oxyde/oxyde a été discutée. Pour notre étude, nous concentrerons notre analyse expérimentale sur des essais dits macroscopiques, plus simplement réalisables, afin de limiter les problématiques liées à la représentativité des essais. Les informations tirées de l'évolution des différents modules, de l'activité acoustique, et les observations post-mortem apparaissent assez riches pour identifier et comparer les cinétiques d'endommagement des deux matériaux. En complément de ces données, les déformations sur la tranche de l'éprouvette seront mesurées par corrélation d'image. Cette instrumentation complètera les méthodes d'instrumentation des

oxyde/oxyde proposées à ce jour dans la littérature, et pourra renseigner sur les cinétiques de délaminage et de foisonnement des éprouvettes (cf. figure 1.9 b). Finalement, des observations in-situ au microscope optique et sous MEB seront effectuées afin de confirmer les analyses.

4. Bilan

Le comportement mécanique macroscopique des composites oxyde/oxyde est aujourd'hui bien appréhendé. Le rôle de tous les constituants et leur interaction, dans diverses sollicitations, sont de mieux en mieux compris. Différents types de modèles (élastoplastiques ou élastiques endommageables) permettent une bonne prédiction du comportement mécanique. Toutefois, l'identification des paramètres des modèles requiert la réalisation de nouveaux essais pour chaque modification dans la stratification ou dans la microstructure des matériaux. Les modèles restent majoritairement phénoménologiques et macroscopiques. Il est pourtant observé que la variation de la microstructure est importante d'un procédé de mise en oeuvre à l'autre, ou lorsque la nature des constituants change. Cette microstructure devient radicalement différente lorsque l'architecture textile est modifiée, comme cela a été montré pour les deux matériaux d'étude. Le lien direct entre microstructure et prévision du comportement mécanique est pourtant avantageux pour l'optimisation de la mise en oeuvre et des méthodes de conception.

L'étude bibliographique proposée a donc permis d'identifier deux pistes d'étude. La première porte sur l'étude d'un matériau UD à l'architecture textile innovante. La seconde s'intéresse à la prévision du comportement mécanique à l'échelle du pli élémentaire, en mettant la microstructure au coeur de la stratégie de modélisation. Avant toute étape de modélisation, une étude expérimentale est nécessaire pour identifier les mécanismes d'endommagement. Les techniques expérimentales employables lors d'essais macroscopiques standards sont adaptées pour cet objectif.

Chapitre 2

CARACTÉRISATION EXPÉRIMENTALE DE L'ENDOMMAGEMENT

Sommaire

1	Propriétés mécaniques	38
1.1	Essais réalisés	38
1.2	Comportement mécanique	41
1.3	Activité acoustique	46
1.4	Etude des déformations hors plan	48
2	Observations des endommagements	57
2.1	Observations post-mortem	57
2.2	Observations in-situ par microscopie optique	60
2.3	Observations in-situ sous MEB	67
3	Synthèse de l'étude expérimentale	74
3.1	Scénario d'endommagement du matériau 2D	74
3.2	Scénario d'endommagement du matériau UD	76
4	Bilan	79

Nous étudierons dans ce chapitre l'endommagement en traction de deux matériaux oxyde/oxyde. Après avoir présenté les essais réalisés en détaillant l'instrumentation associée, nous nous baserons sur l'évolution du module tangent pour définir l'existence de différents stades d'endommagement. L'activité acoustique ainsi que l'évolution des déformations hors plan seront analysées conjointement à ces domaines d'endommagement. Nous compléterons ensuite les hypothèses avancées par l'observation post-mortem puis in-situ des endommagements. Les informations issues de cette campagne d'essais seront finalement synthétisées à travers la proposition d'un scénario d'endommagement pour chacun des deux matériaux.

1. Propriétés mécaniques

1.1 Essais réalisés

Deux types d'essais de traction ont été réalisés : des essais de traction standards, dits macroscopiques, et des essais de traction in-situ sous MEB. Pour les essais macroscopiques, des essais monotones jusqu'à rupture, cyclés jusqu'à rupture, et avec paliers pour observation in-situ au microscope optique ont été effectués. Ce paragraphe détaille la méthode et l'instrumentation mises en place pour les différents essais. Par la suite, le "sens X" fera référence à l'axe de chargement des éprouvettes, tandis que le "sens Z", ou hors plan, fera référence à l'axe perpendiculaire au plan des plis (épaisseur du matériau).

Essais macroscopiques : instrumentation générale. Les essais macroscopiques ont été effectués sur des éprouvettes haltères de 150mm de longueur totale, dont 40mm de zone utile. Avant essai, des talons en aluminium de 2mm d'épaisseur sont collés sur la zone de serrage des mors, au moyen d'une résine époxy polymérisée à 65°C pendant 3.5h. Une photographie de l'instrumentation d'un essai de traction ainsi qu'un schéma des dimensions des éprouvettes testées sont présentés en figure 2.1.

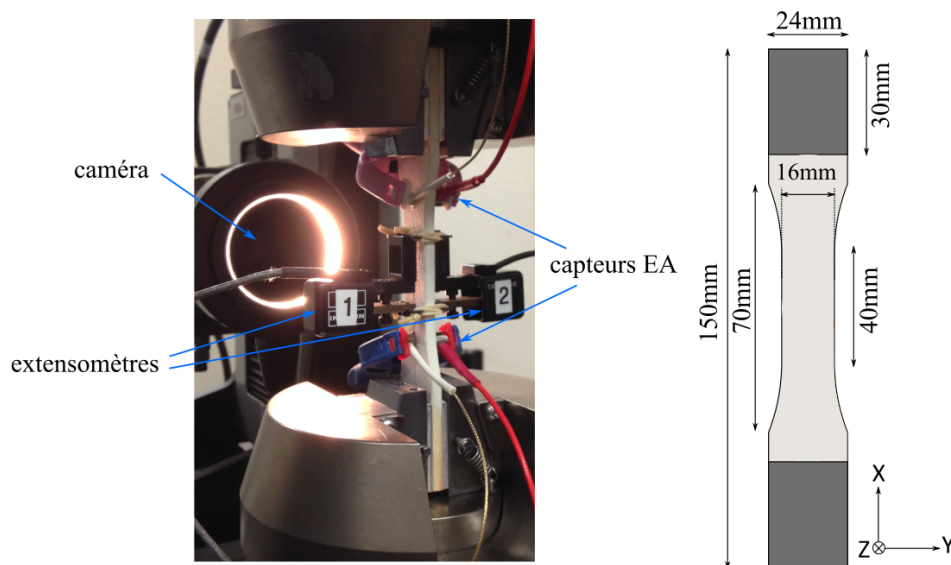


FIGURE 2.1 – Instrumentation des essais de traction réalisés, et dimensions des éprouvettes

La machine de traction utilisée est un système électromécanique Instron 4505. Les essais ont été réalisés avec un déplacement imposé de 0.05 mm/min. Une pression de serrage comprise entre 80 et 100 bars est appliquée sur l'éprouvette dans les mors. Pour tous les essais, deux extensomètres à couteaux de longueur 25mm sont disposés de part et d'autre de l'éprouvette sur les faces, centrés dans la longueur. La dissymétrie éventuelle entre les deux mesures permet entre autre de contrôler un décalage entre l'axe de charge et l'axe de l'éprouvette.

Deux capteurs piézoélectriques Nano30 (Mistras™) sont également placés sur une face de l'éprouvette avec des pinces. Ces capteurs permettant d'étudier l'activité acoustique sont distants de 50mm, c'est à dire une distance légèrement supérieure à la longueur utile. Le couplage au matériau est assuré au moyen d'une graisse à vide. Les capteurs sont reliés à un préamplificateur de gain 40 dB, puis à un système d'acquisition permettant la numérisation des signaux détectés. Le seuil d'acquisition a été

fixé à 40 dB. La vitesse des ondes, calculée par cassés de mines sur barreau, a été évaluée à 3570 m/s pour les deux matériaux 2D et UD. Enfin, les valeurs des paramètres PDT (*Peak Definition Time*), HDT (*Hit Definition Time*), et HLT (*Hit Lockout Time*) ont été fixées à 25, 50, et 1000 μs [Gue18]. Pour finir, une caméra numérique est placée de façon à observer la tranche de la zone utile de l'éprouvette sur toute l'épaisseur (sens Z) et sur 5 à 7mm de longueur environ (sens X). Un mouchetis noir est préalablement appliqué pour le calcul de corrélation d'images numériques (CIN), effectué avec le logiciel CorreliQ4TM développé par le LMT. Le traitement des données est ensuite effectué sous Python. Ce dispositif permet de mesurer en particulier les champs de déformations hors plan d'ouverture ε_{zz} et de cisaillement ε_{xz} .

Essais macroscopiques : observations in-situ au microscope optique. Certains essais ont été réalisés en positionnant un microscope optique de la marque Keyence de façon à observer les endommagements sur la tranche de l'éprouvette, sous charge. Pour ces essais, des éprouvettes barreaux sont utilisées, de façon à pouvoir préalablement polir les surfaces d'observation. Pour permettre un polissage aussi plan que possible, les éprouvettes sont préalablement enrobées dans la résine époxy dissolvable KM-back (PresiTM). Elles sont ensuite polies sur papiers SiC jusqu'à une rugosité de surface de 3 microns, puis la résine est dissoute dans l'acétone durant 24h. Des analyses préalables ont permis de confirmer par EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*) une présence négligeable de carbone dans le matériau, validant la dissolution totale de la résine au sein des différents réseaux de porosité. Un zoom x150 a été utilisé pour l'observation. Toute la longueur de l'éprouvette a été observée en 6 cartographies (figure 2.2), au sein desquelles les images sont automatiquement assemblées par le logiciel d'acquisition. Les paliers ont été effectués à déformation appliquée constante, une précharge étant préalablement effectuée de façon à pré-endommager le matériau et limiter les phénomènes de relaxation (figure 2.3). Après le début d'un palier, l'acquisition débute lorsque l'activité acoustique se stabilise.

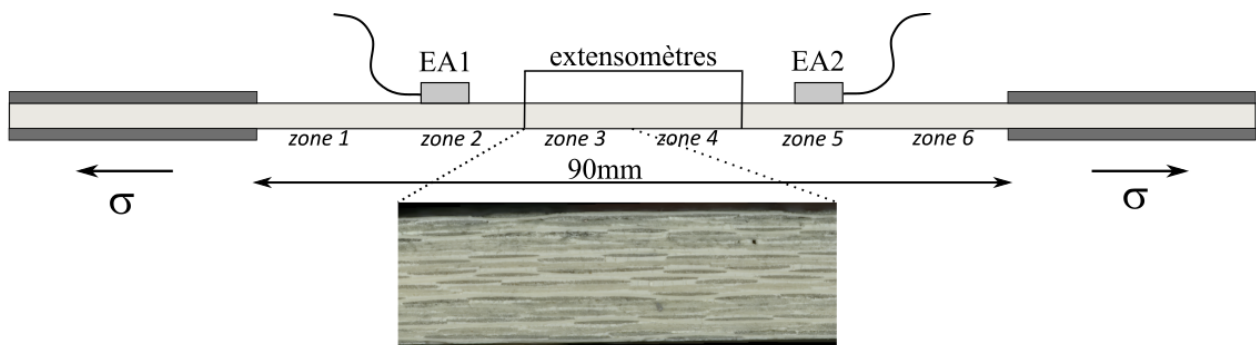


FIGURE 2.2 – Illustration des zones cartographiées lors des essais avec observations in-situ par microscopie optique

Essais in-situ sous MEB. Afin d'observer les mécanismes d'endommagement à l'échelle micro, des essais de traction in-situ sous MEB (*Microscope Électronique à Balayage*) ont été réalisés en utilisant une platine de traction MT5000 (DebenTM) et un MEB Quanta 450 FEG. Les observations ont été effectuées en mode environnemental sous une pression de vapeur d'eau de 140Pa, afin d'éviter les phénomènes de chargement électronique et permettre une qualité d'image correcte sur un matériau isolant tel que l'alumine. La tension du faisceau d'électrons est de 20kV. Deux types d'acquisition d'image ont été effectués : en émission secondaire et en émission rétrodiffusée. L'analyse a toutefois

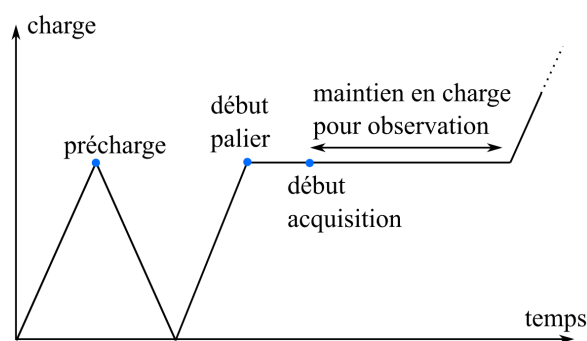
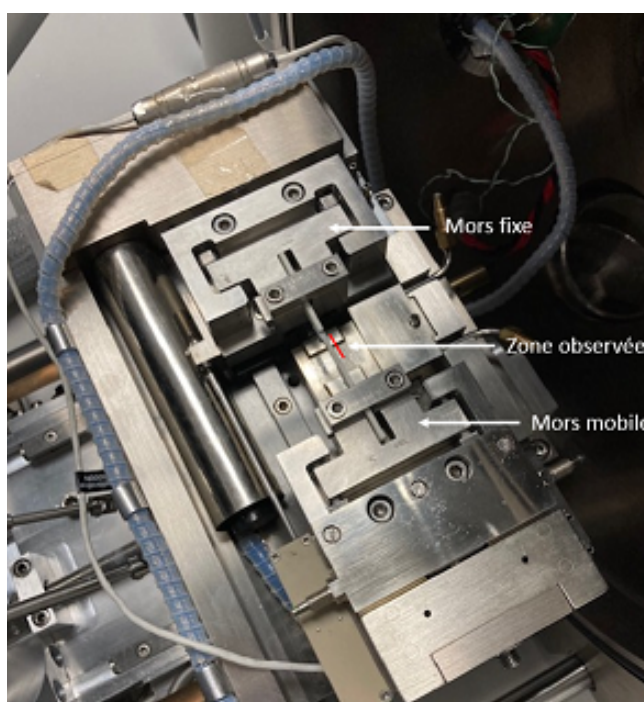
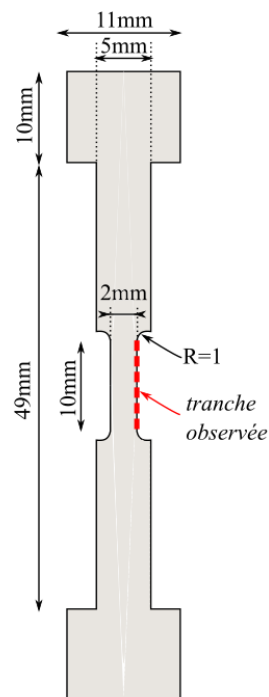


FIGURE 2.3 – Illustration des montées en charge pour les essais avec observations in-situ

majoritairement porté sur les cartographies en émission secondaire, qui permettent de visualiser les variations de topologie sur la surface observée, et ainsi mieux identifier les fissures. La vitesse de déplacement imposé a été fixée à 0.02 mm/min pour ces essais. Des cycles charge-décharge sont effectués avant chaque palier pour observation, de façon similaire aux essais macroscopiques avec observation au microscope optique. L'observation est réalisée sur la tranche, avec un prépolissage manuel. Pour les éprouvettes UD, des talons ont été collés dans la zone d'ancrage de l'éprouvette dans les mors. La figure 2.4 illustre le montage d'une éprouvette sur la platine de traction, et les dimensions des éprouvettes utilisées. La longueur totale d'observation est de 10mm. Le nombre de paliers de charge, les zones balayées, et la résolution des images seront précisés dans le paragraphe 2.3 au cas par cas.



(a) Photographie du montage d'une éprouvette



(b) Dimensions d'éprouvettes

FIGURE 2.4 – Montage et géométrie des essais in-situ réalisés sous MEB

Plaques étudiées et propriétés mécaniques. Le tableau 2.1 résume les propriétés mécaniques principales obtenues lors des essais, selon la stratification 2D ou UD et les plaques de fabrication. Pour le matériau 2D, les essais in-situ sous MEB ont été effectués sur une stratification $[0]_{16}$, et non sur la stratification quasi-iso d'intérêt.

Plaque	Essais	TVf %	TVporo %	TV μ %	E GPa	σ_c MPa	ϵ_c %
4005 (2D)	1 x cyclé 1 x obs. MO	42.0	22.1	31.0	81.0	148.4	0.23
4000 (2D)*	2 x MEB	-	-	-	-	-	-
	1 x monotone						
1147 (UD)	1 x cyclé 1 x arrêté** 1 x obs. MO	44.8	26.9	40.6	100.0	155.5	0.27
1201 (UD)	2 x cyclés 2 x MEB	51.7	19.1	37.4	131.2	169.6	0.26

* Les essais sous MEB ont été effectués sur stratification $[0]_{16}$

** Essai arrêté avant rupture pour observation des endommagements sous MEB

TABLE 2.1 – Synthèse des essais effectués et des propriétés mécaniques obtenues (module de Young, contrainte à rupture, et déformation à rupture)

Pour un taux volumique de fibre donné, les modules de Young sont supérieurs pour le matériau UD par rapport au matériau 2D. Ce résultat, également observé dans les CMO, est souvent attribué à l'ondulation des fibres dans le matériau tissé, pour lequel les fibres ne sont pas totalement chargées dans leur axe. Par comparaison des éprouvettes 4005 (2D) et 1147 (UD), on observe un module inférieur d'environ 20% pour le 2D, mais des niveaux de contrainte à rupture comparables. En ce qui concerne la comparaison des deux matériaux UD (plaques 1147 et 1201), on peut expliquer l'écart important d'environ 30% des modules par i) la différence de taux volumique de fibre et ii) la différence de microporosité matricielle (donc de module de la matrice). La différence de module de matrice entre les deux plaques UD semble cependant avoir un effet limité sur les propriétés à rupture, puisqu'on observe une déformation à rupture similaire (dans la dispersion des mesures), et des différences de contrainte à rupture qui peuvent s'expliquer par la différence de taux volumique de fibre.

La comparaison des propriétés mécaniques obtenues lors des essais soulève déjà certaines similitudes et différences entre les matériaux 2D et UD, et entre les deux plaques UD testées. Nous poursuivons en tentant de fournir une comparaison des cinétiques d'endommagement de ces matériaux par l'analyse des courbes contrainte-déformation, l'activité acoustique, et l'étude des déformations hors plan.

1.2 Comportement mécanique

Evolution contrainte-déformation. La figure 2.5 présente les courbes contrainte-déformation pour les essais effectués sans palier de charge. Les boucles d'hystérésis des essais cyclés ont été retirées pour une meilleure lisibilité. On remarque une forte inflexion des courbes contrainte-déformation du matériau UD entre environ 0.02% et 0.06% de déformation, démontrant le comportement endommageable. Cette observation est d'autant plus marquée pour l'essai sur plaque 1201 (UD), pour lequel

le module est plus élevé. Au contraire, le matériau 2D semble caractérisé par un comportement plus linéaire.

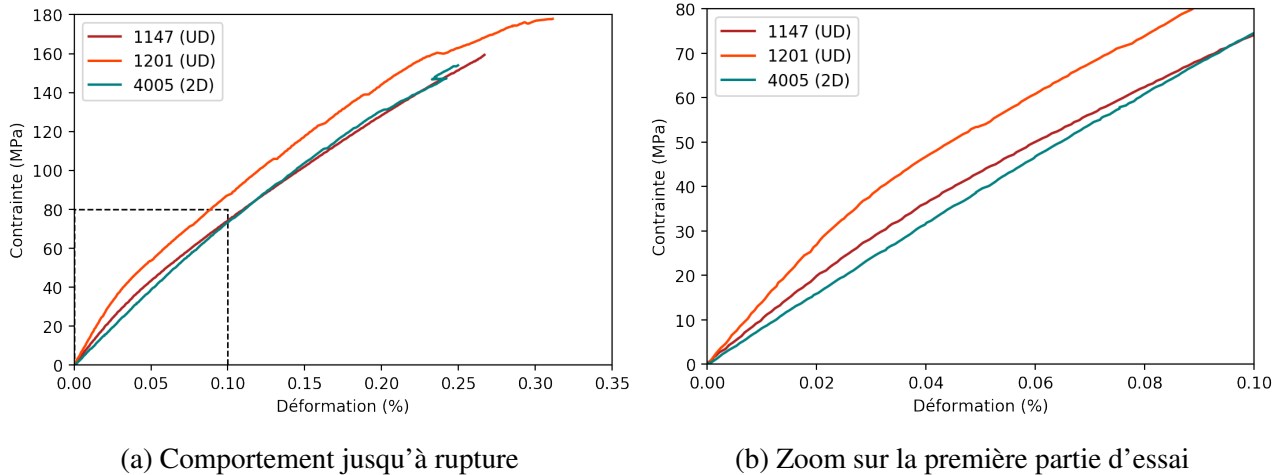
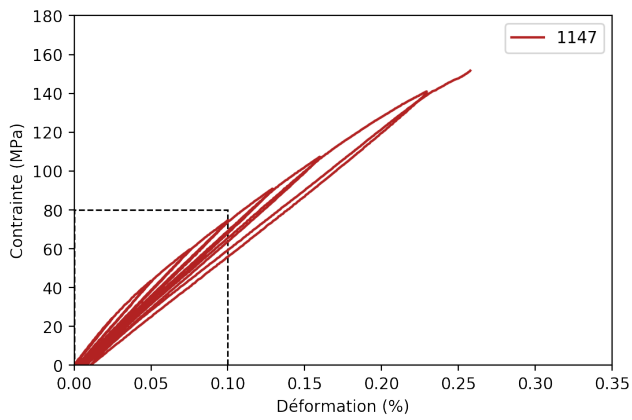


FIGURE 2.5 – Courbes contrainte-déformation pour les trois plaques étudiées

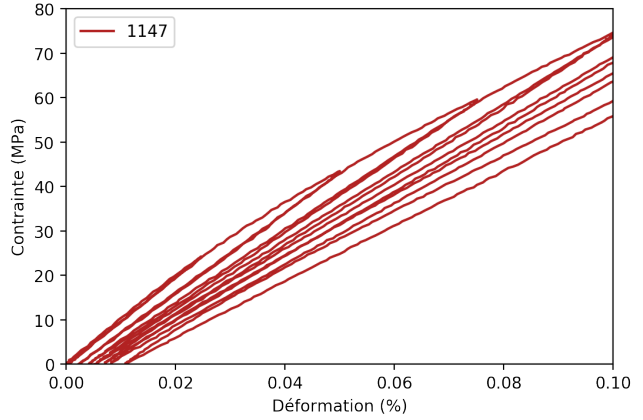
Cyclage et déformations résiduelles. Des essais de traction ont été menés à rupture avec des cycles charge-décharge pour les trois plaques. L'étude des boucles d'hystérésis et des déformations résiduelles permet en effet une première caractérisation de l'endommagement macroscopique du matériau. Les graphes de la figure 2.6 présentent les courbes contrainte-déformation d'essais cyclés effectués. On remarque une différence importante sur l'ouverture des boucles d'hystérésis et l'amplitude des déformations, entre les deux matériaux d'étude : les boucles semblent plus ouvertes et les déformations résiduelles plus importantes pour le matériau UD.

Le graphe 2.7 a. illustre l'évolution des déformations résiduelles pour ces essais. Le graphe 2.7 b. illustre le ratio entre module de charge et module de décharge, indicateur permettant de quantifier l'amplitude d'ouverture des boucles d'hystérésis. Pour le matériau UD, les déformations résiduelles semblent évoluer selon trois étapes : i) déformations résiduelles quasi nulle jusqu'à au moins 0.025% de déformation appliquée, ii) augmentation des déformations résiduelles avec une certaine concavité de la courbe selon les plaques, jusqu'à environ 0.16% de déformation appliquée, et iii) nouvelle augmentation au delà de 0.16%. Pour le matériau 2D, l'évolution des déformations résiduelles est différente. On observe en effet une forte augmentation à environ 0.08% de déformation appliquée, mais des évolutions modérées avant et après ce seuil.

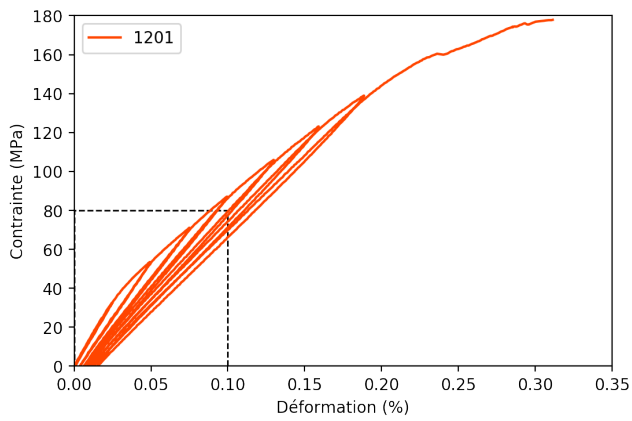
Pour les deux matériaux, les boucles d'hystérésis apparaissent après 0.05% de déformation (figure 5.7 b); les frottements internes ne semblent donc pas apparaître dès le début de l'endommagement. Pour le matériau 2D, l'ouverture des boucles d'hystérésis reste modérée tout au long de l'essai. Pour le matériau UD, une accélération des frottements semblent se produire au-delà de 0.15% de déformation, tout comme les déformations résiduelles.



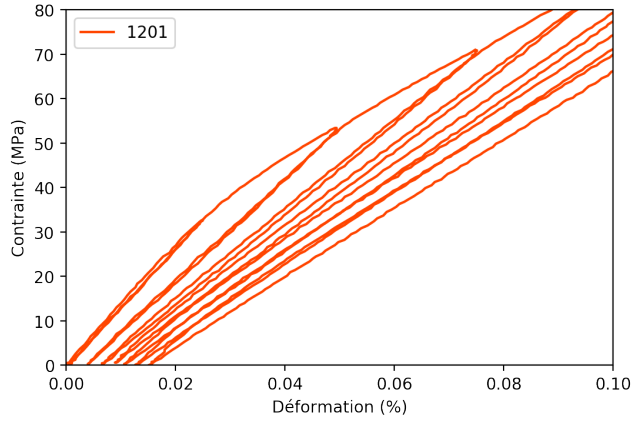
(a) 1147 (UD) : Jusqu'à rupture



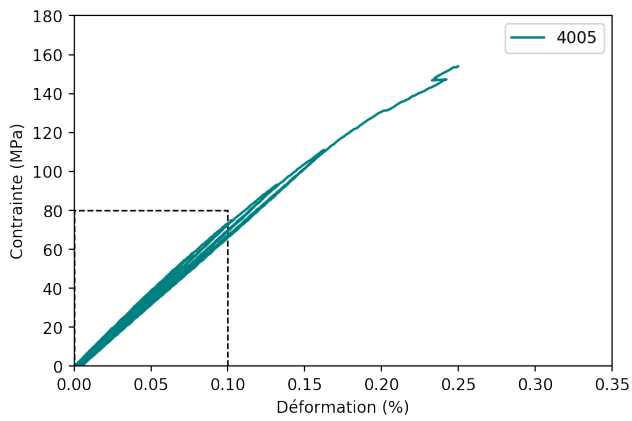
(b) 1147 (UD) : Première partie d'essai



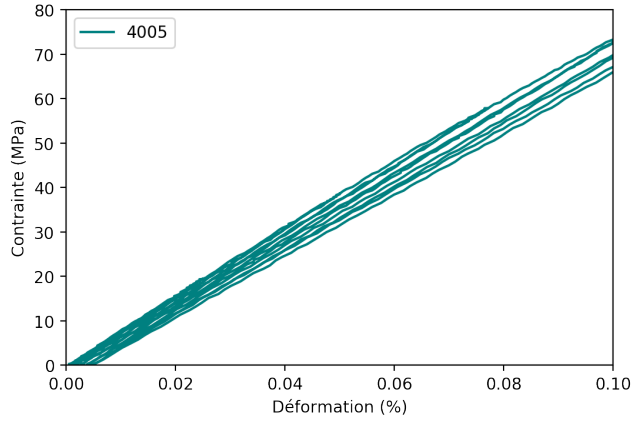
(c) 1201 (UD) : Jusqu'à rupture



(d) 1201 (UD) : Première partie d'essai



(e) 4005 (2D) : Jusqu'à rupture



(f) 4005 (2D) : Première partie d'essai

FIGURE 2.6 – Evolution des courbes contrainte-déformation pour les essais cyclés effectués

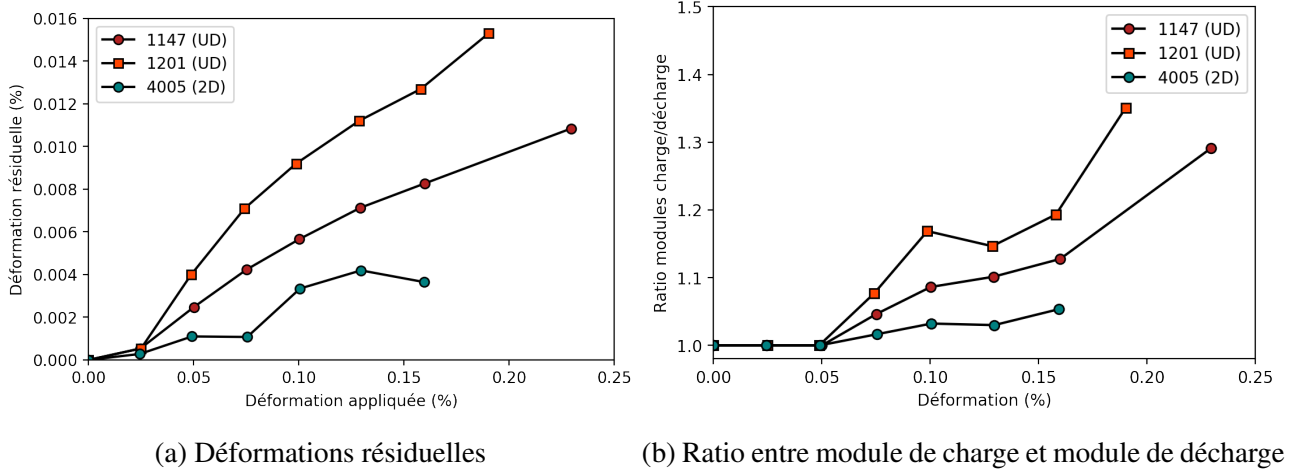


FIGURE 2.7 – Evolution des déformations résiduelles et du ratio entre module de charge et module de décharge lors des cycles, pour les 3 plaques étudiées

Evolution des modules. Les modules sécants et tangents sont un bon indicateur de l'état d'endommagement macroscopique du matériau. Le module sécant permet de quantifier de façon relativement fiable le module "vrai" du matériau à un instant donné, sous réserve que les déformations résiduelles soient suffisamment faibles. En complément, le module tangent retranscrit localement le changement de pente des courbes contrainte-déformation, et permet de délimiter plus facilement les seuils et les domaines d'endommagement. Une variable d'endommagement macroscopique peut également être calculée à partir des modules sécants initiaux E_{sec}^0 et à l'instant i E_{sec}^i via l'équation 2.1.

$$D = 1 - \frac{E_{sec}^i}{E_{sec}^0} \quad (2.1)$$

Les deux graphes de la figure 2.8 retracent l'évolution du module sécant et de l'endommagement, pour les essais effectués.

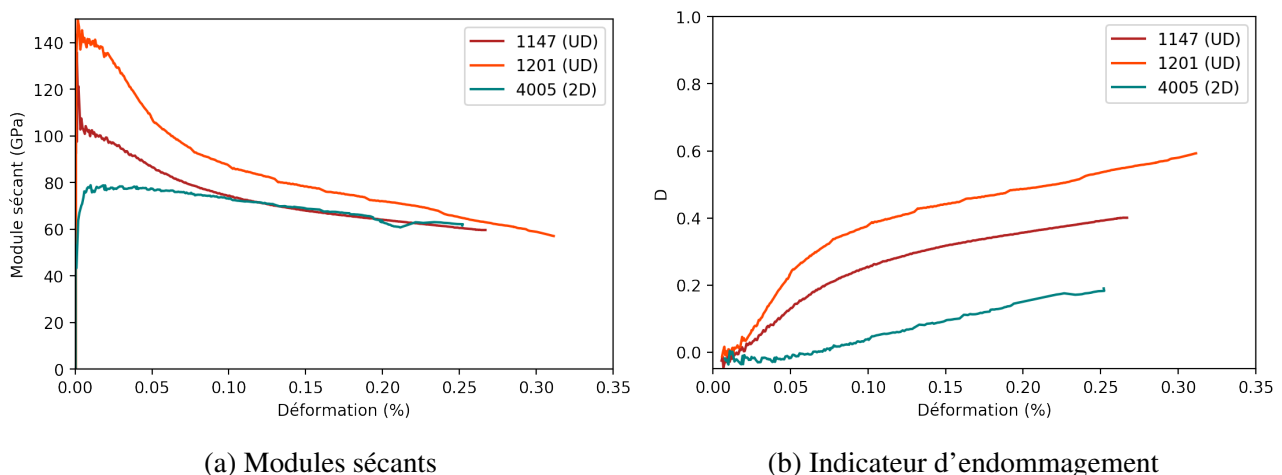


FIGURE 2.8 – Evolution des modules pour tous les essais effectués

L'analyse du module sécant via l'indicateur d'endommagement (figure 2.8. b.) propose une comparaison claire entre la différence de comportement des deux matériaux : forte augmentation de l'endommagement depuis la fin du domaine élastique jusqu'à environ 0.06% à 0.1% de déformation pour

les deux plaques UD, puis augmentation quasi-linéaire de l'endommagement au-delà. Pour le matériau 2D, l'augmentation de l'endommagement est quasi-linéaire tout au long de l'essai à partir d'un seuil de 0.05%.

On peut supposer à ce stade que les endommagements matriciels sont responsables de la forte augmentation de l'endommagement entre la fin du domaine élastique jusqu'à environ 0.06% à 0.1% pour l'UD. Dans le cas du 2D, l'analyse morphologie des matériaux d'étude (chapitre 1, paragraphe 3.2) a montré une fissuration importante à l'état initial (à la fois en terme de densité et de longueur de fissures). On peut donc présumer que cet état de "pré-endommagement" retarde l'évolution du dommage pour le 2D. A partir d'environ 0.1% de déformation appliquée, les endommagements en jeu semblent avoir un effet similaire sur les modules pour les deux plaques UD et le matériau 2D, la pente de l'endommagement des trois courbes étant semblable. Les modules sécants des plaques 1147 (UD) et 4005 (2D), sont par ailleurs équivalents à partir de ce niveau de sollicitation.

Notons finalement qu'avant rupture, la perte de module est de 24% environ pour le matériau 2D, contre 42% à 59% selon la plaque UD. On peut supposer que l'endommagement maximal est supérieur pour la plaque 1201 (UD), car la microporosité matricielle est plus faible (la matrice est donc plus rigide, et l'endommagement matriciel a alors plus d'effet sur le stratifié). Cela est également cohérent avec la baisse de module plus sévère en début d'essai pour la plaque 1201 (UD).

La figure 2.9 présente l'évolution des modules tangents. Nous utiliserons cet indicateur pour définir quatre domaines d'endommagement pour les deux matériaux. L'analyse des courbes contrainte-déformation ainsi que les éléments de bibliographie permettent de postuler *a priori* pour le matériau 2D :

- 2D - Domaine 0 : Elasticité (domaine plus important que pour l'UD).
- 2D - Domaine 1 : Début de l'endommagement matriciel, ayant peu d'impact sur le module et l'apparition de déformations résiduelles, le matériau étant fortement pré-fissuré. Ce domaine marque l'apparition de frottements internes limités.
- 2D - Domaine 2 : Nouveau mode d'endommagement présentant un saut dans l'évolution des déformations résiduelles mais un impact très limité sur le module tangent. Ces observations semblent démontrer l'apparition de délaminages.
- 2D - Domaine 3 : Début de la rupture du matériau.

De manière similaire, quatre domaines d'endommagement se distinguent pour le matériau UD :

- UD - Domaine 0 : Pseudo-élasticité. L'existence d'un domaine élastique est cependant discutable pour la plaque 1147, et pourrait dépendre du taux volumique de microporosité matricielle
- UD - Domaine 1 : Fort endommagement du matériau attribué aux endommagement matriciels, créant l'apparition et l'augmentation des déformations résiduelles. La sévérité de la chute du module est directement pilotée par le taux de microporosité matricielle (donc par le module de la matrice).
- UD - Domaine 2 : Stabilisation de l'évolution du module tangent et de l'endommagement : saturation de l'endommagement matriciel. On suppose l'apparition de nouveaux modes d'endommagements affectant peu le module du matériau et générant des frottement internes, tels que l'initiation de délaminages.

- UD - Domaine 3 : Apparition d'un nouveau mode d'endommagement avant rupture du matériau.

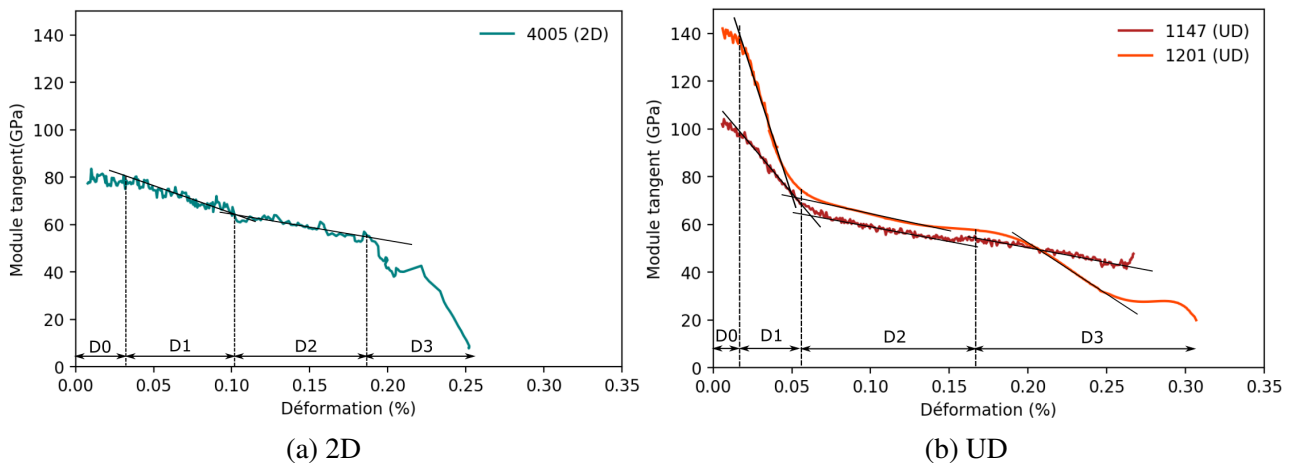


FIGURE 2.9 – Evolution des modules tangents et définition de quatre domaines d'endommagement

Pour conclure, l'analyse des courbes contrainte-déformation montre un comportement significativement différent entre les deux matériaux d'étude 2D et UD. Il est surprenant d'observer un comportement aussi linéaire du matériau 2D, en comparaison avec la littérature. Ce constat est d'autant plus inattendu que la stratification étudiée ici est une stratification quasi-iso, dont le comportement mécanique des plis à $\pm 45^\circ$ est caractérisé par des non-linéarités importantes. Les propriétés à rupture sont cependant cohérentes avec les données bibliographiques.

Nous poursuivrons notre analyse en comparant l'évolution de l'activité acoustique et des déformations hors plan, afin de caractériser plus précisément les quatre domaines d'endommagement définis.

1.3 Activité acoustique

Dépouillement des résultats. Beaucoup de signaux acoustiques sont captés au cours des essais de traction. Certains de ces signaux sont associés à l'endommagement du matériau, et d'autres proviennent de bruits parasites provenant par exemple de l'environnement d'essai. Nous nous baserons sur le protocole de dépouillement proposé par N. Guel dans le cadre de l'étude de l'activité acoustique des composites oxyde/oxyde [Gue18]. Afin d'analyser au mieux l'activité acoustique liée exclusivement à l'endommagement, un filtrage des signaux est effectué. Les signaux non localisés ne sont pas pris en compte, en considérant une incertitude de 5mm sur la localisation des sources. De plus, les signaux dont le nombre de coups est inférieur à 2, et dont l'énergie absolue est inférieure à 20aJ ne sont pas non plus considérés pour l'analyse (ce type de signaux est cependant souvent déjà filtré par la localisation).

Analyse de l'activité acoustique. Les graphes de la figure 2.10 présentent l'évolution de l'énergie acoustique pour les essais monotones et cyclés. Dans le cas du matériau UD, l'allure de la courbe d'énergie acoustique libérée est similaire pour chaque domaine d'endommagement. On constate que l'activité acoustique débute pendant le domaine D1, de façon peu énergétique (activité acoustique négligeable pour l'essai 1147 monotone (UD)). A partir du domaine D2 où le module tangent se stabilise, l'activité acoustique s'accélère progressivement. On observe une augmentation de l'énergie

(plus ou moins marquée selon les essais) au milieu du domaine D2, à environ 0.1% de déformation. La transition entre les domaines D2 et D3 s'observe sur les trois graphes : pour l'essai 1147 monotone (UD), c'est à cet instant que l'énergie acoustique débute de façon significative. Pour l'essai 1147 cyclé (UD) on distingue une accumulation quasi simultanée (matérialisée sur la courbe) qui se traduit par un saut d'énergie acoustique libérée. Enfin, pour l'essai 1201 (UD) l'énergie acoustique s'accélère de façon notable à cet instant. Notons enfin une nouvelle accélération significative en fin d'essai entre 0.20% et 0.24% de déformation pour les trois essais, seuil à partir duquel l'énergie acoustique libérée représente plus de 70% de l'énergie totale libérée au cours de l'essai. Pour le matériau 2D, l'analyse de l'énergie acoustique en fonction des différents domaines est similaire. L'énergie acoustique est cependant plus importante au cours du domaine 2 que pour le matériau UD.

Finalement, les quatre domaines d'endommagement définis via l'évolution du module tangent correspondent bien avec les différents phases d'activité acoustique. D'après la littérature, l'augmentation de cette énergie en fin d'essai laisse supposer que les endommagements hors plans tels que les délaminages [Gue18]. Ce mode d'endommagement s'initierait donc lors du domaine D3 pour le matériau UD, et lors du domaine D2 pour le matériau 2D. Les résultats confirment également que pour un stratifié UD, les mécanismes d'endommagement matriciels génère une activité acoustique limitée, malgré une baisse de module significative. Nous nous intéressons à présent à la comparaison des domaines d'endommagement avec l'évolution des déformations hors plan.

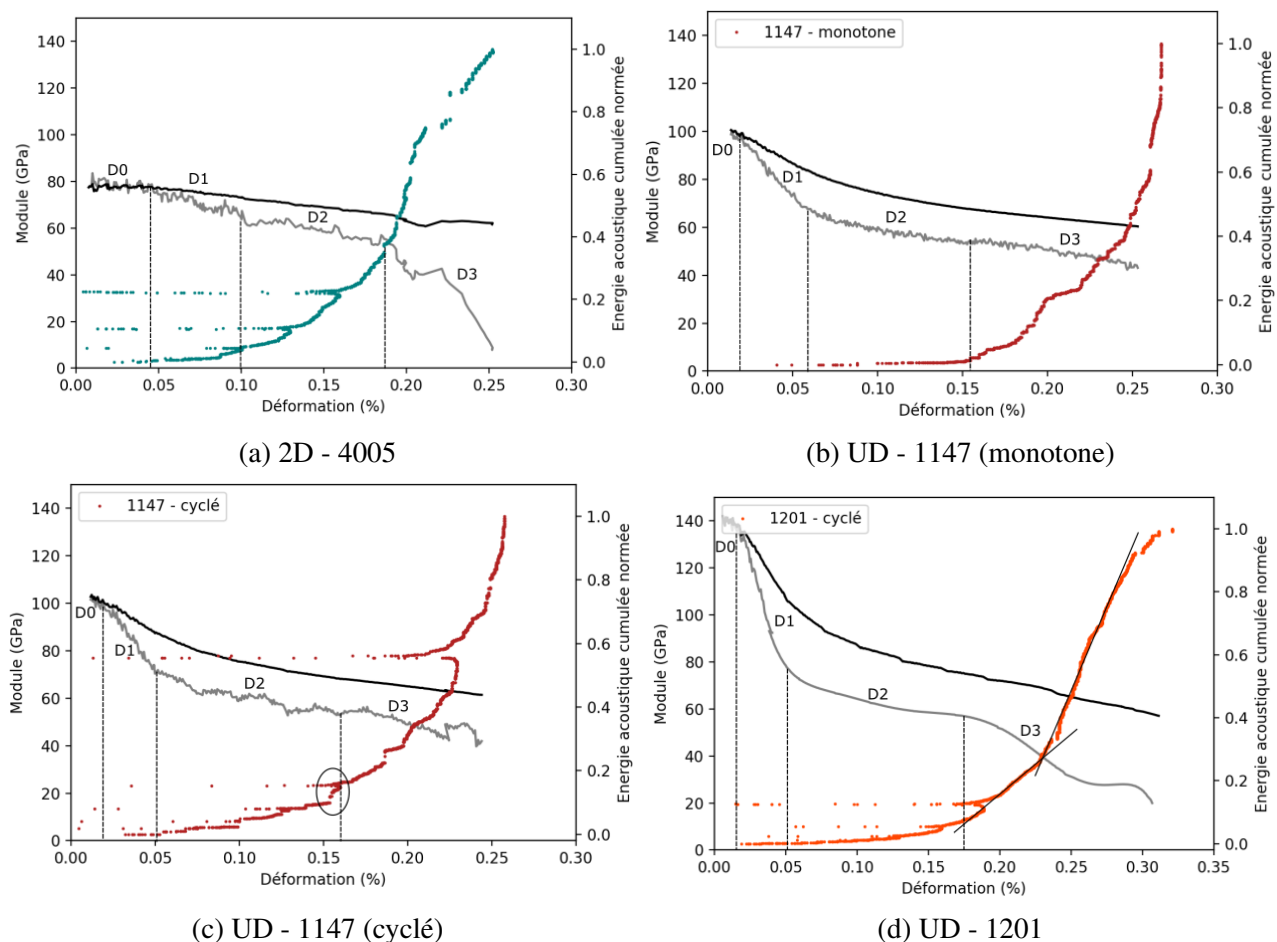


FIGURE 2.10 – Evolution de l'énergie acoustique cumulée normée en fonction des domaines définis par le module tangent (courbes grises : module tangent, courbes noires : modules sécants)

1.4 Etude des déformations hors plan

L'étude bibliographique du chapitre 1 démontre que le délaminage est un des modes d'endommagement prépondérant dans les composites oxyde/oxyde [Zok01 ; BR14 ; Gue18]. L'accumulation de délaminages conduit à un foisonnement important des éprouvettes à rupture (figure 2.13 b). Afin d'analyser l'initiation et la cinétique de foisonnement des éprouvettes, les déformations hors plan de la tranche de l'éprouvette ont donc été mesurées par corrélation d'image.

Mesures, et validité des mesures. Les champs de déplacements et de déformations sont calculés sur la tranche de l'éprouvette sur toute l'épaisseur et sur une longueur de 5 à 7mm via le logiciel CorreliQ4™. Le post-traitement est effectué via une routine Python. Les champs de déformations sont projetés sur un maillage permettant de définir quatre zones (figure 2.11) : une zone globale (zone verte) et trois zones dans l'épaisseur du matériau : les plis extérieurs (zones rouges), et les plis centraux (zone bleue). Les déformations sont ensuite moyennées sur les zones définies. Nous étudierons en particulier les déformations hors plan d'ouverture ϵ_{zz} et de cisaillement ϵ_{xz} .

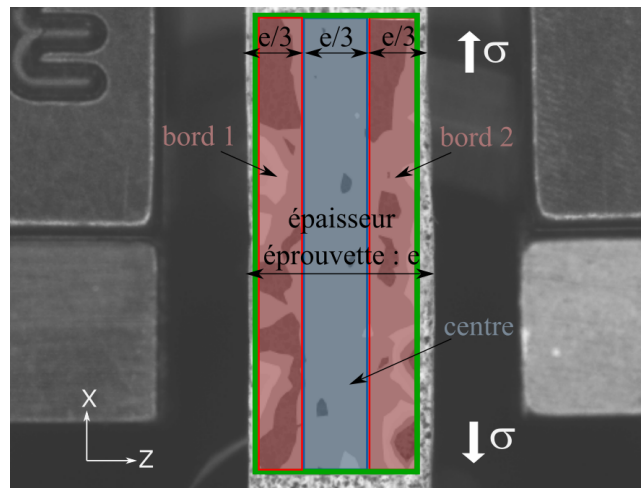


FIGURE 2.11 – Définition de zones dans l'épaisseur des éprouvettes pour le calcul des déformations par corrélation d'image

La figure 2.12 a. montre la bonne concordance entre les déformations ϵ_{xx} mesurées localement par corrélation d'image ou à l'aide des extensomètres dans le cas d'un essai issu de la plaque 4005 (2D). Il est important d'évaluer l'incertitude des mesures car les valeurs mesurées sont faibles, en particulier pour les déformations résiduelles. Il s'agit en effet de pouvoir distinguer la déformation locale du matériau d'une variation causée par le bruit de mesure. Ce dernier est lié à de nombreux paramètres tels que la qualité du mouchetis, de l'éclairage, ou encore la variation des niveaux de gris captés par la caméra. Nous estimerons cette erreur via la fluctuation des mesures de déformations avant l'application de la charge, au moment où les déformations mesurées sont théoriquement nulles (figure 2.12 b).

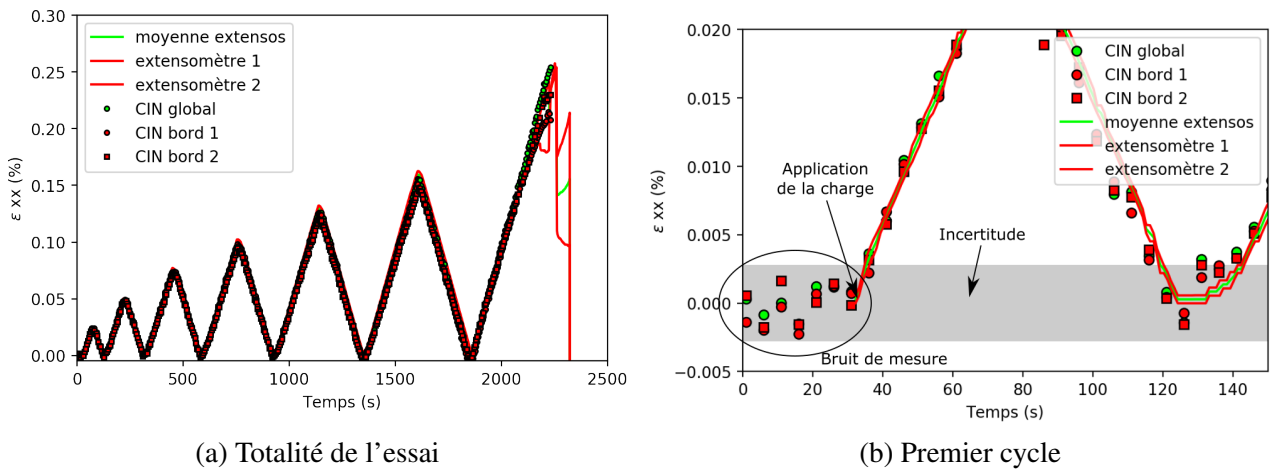


FIGURE 2.12 – Comparaison des mesures de déformations dans l'axe x entre les extensomètres et la corrélation d'image : exemple pour un essai cycle sur le matériau 2D

Le gonflement des éprouvettes au cours d'un essai de traction a été discuté lors de l'étude bibliographique du chapitre 1. Nous tenterons d'analyser cette cinétique de gonflement via l'évolution des déformations hors plan, dont un exemple est illustré en figure 2.13 pour un essai cyclé. On observe que la déformation d'ouverture hors plan ε_{zz} évolue négativement en début d'essai par effet Poisson. A partir d'un certain niveau de chargement, la tendance est inversée, jusqu'à des déformations hors plan positives correspondant au gonflement de l'éprouvette. Nous nous attacherons dans ce chapitre à étudier cette inversion, en fonction des domaines d'endommagement préalablement définis.

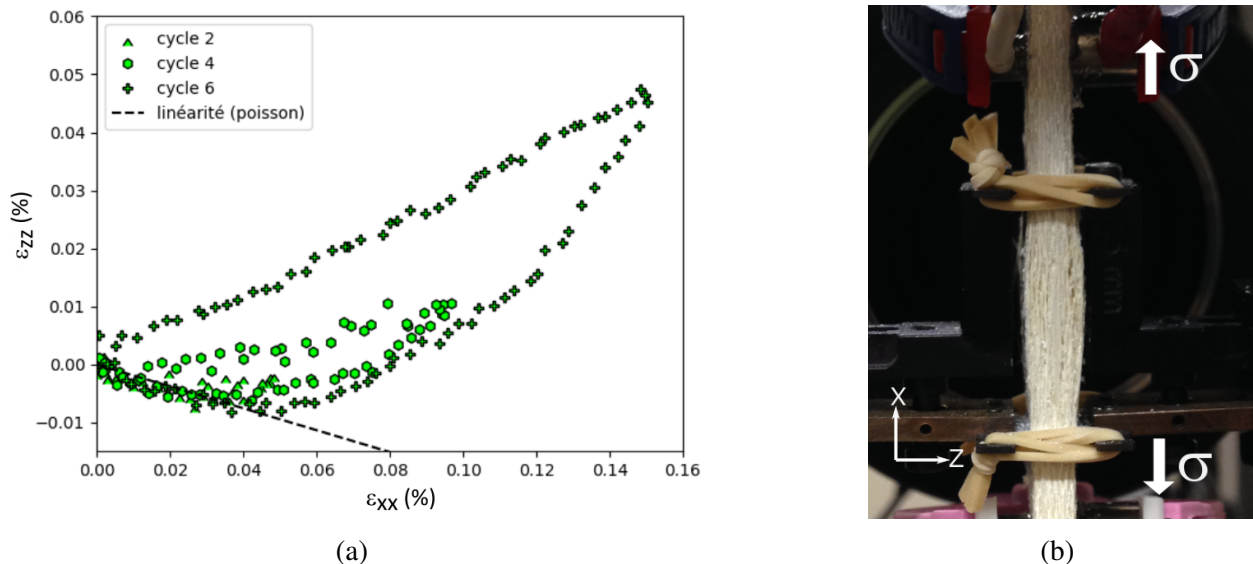


FIGURE 2.13 – a. Evolution des déformations d'ouverture hors plan ε_{zz} b. Gonflement de la tranche de l'éprouvette après essai, lié à l'accumulation de délaminages et déformations hors plan

Analyse des déformations d'ouverture, ε_{zz} . Les graphes de la figure 2.14 comparent l'évolution des déformations d'ouverture hors plan ε_{zz} pour les matériaux 2D et UD, tandis que les graphes de la figure 2.15 tracent l'évolution des déformations résiduelles. Pour plus de lisibilité, seules les déformations maximums de chaque cycles sont tracées sur la figure 2.14 pour les essais cyclés.

Dans le cas du 2D, la déformation hors plan est négative en début d'essai. Cependant, ε_{zz} évolue selon une pente qui dépend de la zone d'étude : on mesure ainsi un coefficient de Poisson local qui varie entre 0.15 et 0.45. Pour les plis extérieurs dénommés "bord 1", le gonflement semble intervenir dès la fin de l'élasticité (ε_{zz} positif à la transition D0-D1) sur la zone 1, et s'accélérer progressivement. Les déformations résiduelles n'apparaissent cependant qu'à la fin du domaine 1 dans cette zone de l'éprouvette. Concernant le second bord d'éprouvette, on observe l'apparition de déformations résiduelles après le premier cycle de charge. Ce résultat est surprenant d'après les déformations négatives mesurées au cours des premiers cycles dans cette zone. Enfin, pour les plis centraux, l'effet Poisson semble s'inverser à la transition entre les domaines D1 et D2. Cela semble confirmer l'analyse de l'énergie acoustique et signifie que la transition entre ces deux domaines est marquée par l'initiation d'endommagements hors plan. Les déformations ε_{zz} n'augmentent cependant qu'à partir du domaine D2. La divergence des calculs de corrélation d'image n'a pas permis de mesurer les déformations dans le domaine D3. On peut cependant supposer que ce domaine serait marqué par des déformations hors plan positives sur la totalité des zones étudiées, indiquant un développement généralisé du gonflement.

Dans le cas du matériau UD, la déformation d'ouverture ε_{zz} débute sur les bords d'éprouvette dès le début de l'essai, pour les deux essais effectués. En conséquence, le coefficient de Poisson est macroscopiquement nul (moyenne globale des mesures, courbe verte). Ces déformations hors plan ne se traduisent cependant pas directement par des déformations résiduelles. Ce constat est surprenant et signifierait le gonflement de l'éprouvette démarre localement dès le début de sollicitation. Une analyse in-situ est nécessaire pour confirmer que ces déformations hors plan sont bien liées à un endommagement. En revanche, les déformations résiduelles dans le sens z apparaissent à partir du domaine 2, ce qui est cohérent avec la stabilisation du module tangent (les endommagements hors plan ayant peu d'effet sur le module). Elles s'accélèrent ensuite à partir de 0.1% de déformation dans le sens x, ce qui correspond également à la fin de l'effet Poisson pour les plis centraux, ainsi qu'à la première accélération de l'activité acoustique. L'endommagement hors plan est complètement développé à partir de à la transition entre les domaines 2 et 3, où des déformations résiduelles sont mesurées dans toute l'épaisseur. Ce moment correspond au début d'une activité acoustique très énergétique, ce qui est cohérent avec l'hypothèse d'apparition de macrodé laminages.

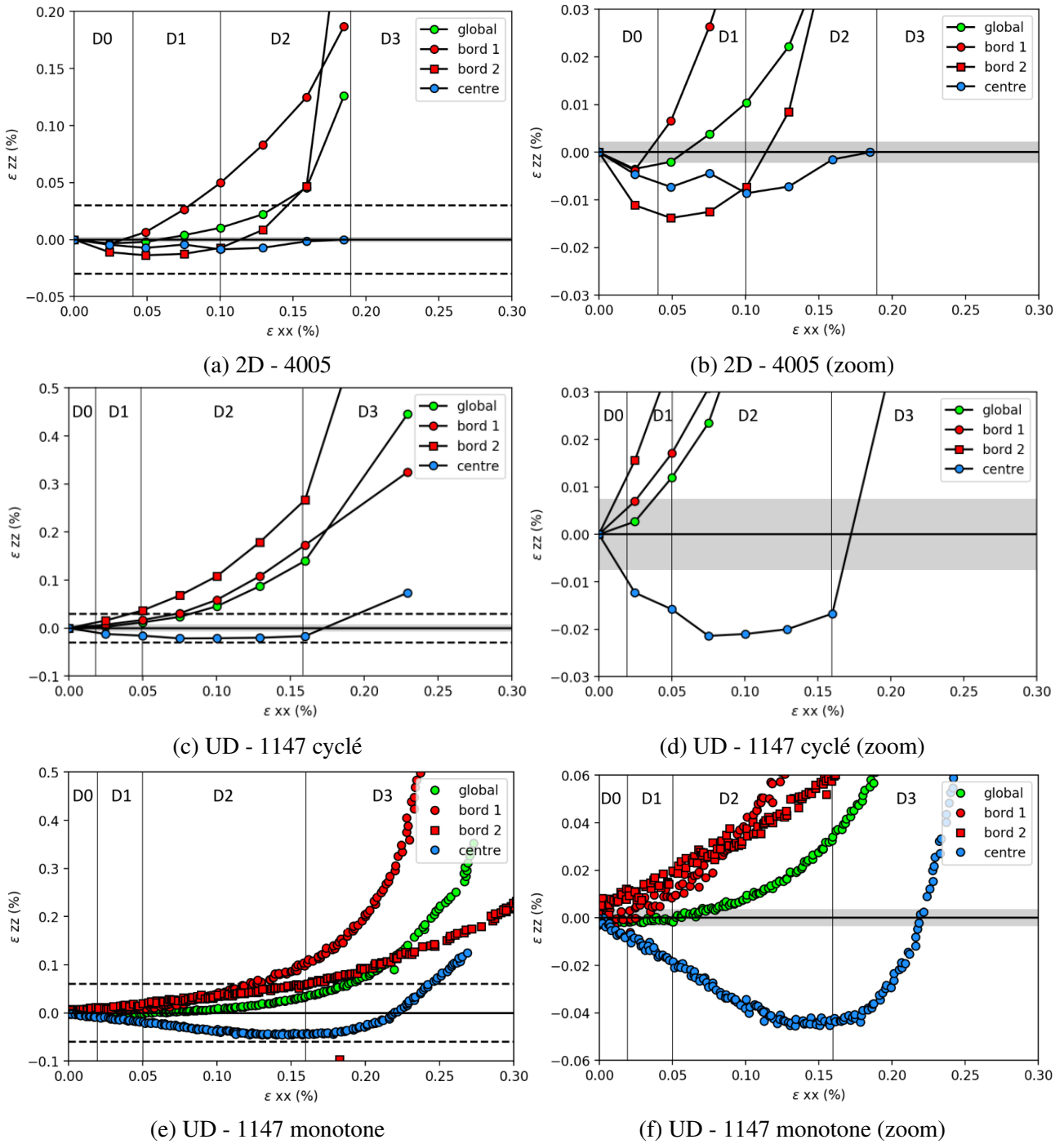


FIGURE 2.14 – Déformations hors plan (ϵ_{zz}) moyennées localement, pour différentes amplitudes de déformations appliquées dans le sens x

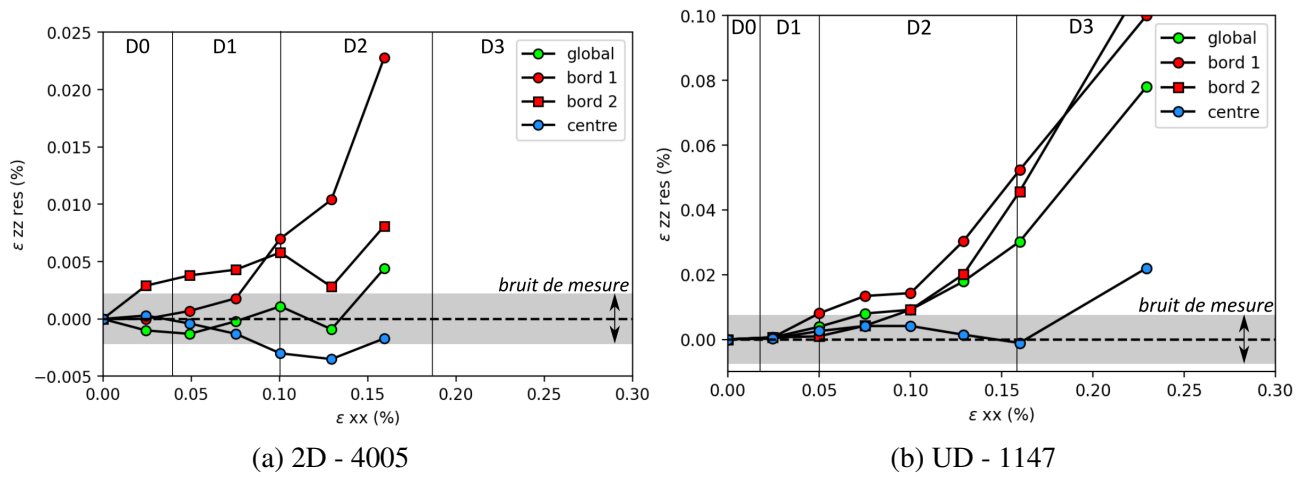


FIGURE 2.15 – Déformations résiduelles hors plan (ϵ_{zz}) moyennées localement, après différentes déformations appliquées dans le sens x

Remarquons que l'amplitude importante des déformations hors plan, qui sont supérieures aux déformations dans l'axe de chargement à partir du domaine 3 environ. Les niveaux de déformation hors plan sont particulièrement importants pour le matériau UD.

Analyse des déformations de cisaillement, ϵ_{xz} . L'utilisation de jauges virtuelles pour le calcul de déformations, tel qu'effectué pour les déformations d'ouverture ϵ_{zz} n'est pas adaptée à la mesure du cisaillement. L'observation des champs de déformations montre que les zones de fort cisaillement semblent être liées aux interfaces de plis de d'orientations différentes, en particulier pour le matériau UD. C'est pourquoi nous moyennerons les déformations de cisaillement aux interfaces entre plis, localisées sur la figure 2.16.

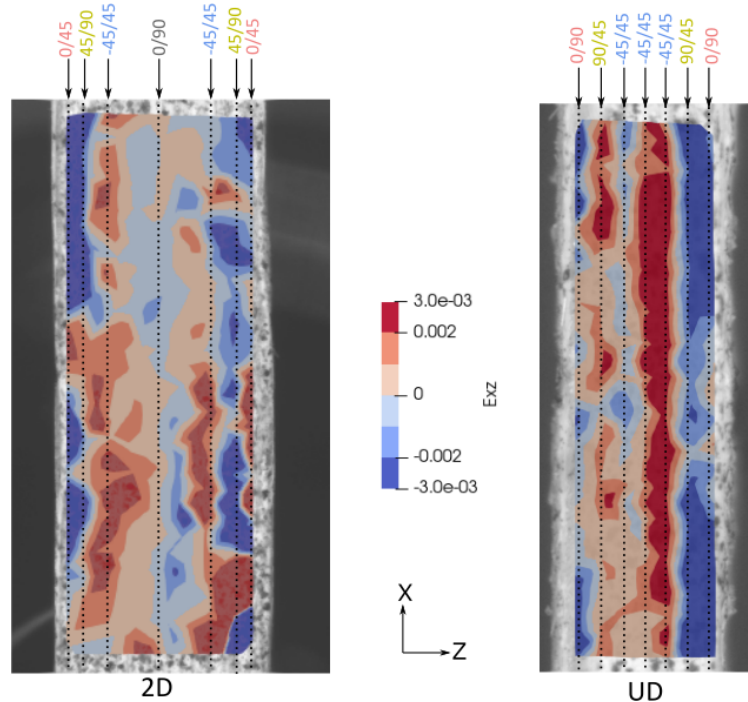


FIGURE 2.16 – Localisation des interfaces de plis pour étudier l'évolution des déformations de cisaillement en figure 2.17 et 2.18

Les graphes de la figure 2.17 comparent l'évolution des déformations de cisaillement hors plan ϵ_{xz} pour les deux matériaux 2D et UD tandis que les graphes de la figure 2.18 tracent l'évolution des déformations résiduelles. Pour les deux matériaux, on observe que l'amplitude des déformations n'est pas égal pour deux interfaces similaires (par exemple pour les trois interfaces $-45^\circ/45^\circ$ dans le cas du matériau UD). Pour les zones faiblement cisillées, les déformations semblent évoluer linéairement tout au long de l'essai. En revanche, pour les interfaces fortement cisillées, on observe une accélération dès la transition D0-D1 pour le matériau 2D, et à la fin du domaine D2 pour les deux matériaux. Remarquons également que les déformations sont globalement plus importantes pour le matériau UD.

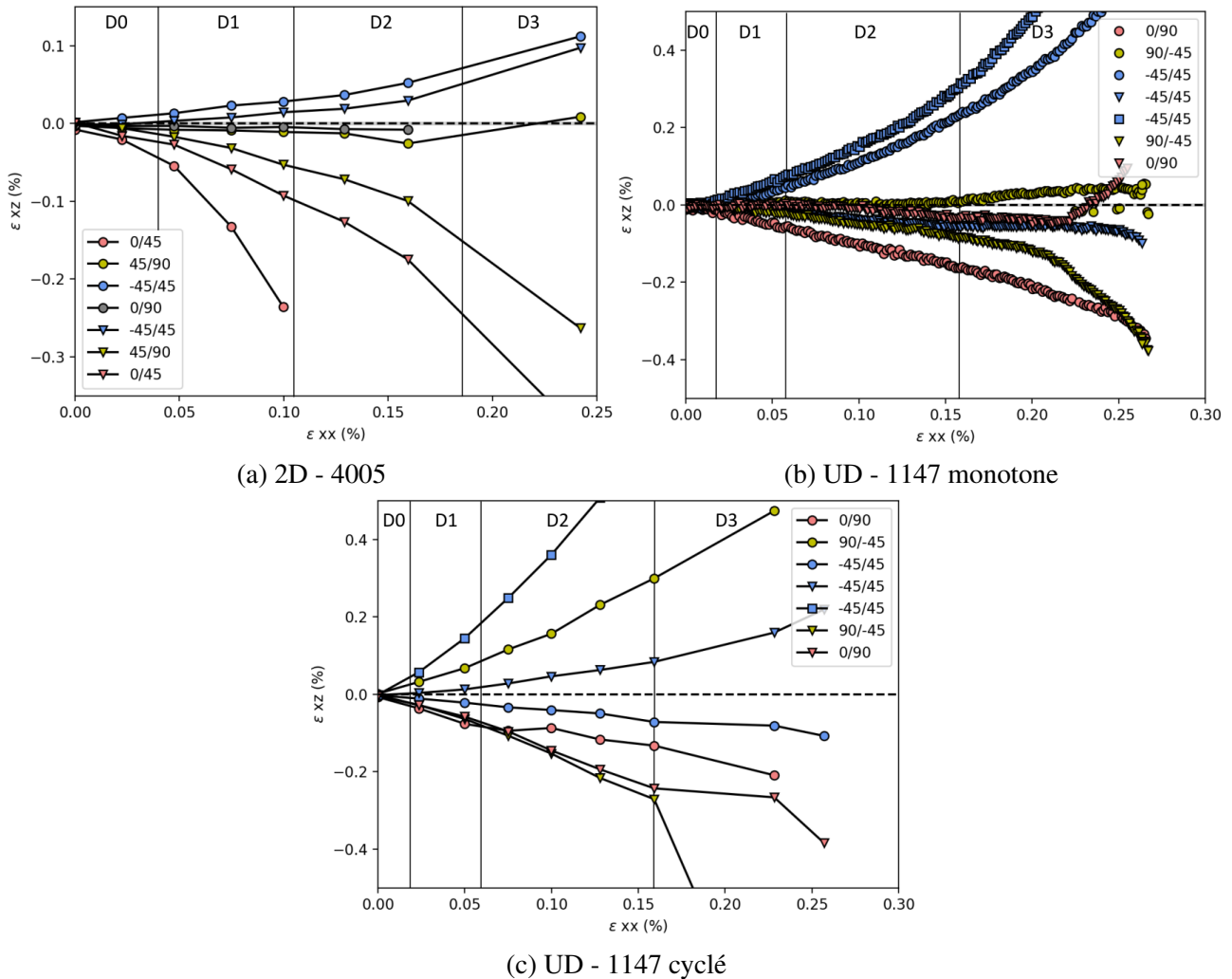


FIGURE 2.17 – Déformations hors plan (ϵ_{xz}) moyennées localement, pour différentes amplitudes de déformations appliquées dans le sens x

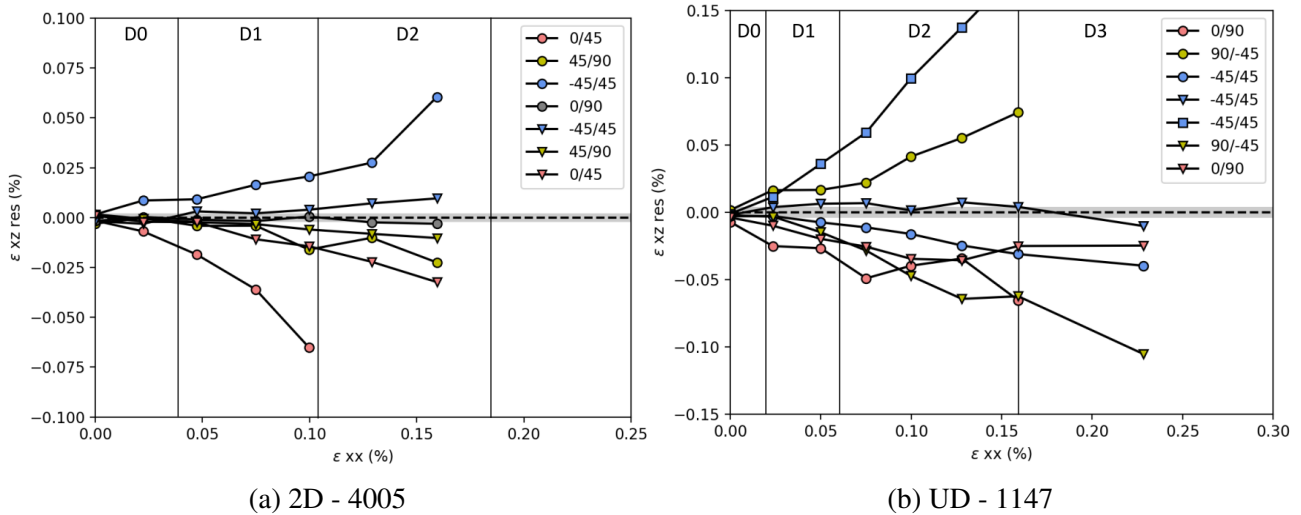


FIGURE 2.18 – Déformations résiduelles hors plan (ϵ_{xz}) moyennées localement, après différentes amplitudes de déformations appliquées dans le sens x

Les figures 2.19 et 2.20 illustrent finalement les champs de déformations ϵ_{zz} et ϵ_{xz} maximaux et résiduels pour chacun des cycles. Les cartographies confirment visuellement que les déformations hors plan se concentrent sur les bords d'éprouvette. Pour l'UD les déformations de cisaillement hors plan semblent être dues à la différence d'orientation des plis.

Pour conclure, les essais de traction ont permis une première analyse du comportement mécanique des deux matériaux d'étude. Quatre domaines d'endommagement ont été mis en évidence via l'évolution du module tangent, que l'on peut synthétiser pour les deux matériaux de la façon suivante : i) D0, élasticité ii) D1, endommagement matriciel, iii) D2, transition endommagement hors plan, iv) D3, délaminage et rupture. Les compléments d'informations apportés par l'émission acoustique et l'étude des déformations hors plan de la tranche semblent s'accorder sur la nature et les cinétiques des endommagements en jeu. Plusieurs questions se posent cependant, en particulier pour le matériau UD : pour les déformations hors plan sont-elles positives dès le début d'essai pour les plis extérieurs ? Ces déformations sont-elles liées à un mécanisme d'endommagement particulier ? Il semble également nécessaire de caractériser plus précisément la cinétique de fissuration matricielle lors du domaine D1. C'est dans ce cadre que nous nous intéresserons dans le paragraphe suivant à l'observation post-mortem et in-situ des endommagements.

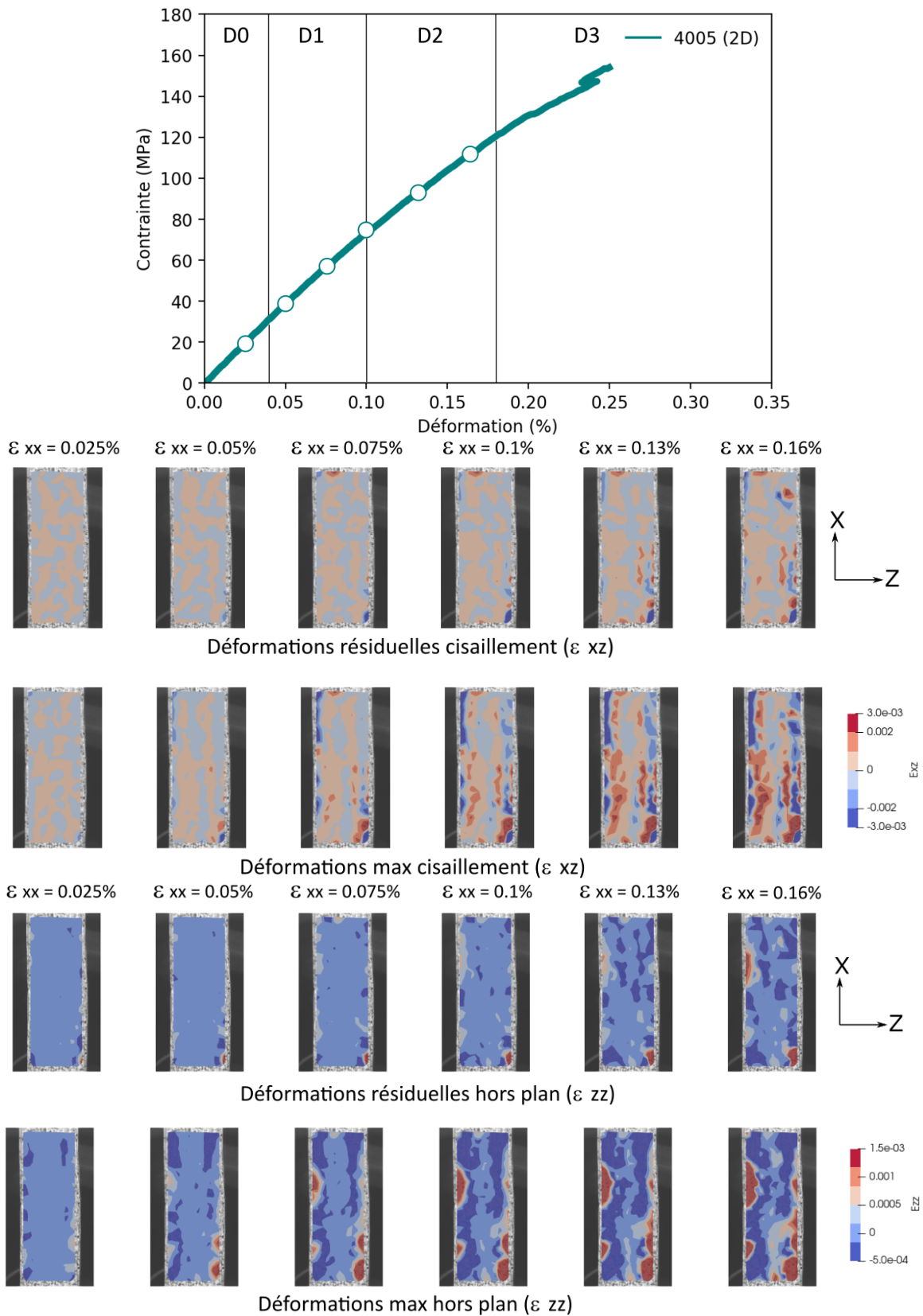


FIGURE 2.19 – Champs de déformation d'ouverture et de cisaillement hors plan (ϵ_{zz} et ϵ_{xz}) à charge et à décharge, pour différentes amplitudes de déformations, appliquées dans le sens x pour le matériau 2D

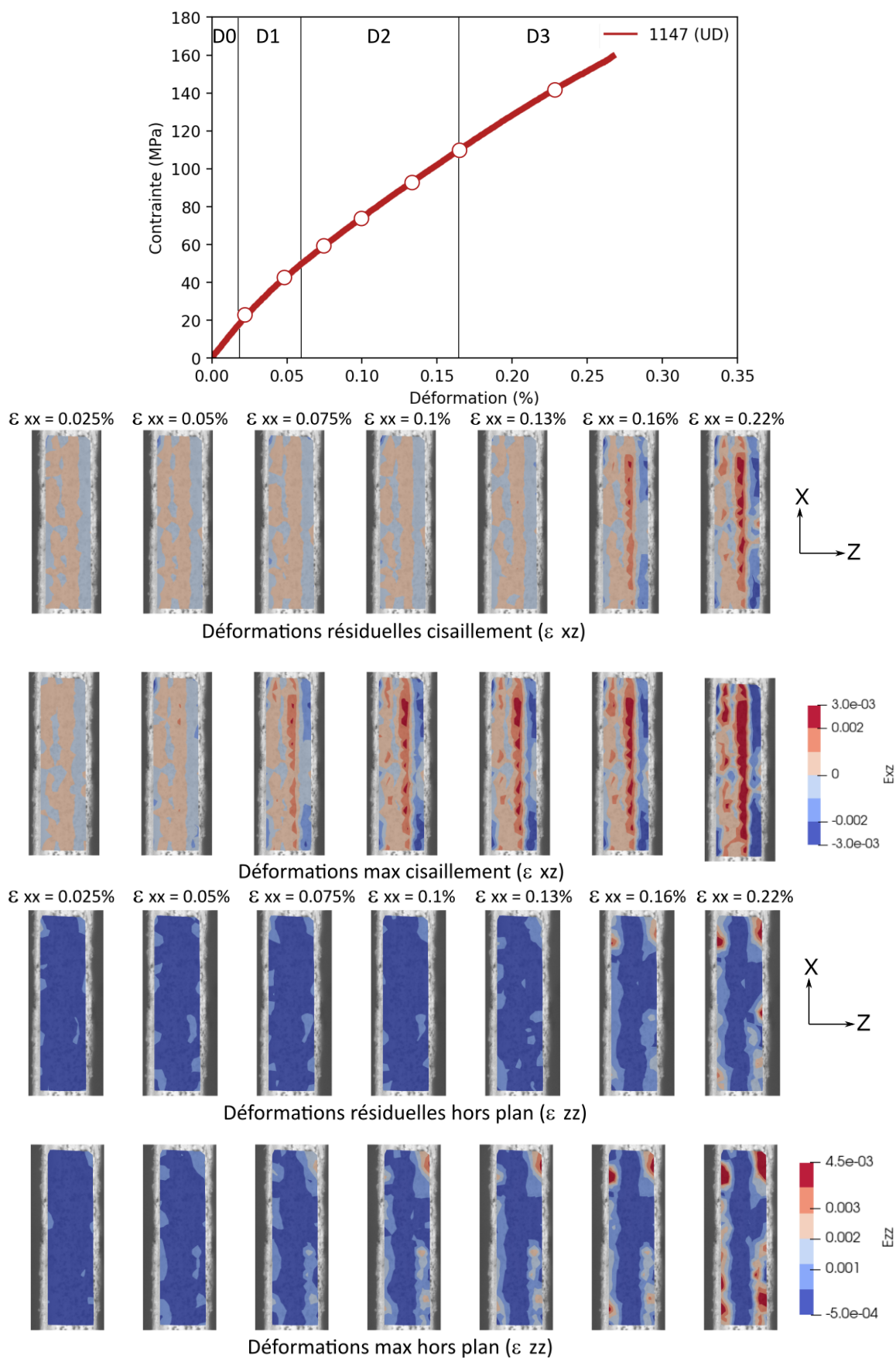


FIGURE 2.20 – Champs de déformation d'ouverture et de cisaillement hors plan (ϵ_{zz} et ϵ_{xz}) à charge et à décharge, pour différentes amplitudes de déformations, appliquées dans le sens x pour le matériau UD

2. Observations des endommagements

Nous nous intéresserons dans un premier temps à l'observation post-mortem des endommagements. Nous tenterons ensuite d'observer comment ces endommagements s'enchainent via deux types d'observations in-situ : à l'aide d'un microscope optique sur une éprouvette macroscopique "standard", et sous MEB.

2.1 Observations post-mortem

Les observations ont été effectuées sous MEB en mode environnemental, après enrobage et polissage des échantillons.

Matériau 2D. La figure 2.21 illustre le faciès de rupture d'une éprouvette 2D après essai. L'endommagement du matériau est relativement uniforme dans l'épaisseur, contrairement aux observations de Ben Ramdane et Guel [BR14; Gue18]. On observe d'importants délaminages dans toute l'épaisseur du matériau, associés aux déformations hors plan mesurées en cours d'essai. Les fissures de délaminages semblent se propager aux interfaces fils-fils des 4 orientations de la stratification (0° , 90° , 45° , et -45°). Des fissures intrafil parallèles à l'axe de charge sont également observées (flèches blanches).

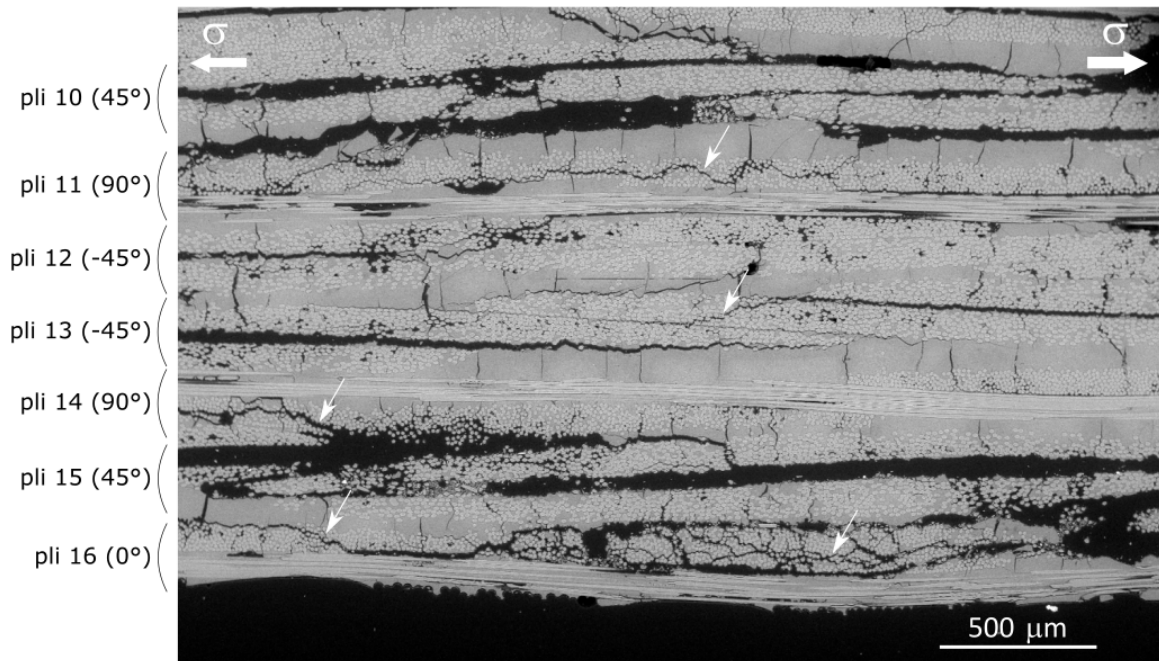


FIGURE 2.21 – Faciès de rupture du matériau 2D après essai de traction (observation de la moitié de l'épaisseur totale de l'éprouvette)

Matériau UD. Les figures 2.22 et 2.23 montrent le faciès de rupture du matériau UD, respectivement dans la zone de rupture et dans une zone éloignée de la rupture. On observe tout d'abord que tous les plis sont délaminés, ce qui explique le gonflement important de l'éprouvette, ainsi que les déformations hors plan importantes mesurées lors de l'essai. La figure 2.22 indique la présence de fissures transverses dans tous les plis sollicités hors axe (plis 2 à 7), plus ou moins ouvertes. Certaines de ces fissures sont révélées par les flèches blanches sur la figure. On remarque également que

plusieurs fissures transverses semblent se propager sur au moins deux plis (cercles blancs), à la fois entre les plis 90° et $\pm 45^\circ$, et entre les plis $\pm 45^\circ$. L'accumulation de fissures transverses dans les plis hors axe est cohérente avec les modes d'endommagement observés sur CMO [Huc05]. Enfin, on observe des fissures associées à une rupture hors plan des deux plis orientés à 90° par rapport à l'axe de la charge (figure 2.23). Cette fissuration intrapli parallèle à l'axe de charge semble surprenante. Sa localisation dans l'épaisseur est par ailleurs cohérente avec les déformations hors plan positives dès le début d'essai. Ce type de fissure est observé pour tous les essais et a également été observée in-situ par microscopie optique et sous MEB.

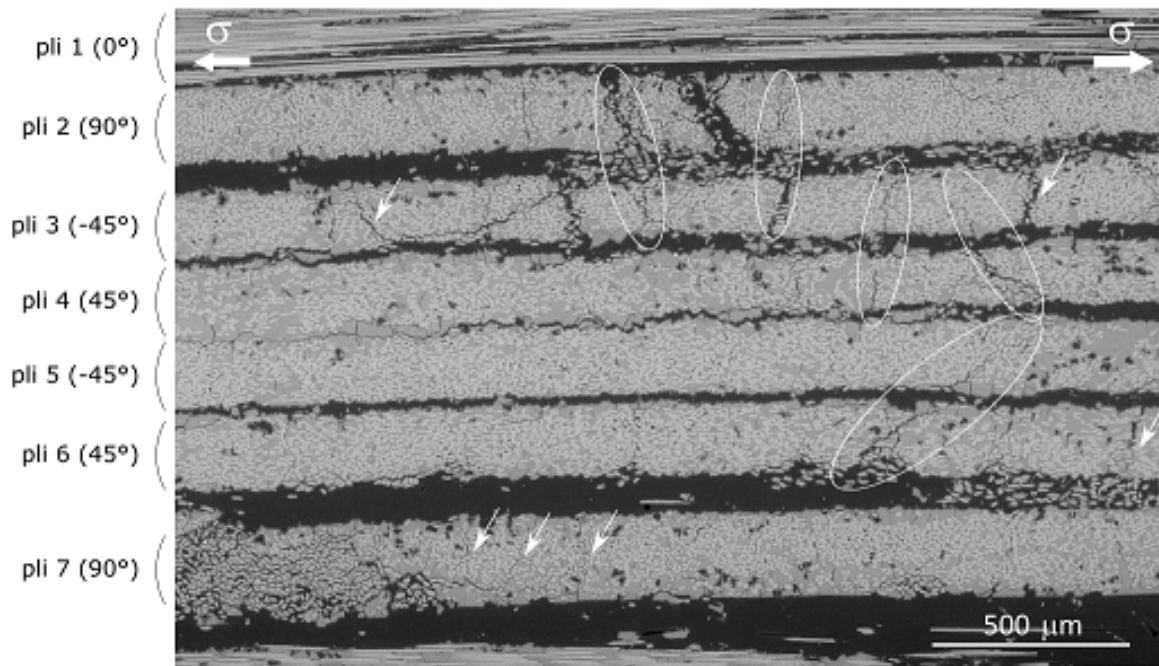


FIGURE 2.22 – Faciès de rupture du matériau UD après essai de traction : zone de rupture

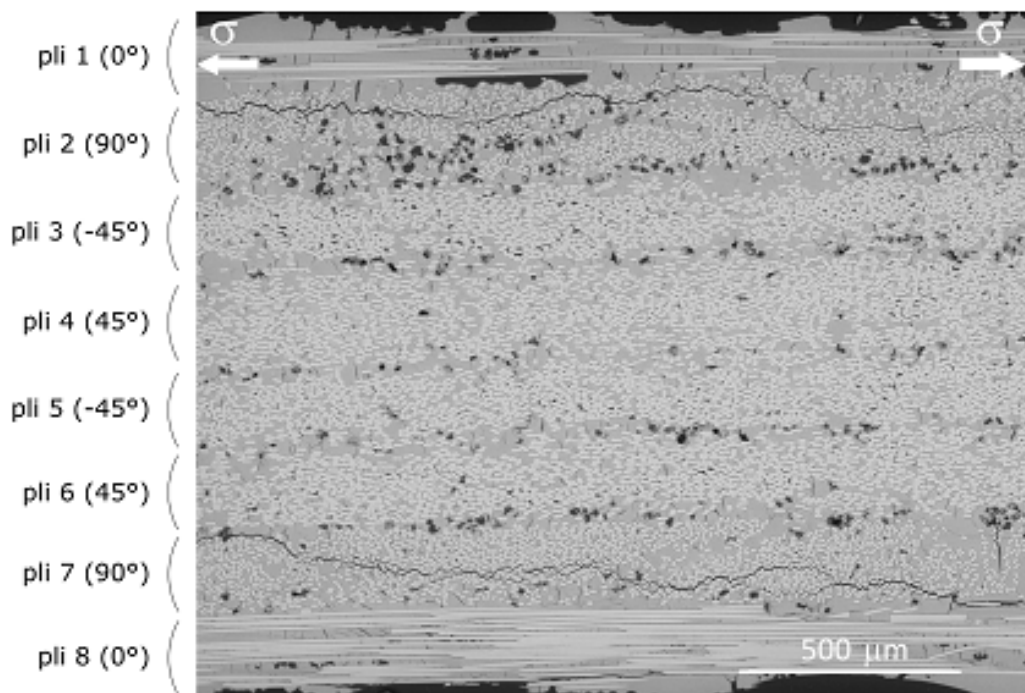


FIGURE 2.23 – Faciès de rupture du matériau UD après essai de traction : zone éloignée de la rupture

Un essai arrêté avant rupture a également été effectué, pour une sollicitation jusqu'à la fin du domaine 2, soit environ 0.14% de déformation. L'objectif est d'observer l'état d'endommagement du matériau avant le seuil "critique" du domaine 3 (gonflement général de l'éprouvette et forte accélération de l'énergie acoustique). La figure 2.24 illustre l'évolution du module tangent et la localisation des signaux acoustiques détectés jusqu'à arrêt de l'essai, tandis que la figure 2.25 illustre une observation MEB de la tranche du matériau. Plusieurs zones ont été observées, et la figure 2.25 représente la zone où l'activité acoustique est la plus importante, ainsi que la zone où le plus grand nombre de fissures sont observées.

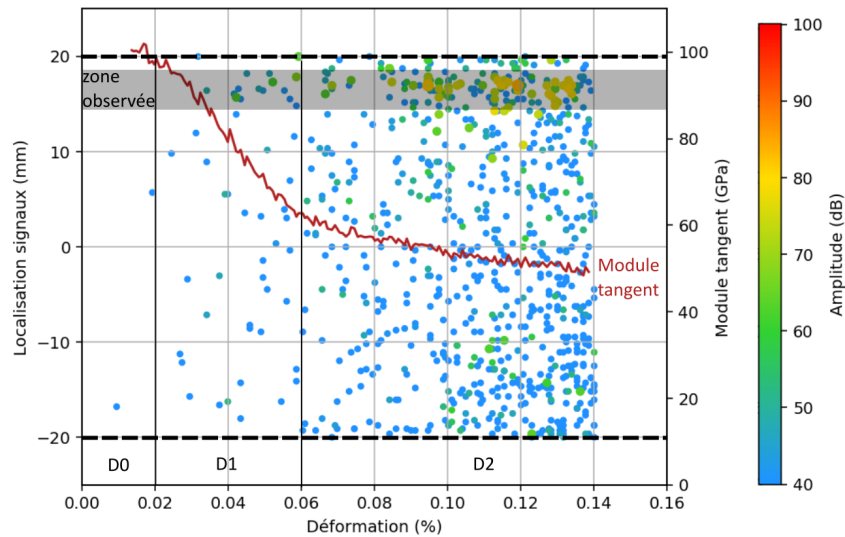


FIGURE 2.24 – Arrêt de l'essai avant rupture pour observation des endommagements à la fin du domaine D2

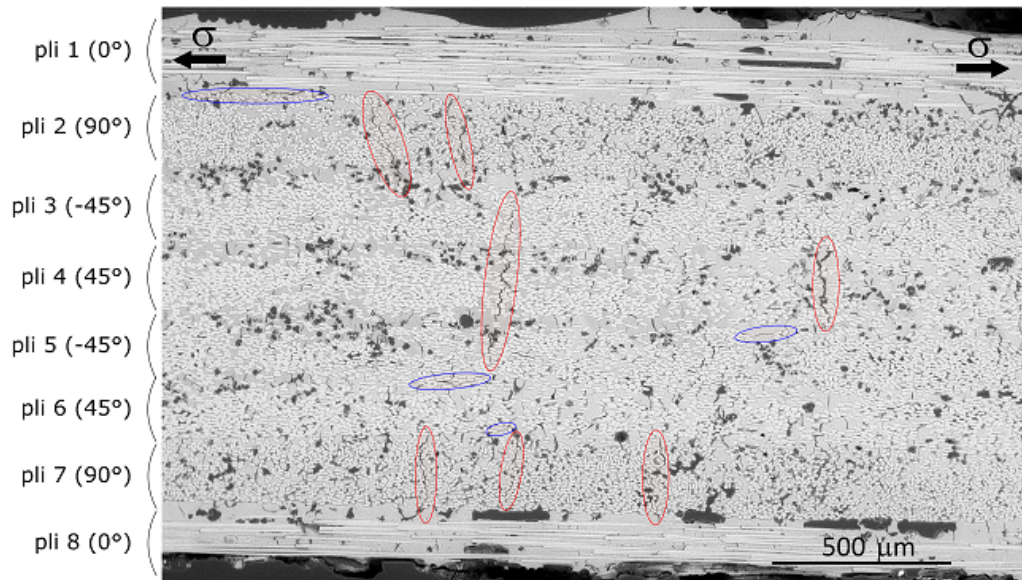


FIGURE 2.25 – Faciès du matériau UD après essai de traction jusqu'à 0.14% de déformation

Ce type d'observation est délicat, puisque l'observation après décharge peut entraîner la refermeture des fissures générées par l'endommagement. Pour les composites oxyde/oxyde, cela est d'autant plus vrai que des fissures sont présentes à l'état initial, et que la différenciation entre fissures de retrait

dues au procédé de mise et oeuvre, et fissures liées à l'endommagement généré par la sollicitation mécanique n'est pas évidente. On observe cependant des fissures transverses qui ne semblent pas s'être refermées totalement (zones rouges). Il est peu probable que ces fissures soient liées à des fissures de retrait, d'après leur taille et l'analyse morphologique établie lors du chapitre 1 (paragraphe 3.2). Cette observation est cohérente avec l'hypothèse de saturation d'endommagement matriciel à la fin du domaine D2. On observe également des fissures parallèles à l'axe de charge (zones bleues), qui semblent être liées à l'endommagement pour les mêmes raisons. On remarque que ces fissures sont localisées aux interfaces de plis, et souvent au voisinage direct d'une fissure transverse. Cette observation est semblable aux mécanismes d'endommagement observés sur stratifiés CMO, pour lesquels des microdélaminages sont observés en pointe de fissure transverse, avant de coalescer en macrodélaminage [Huc05]. Notons enfin que cette cartographie semble confirmer qu'aucun macrodélaminage ou hors rupture hors plan ne se produit avant le domaine D3.

Des essais avec observations in-situ ont été menés, afin d'observer l'enchaînement des modes d'endommagement observés après rupture.

2.2 Observations in-situ par microscopie optique

Deux essais avec observations par microscopie optique ont été réalisés sur les matériaux 2D et UD.

Observations pour la plaque 4005 (2D). La figure 2.26 présente l'activité acoustique lors de l'essai (localisation et amplitude des événements, et énergie acoustique cumulée). Les paliers d'observations sont indiqués. Seules deux zones cartographiées sont présentées, pour simplifier la lecture (zone 3 et zone 5). Elles représentent deux zones de forte activité acoustique.

On remarque que l'énergie acoustique évolue par seuil : environ 95% de l'énergie acoustique est libérée en fin d'essai à partir d'environ 0.18% de déformation appliquée. Cette évolution est différente de celle observée pour l'essai cyclé effectué sur 2D (évolution plus continue, figure 2.10 d.), de façon analogue à la différence observée entre les deux essais sur matériaux UD (évolution "binaire" figure 2.10 a., et évolution continue figure 2.10 b). L'évolution de l'énergie acoustique cumulée pour cet essai est cependant cohérente avec les stades d'endommagement définis précédemment, à savoir : peu d'activité acoustique lors des domaines 0 et 1 (jusqu'à environ 0.1% de déformation), accélération de l'activité acoustique qui reste peu énergétique lors du domaine 2 (jusqu'à environ 0.18% de déformation), et activité acoustique fortement énergétique au delà.

Les figures 2.27 et 2.28 illustrent les cartographies acquises à l'état initial, lors des 3 paliers de charges, et à rupture, pour les zones 3 et 5. En plus des fissures de retrait perpendiculaires au plan de stratification, on observe des fissures de délaminage à l'état initial (marquées en bleu sur les cartographies). Ces fissures sont localisées sur les deux plis extérieurs, de part et d'autre dans l'épaisseur. Dès le premier palier d'observation, le délaminage des plis extérieurs se propage. La propagation de ces fissures génère une énergie acoustique faible. Une zone particulière indiquée sur la figure 2.28 est détaillée sur la figure 2.29. On observe que les délaminages s'ouvrent dans le sens z lorsque le chargement s'accroît. L'ouverture des délaminages initiaux est associée aux déformations hors plan positives observées rapidement en début d'essai sur les bords d'éprouvette. En revanche, aucune fissure n'est détectée au centre de l'éprouvette lors des trois paliers de charge. D'après les mesures de déformations hors plan, l'inversion de l'effet Poisson s'opère progressivement lors du domaine 2

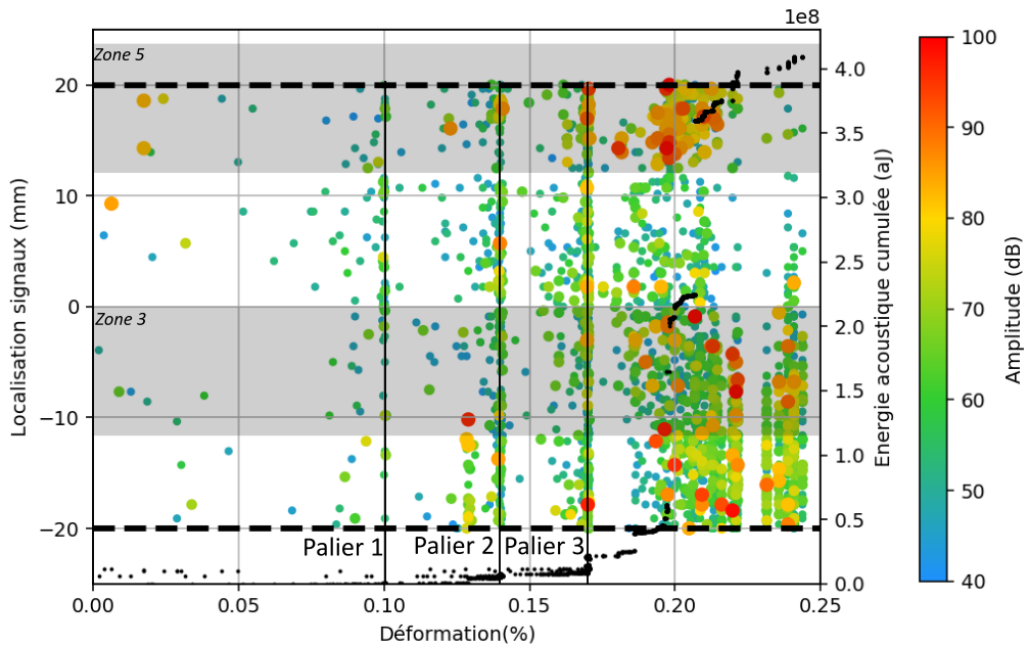


FIGURE 2.26 – Localisation et amplitude des évènements acoustiques détectés lors de l'essai (plaque 4005 - 2D), et évolution de l'énergie acoustique cumulée

(entre 0.1% et 0.18% de déformation appliquée, ie. lors des trois paliers d'observation effectués). Les déformations hors plan restent cependant négatives et quasi-constantes avec la charge lors de ce domaine. On peut donc supposer que l'initiation d'endommagement hors plan au centre de l'éprouvette a déjà débuté pour les paliers d'observation n°2 et 3, mais que la résolution des images ne permet pas leur observation.

Enfin, une seule fissure qui ne semble pas liée à la propagation de fissures initiales est observée dans les deux zones présentées (matérialisée par les flèches blanches), dès le palier n°2.

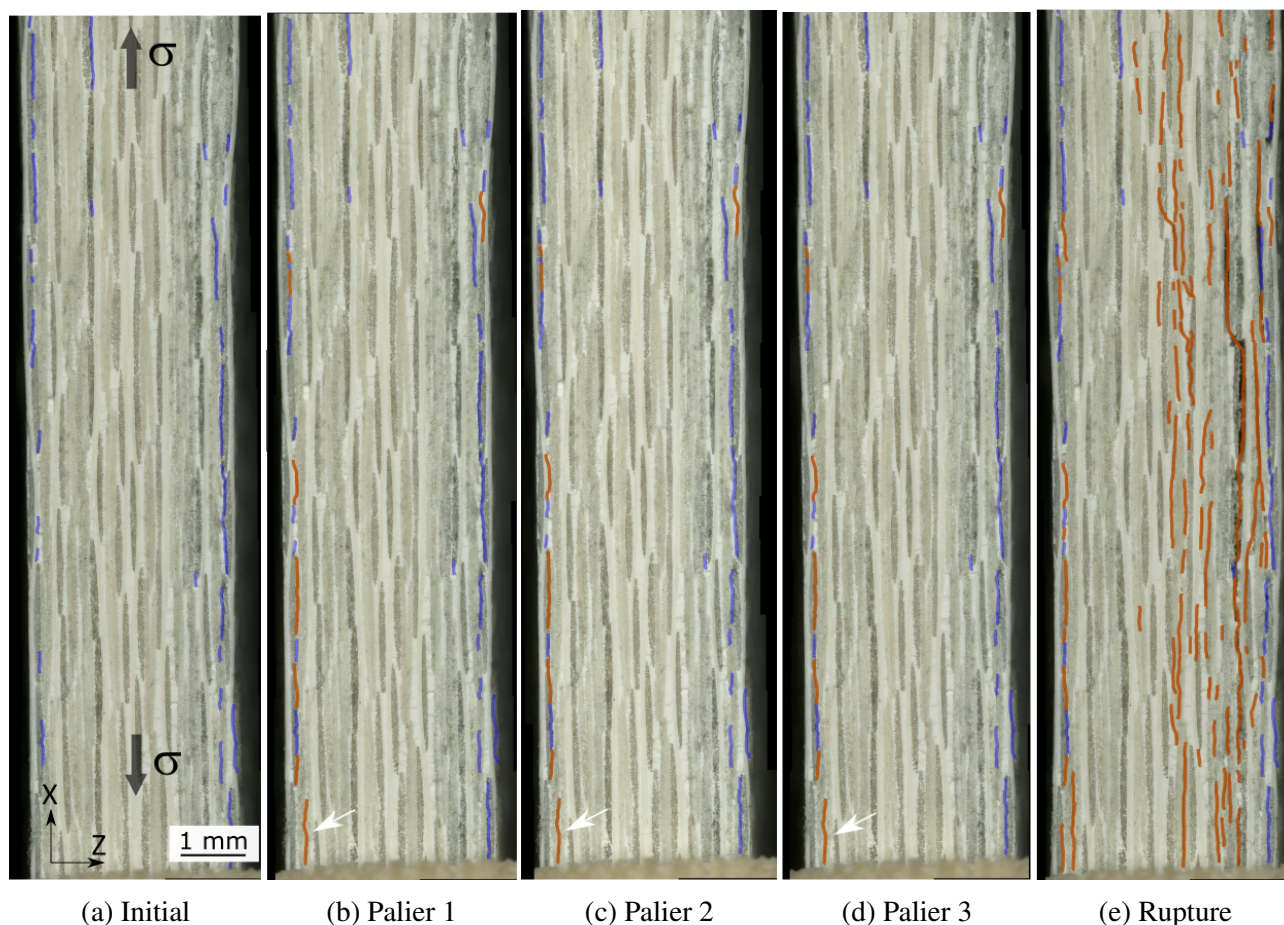


FIGURE 2.27 – Observations de la tranche du matériau 2D sur la zone 3 par microscopie optique, sous charge (bleu : fissures de délaminage initiales, orange : fissures de délaminage liées à l'endommagement)

Observations pour la plaque 1147 (UD). La figure 2.30 montre l'activité acoustique lors de l'essai (localisation et amplitude des évènements, et énergie acoustique cumulée). Les six paliers d'observations ainsi que la zone des cartographies présentées sont représentés.

La figure 2.31 illustre les cartographies acquises à partir du 3ème palier de charge (aucun endommagement n'est observé auparavant), sur la zone 3. L'activité acoustique localisée est la plus importante dans cette zone ; c'est également dans cette seule partie que des fissures ont été observées. Le premier endommagement est observé lors du 4ème palier à 0.17% de déformation (figure 2.31 a). Il s'agit d'une fissure parallèle à l'axe de charge, qui se propage à la fois à l'interface des plis 1 et 2 (qu'on peut alors qualifier de délaminage), et au sein du pli n°2 (qui est en fait une rupture hors plan plutôt qu'un délaminage). Cette fissure se propage lors des paliers de charge suivants. La localisation de cette fissure semble correspondre au premier saut d'énergie acoustique de forte amplitude (> 90dB) : entre -8.1mm et -10.6mm par visualisation au microscope optique, et à environ -11mm par localisation des sources d'émission acoustique. Ce signal acoustique est également responsable du premier saut majeur observé sur la courbe d'énergie acoustique cumulée. Cela confirme les données de la littérature selon lesquelles les évènements acoustiques de forte énergie sont associés à des mécanismes de délaminage pour des matériaux oxyde/oxyde [Gue18]. Tout comme pour le matériau 2D, cette fissure s'ouvre ensuite dans le sens hors plan. Il est également intéressant de noter que l'apparition de cette fissure est directement corrélée avec une zone de forte ondulation des fibres du pli

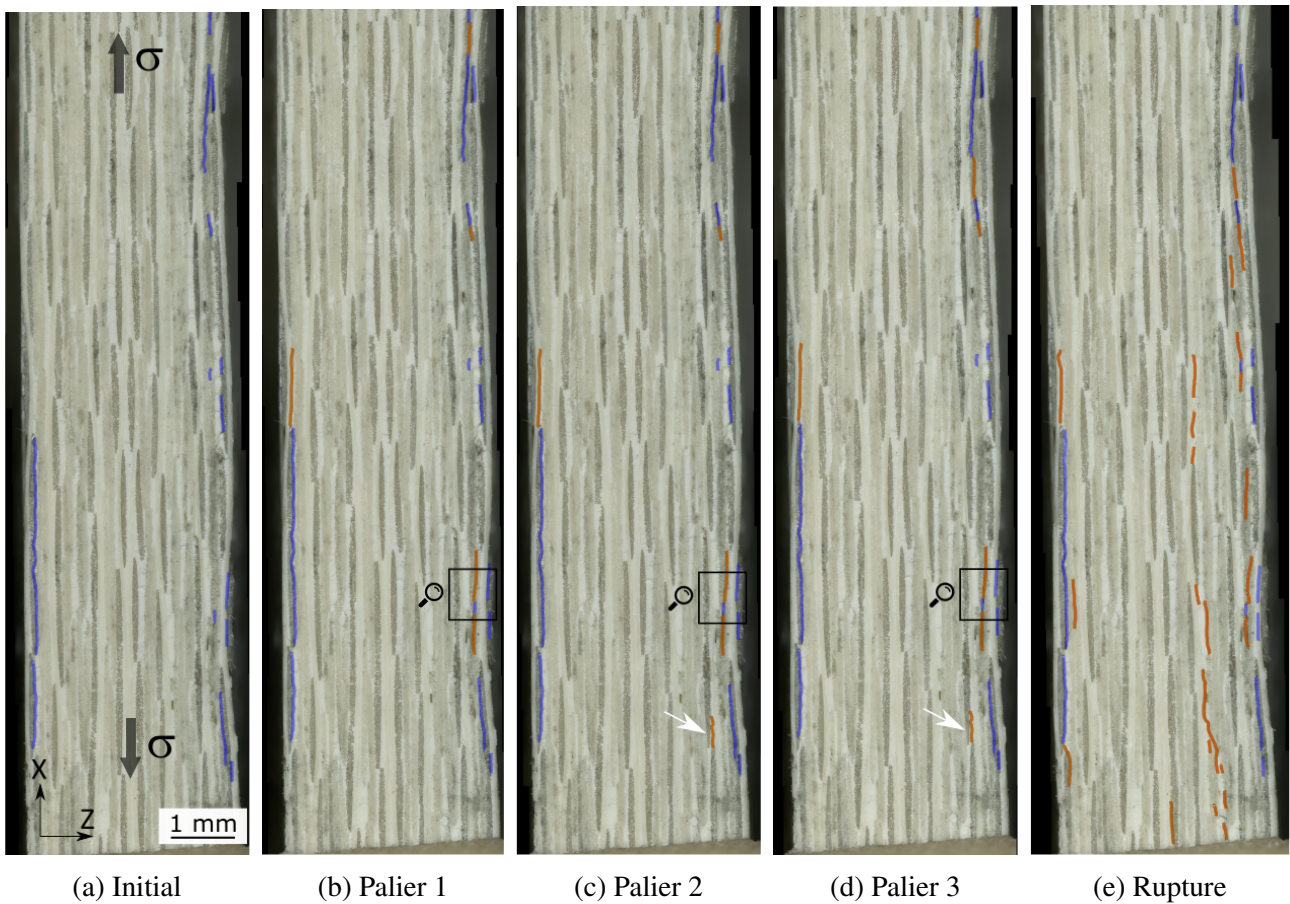


FIGURE 2.28 – Observations de la tranche du matériau 2D sur la zone 5 par microscopie optique, sous charge (bleu : fissures de délaminage initiales, orange : fissures de délaminage liées à l'endommagement)

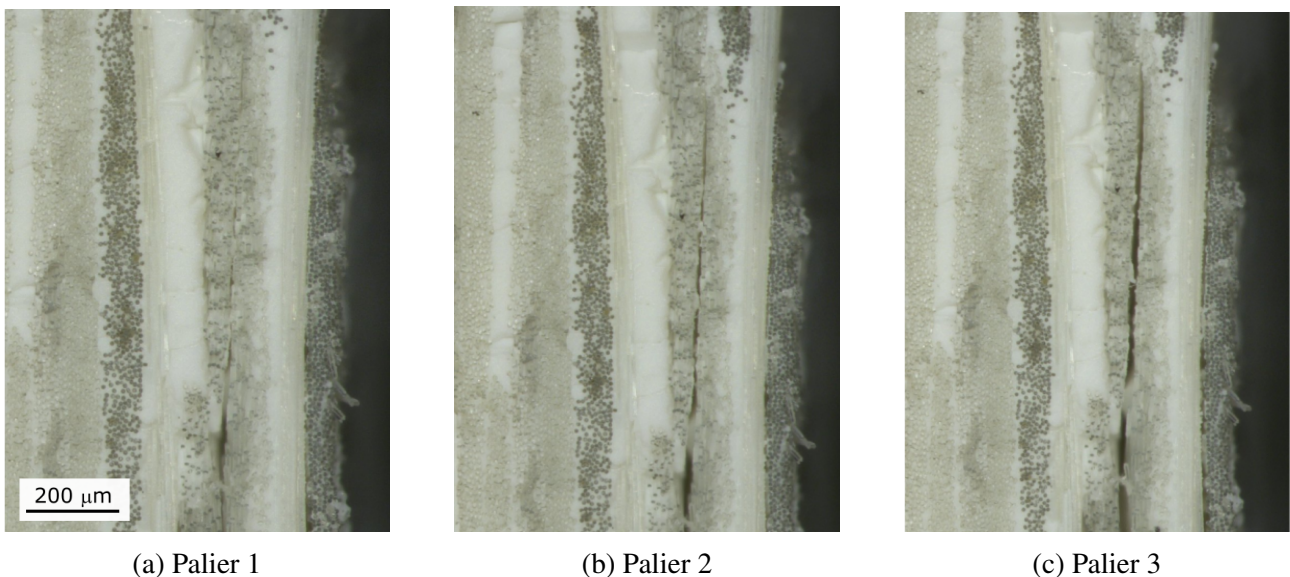


FIGURE 2.29 – Zoom de la cartographie en figure 2.28 : ouverture et propagation d'une fissure de délaminage au cours du chargement

voisin 0° (figure 2.32). Cette singularité pourrait à la fois expliquer l'apparition de déformations hors plan dès le début d'essai en bord d'éprouvette (les fibres des plis 0° ayant tendance à se réaligner avec l'axe de chargement), et contribuer un état de chargement hors plan local à l'origine de la fissure

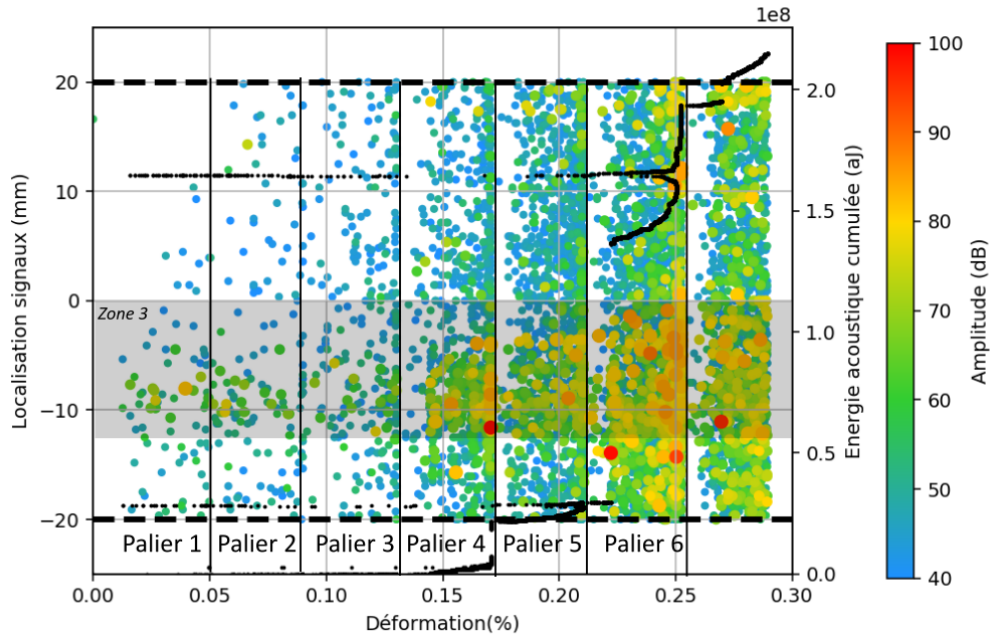


FIGURE 2.30 – Evolution de l'énergie acoustique et localisation des sources acoustique en fonction de leur amplitude tout au long de l'essai

observée.

Enfin, on distingue également lors du dernier palier l'apparition de deux nouvelles fissures : une fissure de délaminage à l'interface de pli $\pm 45^\circ$, et une fissure de rupture hors plan du second pli 90° . Il n'est cependant pas exclu que ces fissures soient déjà présentes lors des précédents paliers, mais non observables. On remarque en effet sur la figure 2.33 que la fissure du second pli 90° est très peu ouverte ; seules des décohésions fibre-matrice sont observées.

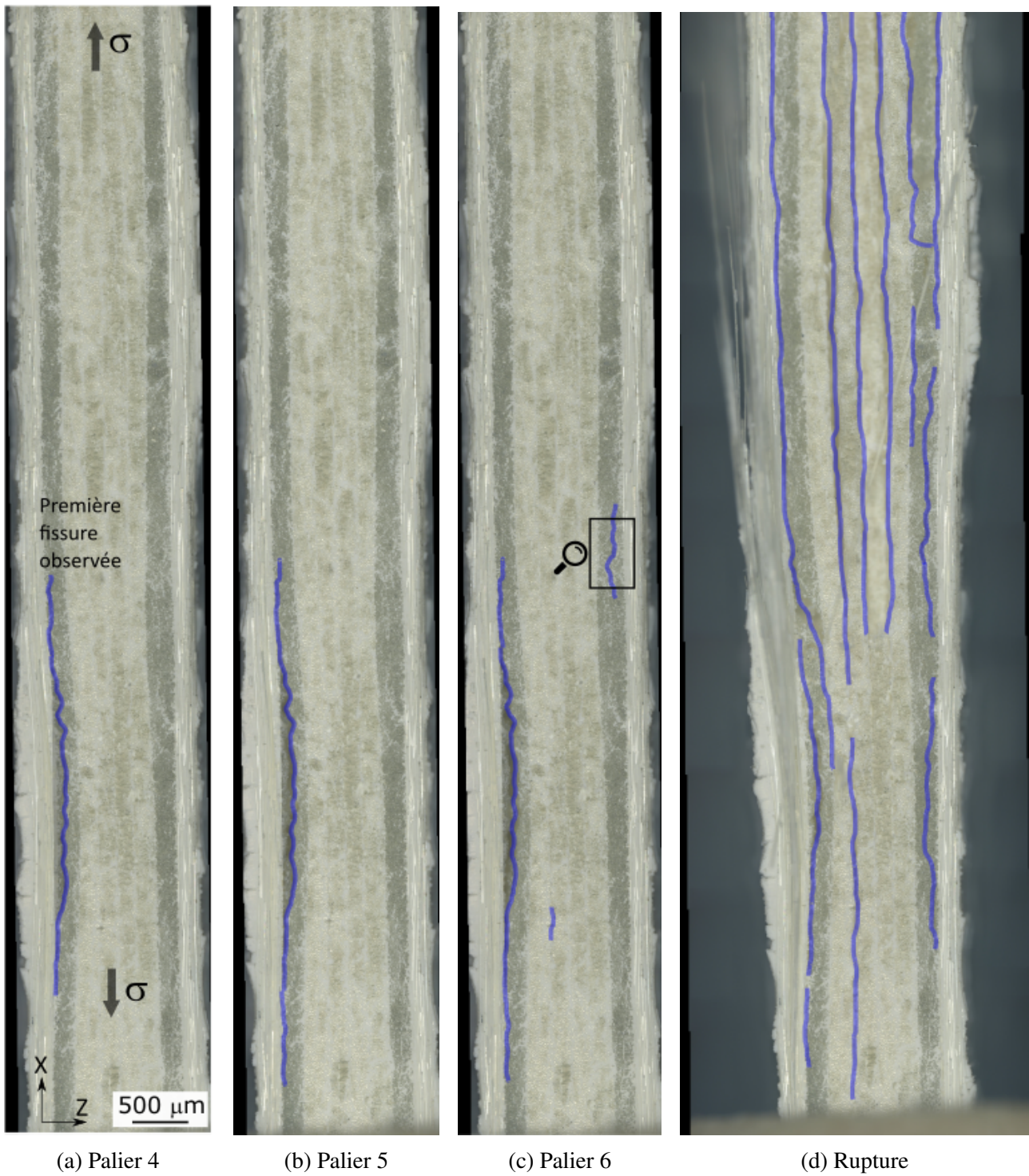


FIGURE 2.31 – Observations de la tranche du matériau UD sur la zone 3 par microscopie optique, sous charge (bleu : fissures de délaminage)

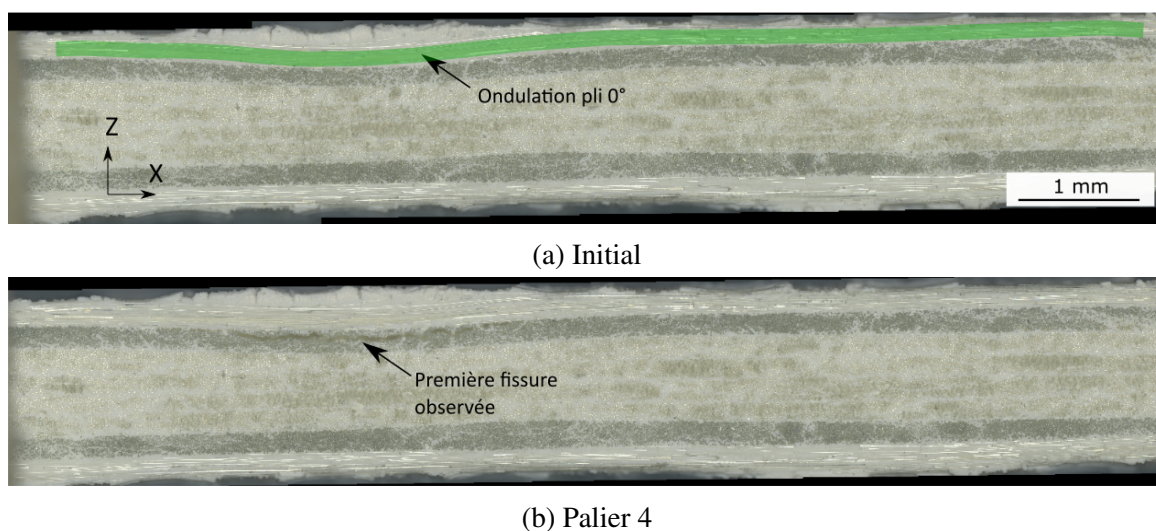
FIGURE 2.32 – Corrélation entre la rupture hors plan du pli 90° et l'ondulation du pli voisin 0° 

FIGURE 2.33 – Zoom de la zone matérialisée sur la figure 2.31 c

Finalement, les essais macroscopiques avec observations in-situ sur la tranche ont permis de compléter l'analyse des déformations hors plan mesurées pour les deux matériaux. Une comparaison avec l'émission acoustique a également été discutée. Pour le 2D, il semble se confirmer que les mécanismes de délaminage se manifestent de façon différente : faible énergie pour les propagations de fissures initiales, et forte énergie pour l'initiation de nouvelles fissures pour les plis centraux. Une corrélation entre la localisation des signaux de forte énergie et l'apparition de fissures hors plan a également été observée pour l'UD.

Cependant, seules des fissures de délaminage ont été observées. Dans le cas de l'UD, la première fissure n'a été observée qu'en deuxième partie d'essai, et aucun endommagement n'a pu être relié à la chute importante de module en début d'essai. Bien que l'observation in-situ par microscopie optique soit couramment utilisée pour les CMO [Huc05] et les CMC [Cou08] pour l'observation de fissures transverses de plis, cette instrumentation n'a pas permis les mêmes observations ici. *A fortiori*, aucune densité de fissure n'a pu être mesurée. La combinaison entre faible profondeur de champs offerte par la microscopie optique, faible ouverture des fissures, et polissage imparfait peut en être à l'origine. On observe en particulier une différence de topologie due à un polissage inégal entre les fibres et la matrice microporeuse, rendant difficile la mise au point du microscope. C'est dans ce cadre que des

essais in-situ sous MEB ont été réalisés, offrant des observations à des échelles plus fines, avec une meilleure profondeur de champ.

2.3 Observations in-situ sous MEB

Acquisition des images et représentativité des essais. La figure 2.34 illustre la géométrie de l'éprouvette sollicitée ainsi que la zone utile observée sur la tranche (les dimensions d'éprouvette ont été données en début de chapitre). Deux essais ont été effectués pour chacun des matériaux 2D et UD. Nous présenterons ici les cartographies de l'essai ayant permis le plus d'observations pour chacun des deux matériaux.

En plus des cartographies effectuées avant chargement et après rupture, des acquisitions ont été effectuées à différents niveaux de déplacement imposé au mors mobile (trois niveaux pour le 2D, 5 cinq niveaux pour l'UD). A chaque niveau de charge, dix cartographies ont été effectuées. Les images ont ensuite été assemblées pour l'observation des endommagements (figure 2.34) sur la totalité de la zone utile. La résolution finale des images présentées sont de 0.5 micron/pixel pour le 2D et 0.4 micron/pixel pour l'UD. Dans le cas du 2D, certaines zones ont été scannées localement à très forte résolution (jusqu'à 0.04 micron/pixel) mais n'ont pas permis d'identifier plus d'endommagements, et ne sont donc pas présentées. Rappelons également que pour le matériau 2D, la stratification $[0]_{16}$ est différente de la stratification quasi-iso des essais macroscopiques.

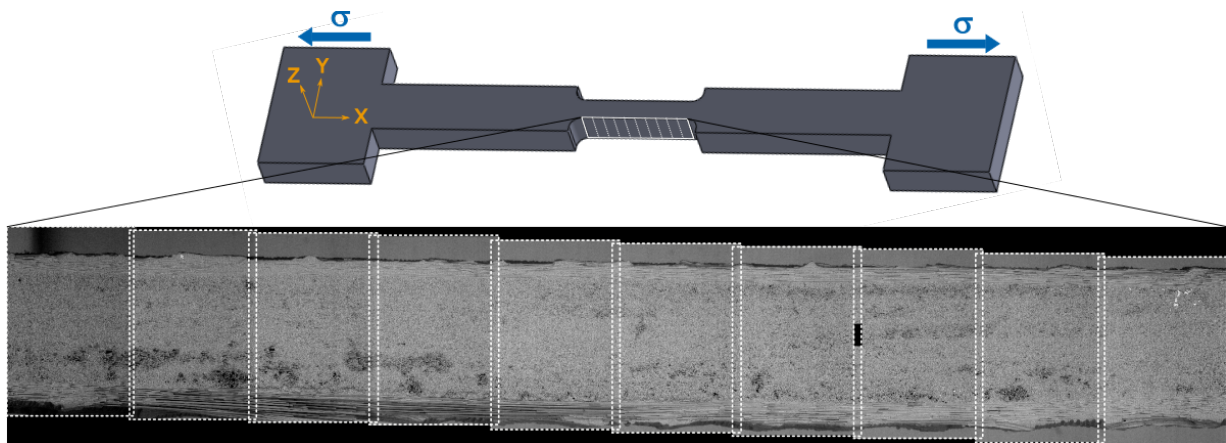


FIGURE 2.34 – Schéma de l'acquisition des cartographies acquises lors d'essai de traction in-situ sous MEB

La figure 2.35 illustre l'évolution de la contrainte (normée) par rapport au déplacement machine pour les deux essais présentés. Dans les deux cas on observe pour les faibles charges une convexité de la courbe due à la souplesse de la platine, et à la mise en place de l'éprouvette dans les mors. Au delà de cette zone pour le matériau 2D, la courbe contrainte - déplacement ne montre aucune perte de linéarité significative avant le palier n°3. La contrainte à rupture mesurée est de 200.0 MPa, soit environ 77% de la contrainte mesurée sur un essai standard. Pour le matériau UD, la perte de linéarité se produit juste avant le palier de chargement n°2, et devient fortement marquée entre les paliers n°2 et n°3. La non-linéarité semble se stabiliser sur la deuxième partie d'essai, au delà du palier n°3. L'allure de cette courbe est donc cohérente avec les courbes contrainte-déformation des essais macroscopiques. La contrainte à rupture mesurée est de 91 MPa, soit environ 51% de la contrainte à rupture mesurée pour un essai macroscopique de la même plaque. Précisons que suite à la campagne

d'essais sur UD, le démontage des éprouvettes a mis en évidence un endommagement de la cellule de force de la platine, remettant en cause la validité des niveaux de charge mesurés. La taille réduite des éprouvettes d'essais in-situ, en particulier pour les essais sous MEB, soulève par ailleurs la question de la représentativité de ces essais par rapport à des essais macroscopiques. C'est particulièrement le cas pour les composites 2D dont les plis tissés induisent des reports de charge complexes qui peuvent dépendre des volumes étudiés. Le motif de satin de 5 du 2D étudié possède des dimensions de VER de 10mm x 10mm qui sont supérieures à la largeur de 2mm de la zone utile pour la géométrie d'éprouvette utilisée.

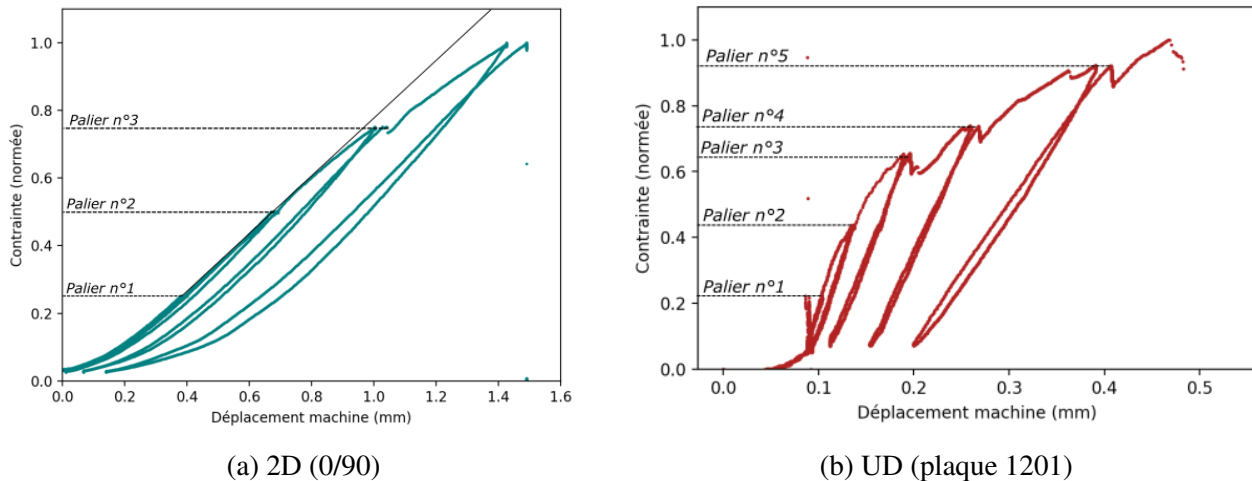


FIGURE 2.35 – Evolution de la contrainte (normée par la contrainte maximale) en fonction du déplacement imposé au mors mobile de la platine de traction pour les deux matériaux testés

Analyse des cartographies pour l'essai sur 2D. La figure 2.36 montre la totalité de la zone observée. La rupture semble bien s'être produite au niveau de la zone utile. Aucun endommagement n'a été détecté avant le palier n°3. La forte linéarité de la courbe contrainte - déplacement machine laisse supposer un endommagement restreint du matériau jusqu'à la transition entre le palier n°2 et le palier n°3. La figure 2.37 synthétise les endommagements observés au palier n°3, dans la zone centrale délimitée sur la figure 2.36. Il est observé à ce stade de l'essai des fissures parallèles à l'axe de charge, se propageant aux interfaces fils de chaîne / fils de trame, et au sein des fils de trame. On remarque que le délaminage le plus important se situe au voisinage d'une zone fortement poreuse, pouvant favoriser l'initiation de ce mode d'endommagement. Hormis cette macro-fissure, notons que peu d'endommagements sont observés. La finesse des endommagements rend difficile leur observation : la figure 2.38 révèle l'apparition de décohésions fibres matrice qui se situent dans la limite de résolution des images. Les zones localement observées à très forte résolution n'ont cependant pas permis d'observer plus de fissures.

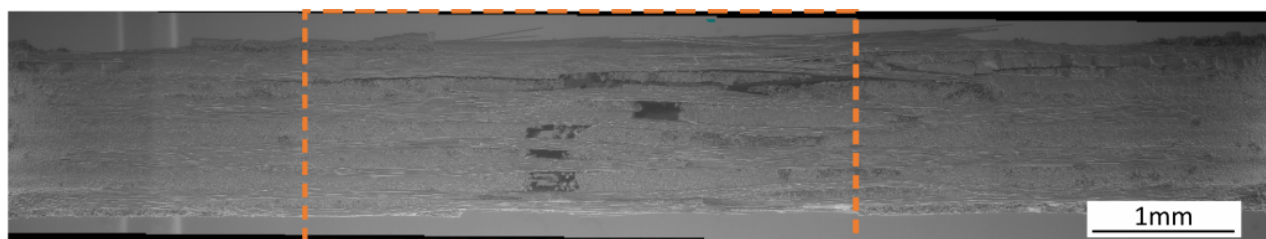
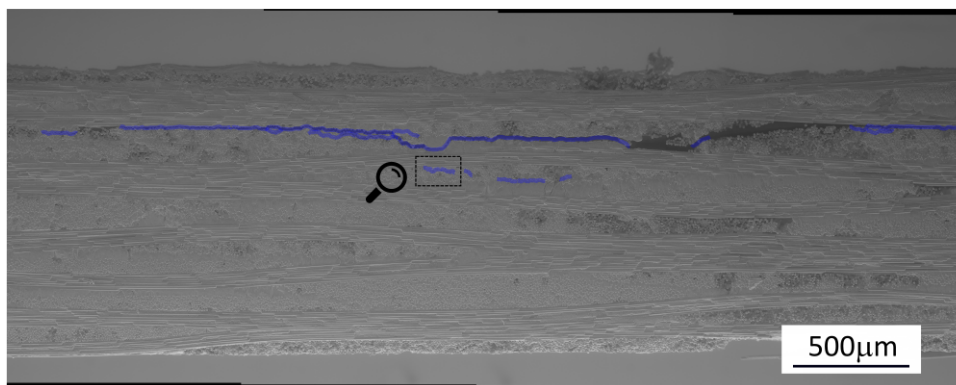


FIGURE 2.36 – Observation de la tranche de l'éprouvette après rupture intervenue dans la zone utile



(a) Palier n°3

FIGURE 2.37 – Visualisation générale des endommagements observés sur la zone centrale à partir du palier n°3 (aucun endommagement n'est détecté avant)

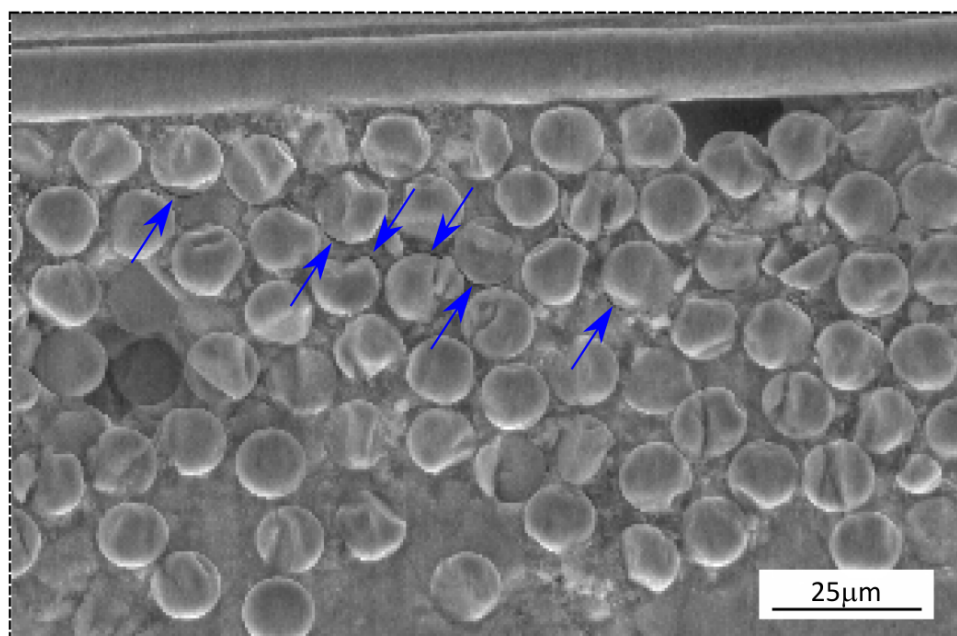


FIGURE 2.38 – Zoom de la figure 2.37 : fissuration hors plan d'un fil de trame

Analyse des cartographies pour l'essai sur UD. La figure 2.39 illustre la zone utile de l'éprouvette après essai, montrant que la rupture intervient dans la zone observée. La zone tracée délimite le domaine présenté dans la figure 2.42. Cette zone renferme les endommagements observés à partir du palier n°3 (aucun endommagement n'est observé auparavant, ce qui est cohérent avec l'allure de la courbe contrainte - déplacement). La légende utilisée ainsi qu'un zoom sur certains modes d'endommagement font l'objet des figures 2.40 à 2.46.

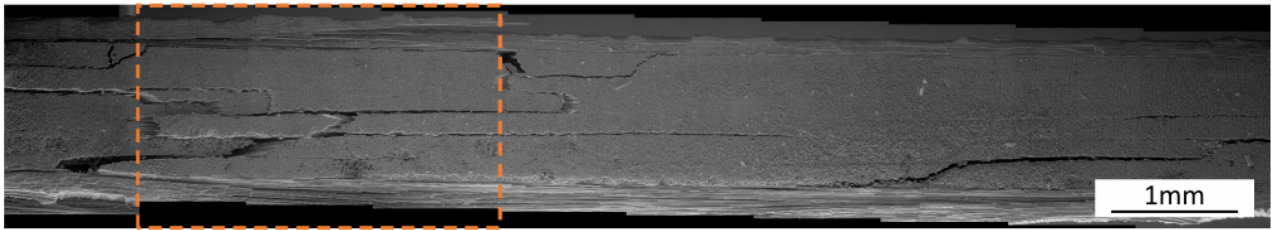


FIGURE 2.39 – Observation de la tranche de l'éprouvette après rupture intervenue dans la zone utile

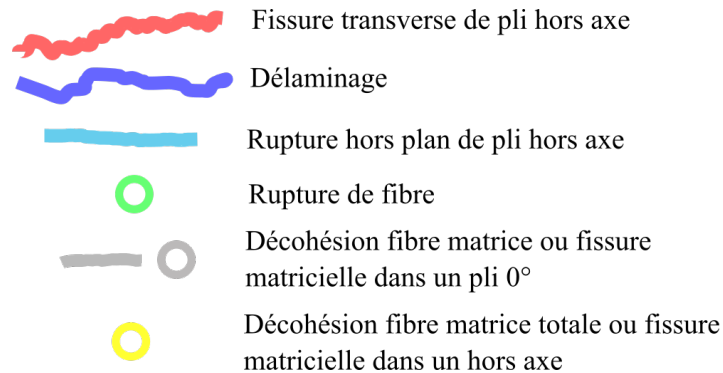


FIGURE 2.40 – Code couleur utilisé sur la figure 2.42, selon les endommagements observés

On remarque l'apparition de fissures transverses au 3^{ème} palier de charge dans les plis hors axe. Il semble que la percolation de décohésions fibre-matrice soient à l'origine de ces fissures transverses (figures 2.43, 2.44, et 2.45). La faible ouverture des fissures, de l'ordre de 2 pixels soit environ 1 micron (image 2.46), explique la difficulté liée à l'observation de ce type d'endommagement pour les essais macroscopiques avec suivi par microscopie optique. L'observation de ces fissures reste toutefois difficile pour les essais sous MEB, en particulier dans les plis à $\pm 45^\circ$ pour lesquels l'orientation des fibres associée à la différence de topologie entre fibres et matrice "cachent" certaines fissures. La figure 2.41 montre l'évolution de la densité de fissures $\bar{\rho}$ (normalisée par l'épaisseur du pli h) pour chaque pli en fonction des paliers de charge. Cette quantité est définie par l'équation 2.2, avec n le nombre de fissures transverses observées sur une longueur L . La densité de fissures est une variable souvent utilisée dans les modèles d'endommagement que nous aborderons lors du chapitre 3.

$$\bar{\rho} = \frac{n}{L}h \quad (2.2)$$

On constate qu'il semble y avoir plus de fissures dans les plis à 90° qu'à 45° . Ce résultat est à considérer avec précaution dans la mesure où, comme évoqué, les fissures sont plus facilement observables dans les plis à 90° qu'à $\pm 45^\circ$. En revanche, on remarque que le nombre de fissures augmente avec la charge, montrant qu'après l'apparition des premières fissures transverses, les plis hors axes continuent à supporter une partie de la charge appliquée au stratifié. Cet essai semble également indiquer que la première fissure transverse intervient à des niveaux de charges similaires entre les plis 90° , 45° , et -45° .

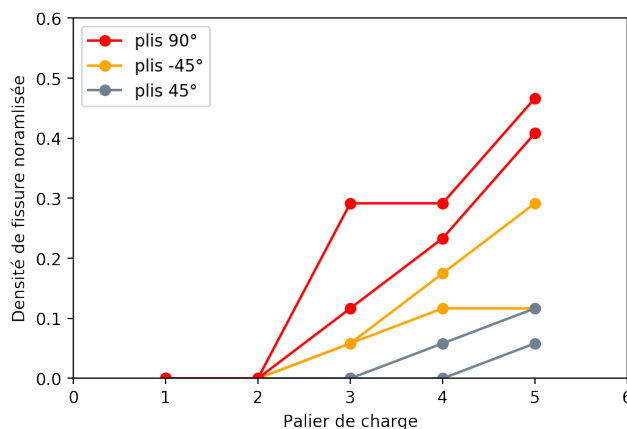


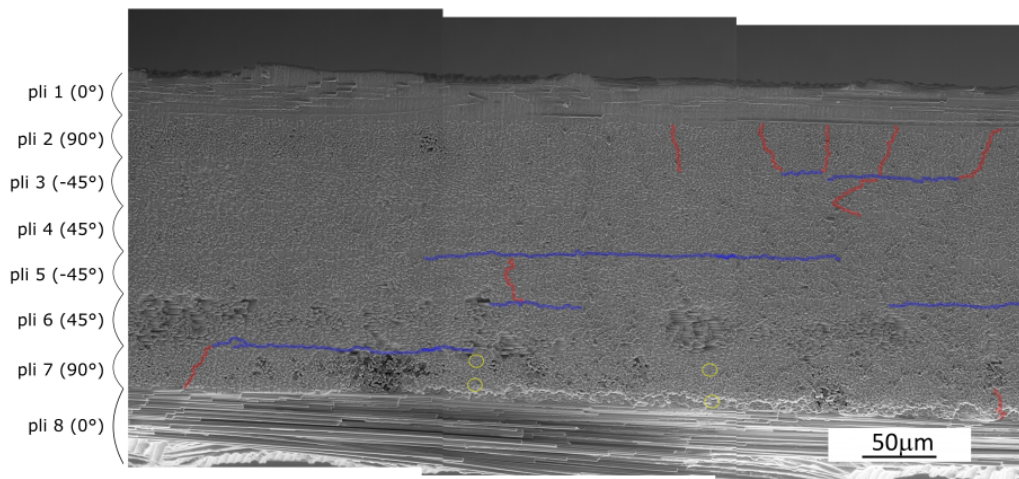
FIGURE 2.41 – Densité de fissures transverses dans les plis hors axes mesurée lors de l'essai sous MEB

Des déchaussements de fibres sont observés dans les plis à 45° à partir du 4^{ème} palier de charge, indiquant des décohésions entre fibre et matrice sur toute la circonférence de la fibre (figures 2.42 c. et 2.46 a) . Cela semble indiquer un état d'endommagement avancé du pli. De plus, l'extraction des fibres est la conséquence d'une sollicitation importante en cisaillement, ce qui est cohérent avec l'orientation des plis 45°. Des fissures de "splitting" sont également observées dans les plis à 0° à partir du même niveau de charge.

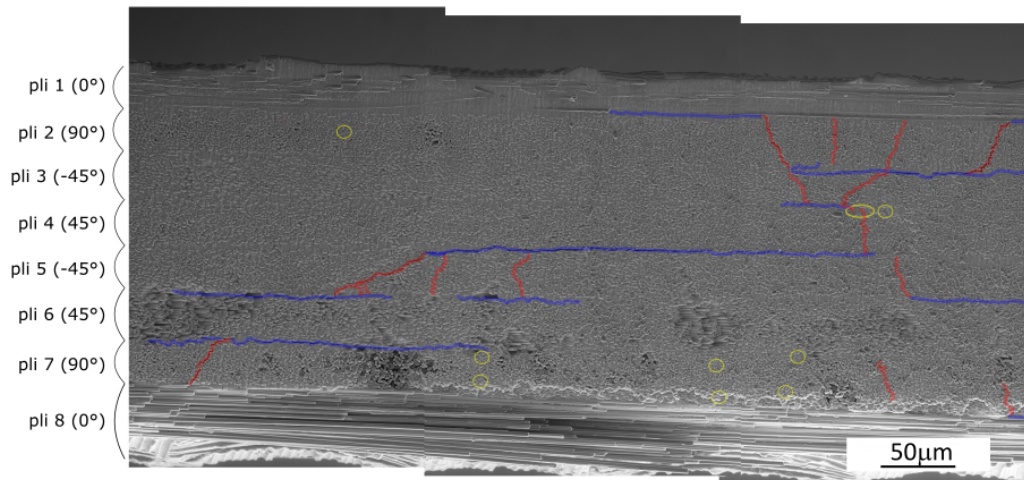
Les délaminages sont visibles à partir du palier de charge n°3, tout comme les fissures transverses. Il ne semble pas y avoir d'interface "préférentielle" car ce type d'endommagement est présent à toutes les interfaces de plis (0/90, 90/45, 45/-45), comme le montre la figure 2.41.

Le mode d'initiation de ces délaminages reste incertain. Dans les CMO, il est souvent remarqué des microdélaminages en pointe de fissure transverse, avant propagation le long de l'interface lorsque la densité de fissure transverse sature [Huc05]. Ici, il est surprenant de distinguer au même palier de charge les premières fissures transverses et des longueurs de délaminage aussi importantes. Deux hypothèses peuvent expliquer cette observation : i) des fissures transverses sont déjà présentes au(x) palier(s) de charge précédent(s) mais ne sont pas suffisamment ouvertes ou ne sont pas observables sur la surface de l'éprouvette, ii) d'autres mécanismes potentiellement exacerbés par la faible largeur de la zone utile sont à l'origine des délaminages observés sur la tranche.

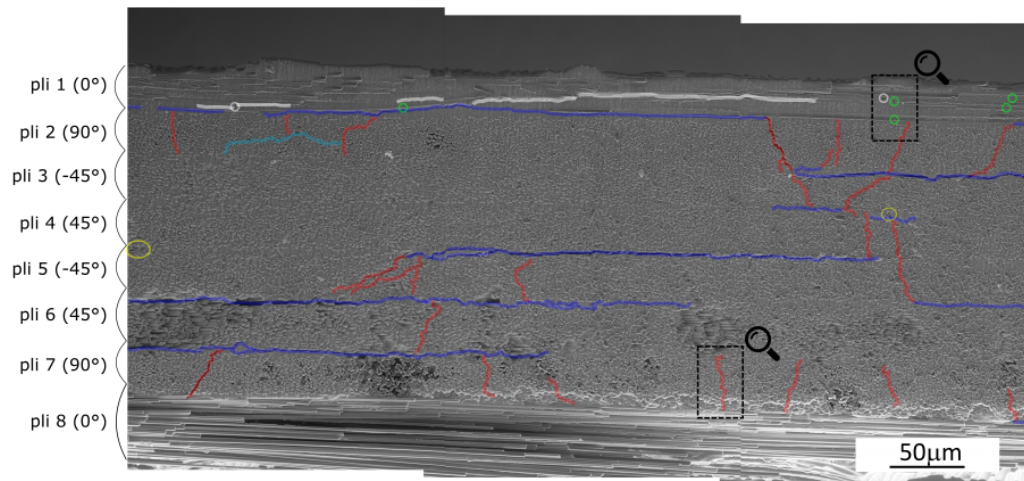
Notons finalement l'apparition de fibres rompues dans les plis 0° au dernier palier de charge, montrant que ce mode d'endommagement s'effectue de façon progressive dans les plis dont les fibres sont orientées dans l'axe de chargement.



(a) Palier n°3



(b) Palier n°4



(c) Palier n°5

FIGURE 2.42 – Visualisation générale des endommagements observés sur la zone 1 à partir du palier n°2 (aucun endommagement n'est détecté auparavant)

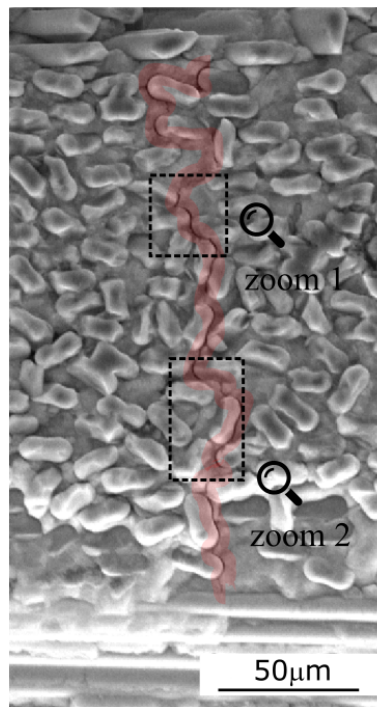


FIGURE 2.43 – Fissure transverse observée au palier 5 (zoom figure 2.42 c)

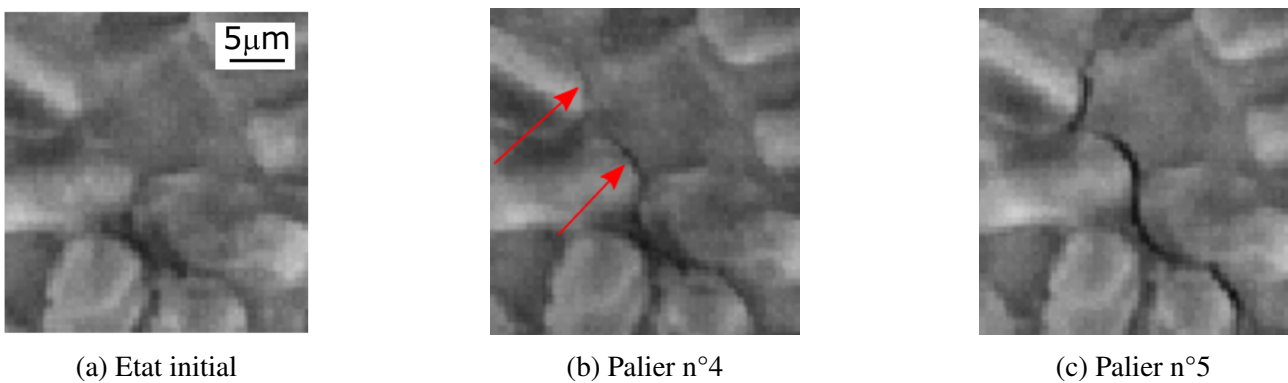


FIGURE 2.44 – Grossissement local de la figure 2.43

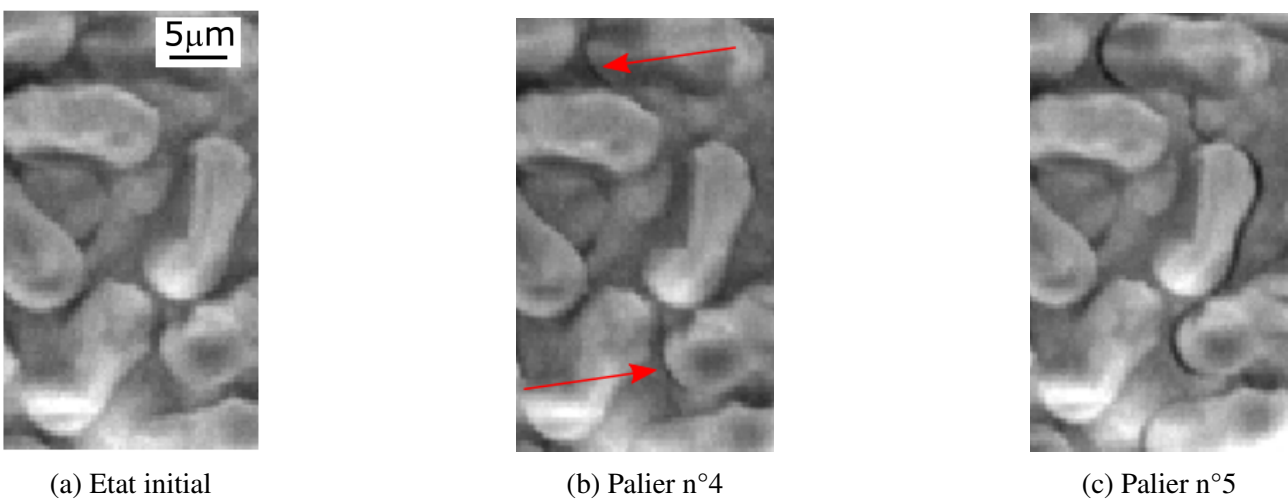


FIGURE 2.45 – Zoom 2 : Grossissement local de la figure 2.43

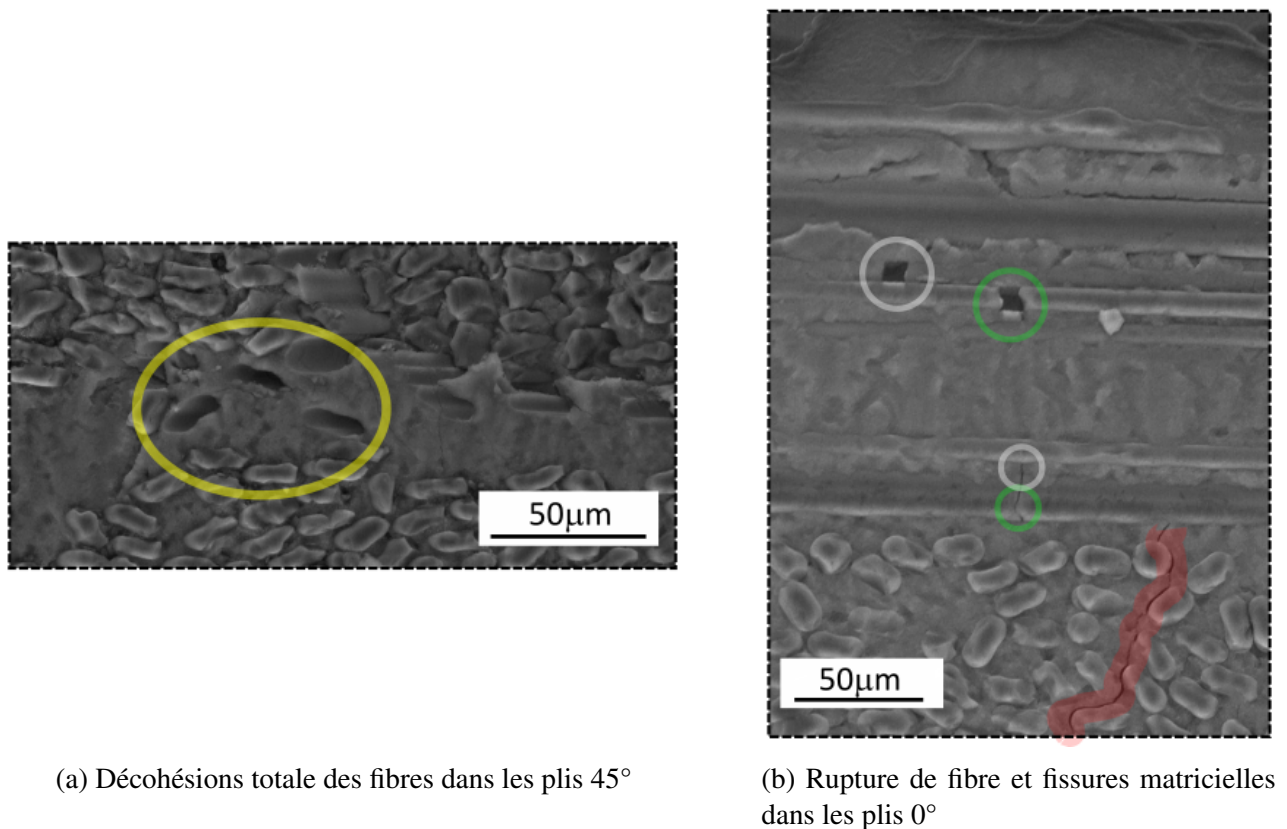


FIGURE 2.46 – Observations zoomées issues de la figure 2.42 c

3. Synthèse de l'étude expérimentale

Nous terminerons la caractérisation de l'endommagement des deux matériaux par la proposition de deux scénarios d'endommagement. Nous développerons ces scénarios en fonction des domaines d'endommagement définis, en précisant la nature des endommagements en jeu, et leurs effets sur les déformations hors plan, l'activité acoustique, et les quantités mécaniques évoquées.

3.1 Scénario d'endommagement du matériau 2D

La figure 2.47 trace les différents domaines d'endommagement définis. La figure 2.48 illustre les différentes étapes du scénario d'endommagement proposé. Par simplification, seuls deux plis à 0° et 45° sont représentés, parmi les 16 plis de la stratification quasi-iso symétrique.

- **Domaine D0 - élasticité** : La partie élastique s'étend jusqu'à environ 0.04% de déformation appliquée pour les éprouvettes 2D testées. Ce domaine est plus important que pour le matériau UD.
- **Domaine D1 - propagation des défauts initiaux en bord d'éprouvette** : On estime que deux modes d'endommagement se produisent à ce stade de l'essai. Premièrement, la mesure des déformations hors plan ainsi que les observations par microscopie optique montrent que les délaminages initiaux localisés dans les plis extérieurs se propagent. En parallèle, malgré la fissuration importante à l'état initial et malgré l'absence d'observation directe, on suppose que le chargement appliqué finit de saturer l'endommagement matriciel. Ces deux modes d'endommagement génèrent un effet très limité sur le module tangent et les

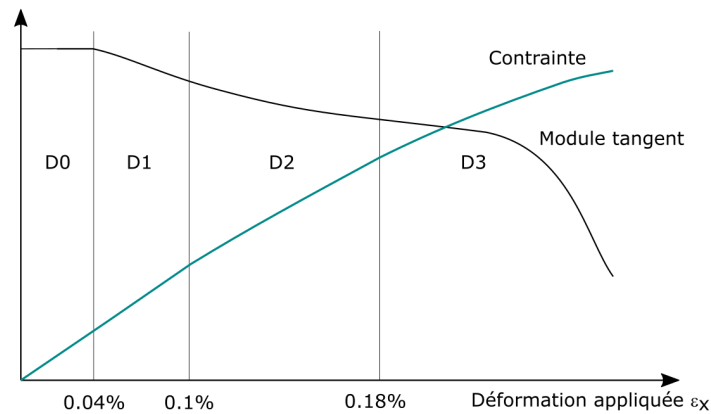


FIGURE 2.47 – Evolution du module tangent et de la contrainte pour le matériau 2D en fonction des domaines d'endommagement définis

déformations résiduelles (fissuration dans l'axe de chargement, et endommagement matriciel déjà quasi-saturé). L'énergie acoustique libérée par ces mécanismes est également faible.

- **Domaine D2 - initiation de l'endommagement hors plan** : Les fissures générées par le procédé de fabrication ou liées à l'endommagement vont ensuite se propager parallèlement à l'axe de sollicitation aux interfaces fil-fil, fil-matrice, ou au sein des fils orientés à 90° par rapport à l'axe de charge. Ce domaine marque l'initiation de l'endommagement hors plan (figure 2.48 b).

L'effet des endommagements liés au domaine 2 n'a qu'une faible influence sur le module, tout comme le domaine 1, étant donné que les fissures créées sont parallèles à l'axe de sollicitation. Ce domaine est caractérisé par une augmentation de l'énergie acoustique plus ou moins marquée selon les essais. A ce stade, les déformations hors plan s'accroissent en bord d'éprouvette, et l'effet Poisson s'inverse progressivement au niveau des plis centraux.

- **Domaine D3 - rupture** : Les singularités locales (telles que les zones macroporeuses) vont ensuite favoriser la propagation de ces fissures, créant des macro délaminages. Ce mode d'endommagement est corrélé avec l'accélération de l'énergie acoustique libérée. Le dernier domaine d'endommagement est également caractérisé par la rupture progressive des fibres, créant la chute de module observée.

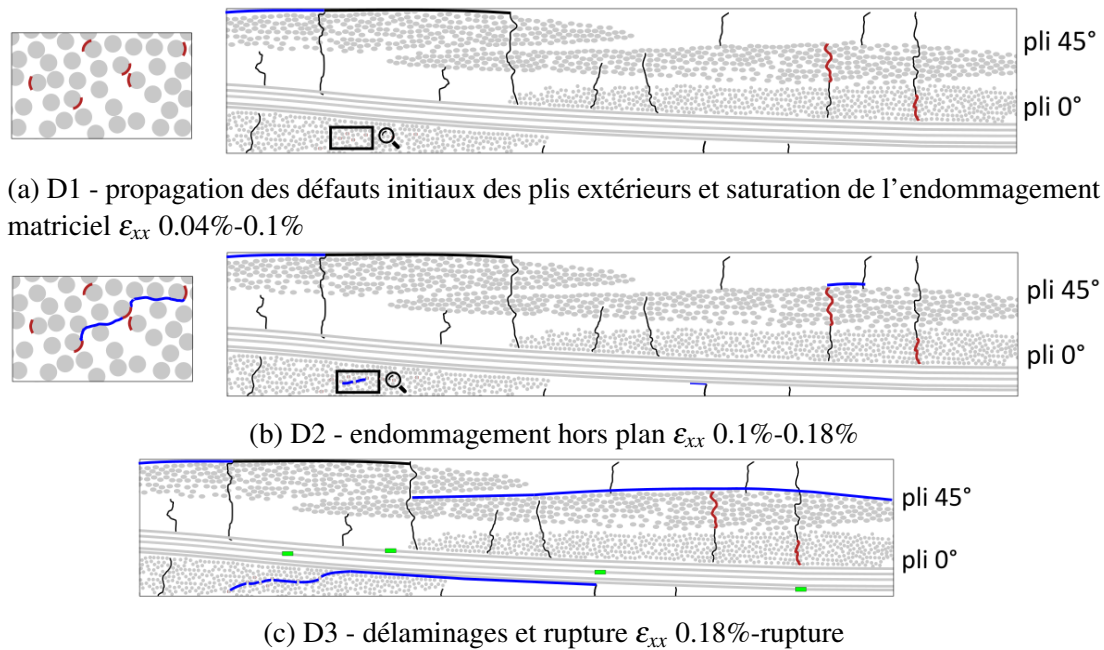


FIGURE 2.48 – Illustration des endommagements dans chacun des domaines définis pour le scénario d'endommagement du matériau 2D

3.2 Scénario d'endommagement du matériau UD

La figure 2.49 trace les différents domaines d'endommagement définis, tandis que la figure 2.50 illustre les différentes étapes du scénario d'endommagement proposé. Par simplification, seuls les plis 1 à 4 de la stratification totale [0/90/45/-45/45/-45/90/0] sont représentés.

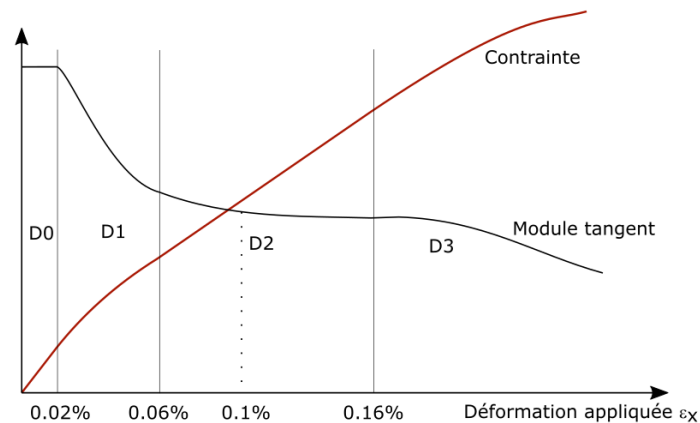


FIGURE 2.49 – Evolution du module tangent et de la contrainte pour le matériau UD en fonction des domaines d'endommagement définis

- **Domaine D0 - élasticité** : Le domaine D0 correspond à la partie linéaire élastique du comportement mécanique du stratifié. Ce domaine est très restreint (jusqu'à environ 0.02% de déformation environ), et est difficilement délimité de par le bruit des points de mesure en début d'essai.
- **Domaine D1 - endommagement matriciel** : L'endommagement se manifeste rapidement après le début de la sollicitation par l'apparition des décohésions fibre/matrice dans les plis hors axe (plis 2 à 7 - figure 2.50 a). En outre, un endommagement diffus lié à la rupture de ponts

entre les grains de matrice s'opère probablement dans tout le stratifié, même si la faible échelle caractéristique de ce type d'endommagement n'a pas permis son observation. Les décohésions fibre/matrice, l'endommagement de la matrice, et les fissures de retrait vont ensuite rapidement percoler, créant l'apparition de fissures transverses dans les plis hors axe (figure 2.50 b). Les transferts de charge entre les plis vont permettre la multiplication des fissures transverses. Certaines de ces fissures se propagent par ailleurs entre deux plis à orientation différente. Les déformations résiduelles dans l'axe de chargement apparaissent dans ce domaine.

Le domaine D1 est caractérisé par une forte perte de module, et un "coude" visible sur la courbe contrainte-déformation. La perte de module du stratifié est d'autant plus importante que le module de la matrice est élevé. Dans ce domaine, l'activité acoustique localisée diffère d'un essai à l'autre ; elle peut être quasi-inexistante, mais toujours très peu énergétique. L'effet Poisson est présent à ce stade pour les plis centraux. Cependant, certaines singularités telles que le réalignement des fibres des plis 0° dans des zones d'ondulation génèrent des déformations hors plan positives en bord d'éprouvette.

- **Domaine D2 - transition endommagement matriciel / hors plan** : La transition entre les domaines D1 et D2 s'effectue entre 0.05% et 0.06% de déformation pour les essais réalisés. Le domaine D2 peut être divisé en deux sous-domaines. En premier lieu, l'endommagement matriciel des plis hors axe arrive à saturation. La densité de fissures dans les plis hors axes n'augmente plus (ou peu). De plus, les déformations hors plan imposées aux plis 2 et 7 (90°) génèrent l'apparition de fissures parallèles à l'axe de chargement au sein de ces plis. Les fissures de retrait, dont l'orientation n'est pas nécessairement perpendiculaire au plan de stratification contrairement au 2D, peuvent faciliter cette initiation. L'activité acoustique reste faiblement énergétique, et des déformations résiduelles hors plan apparaissent localement en bord d'éprouvette. Les frottements internes (ouverture des boucles d'hystérésis) apparaissent à ce stade de l'essai.

A partir d'environ 0.1% de déformation, la libération d'énergie va alors s'effectuer à travers des endommagements hors plan par l'initiation de fissures de délaminages aux interfaces de plis (figure 2.50 d). C'est à ce stade que l'effet Poisson s'inverse progressivement au centre de l'éprouvette. Sur les bords (plis 2 et 7), les fissures hors plan intrapli se propagent et accroissent les déformations résiduelles ε_{zz} . L'orientation de ces fissures, parallèles à l'axe de chargement, explique la baisse limitée du module tangent dans la deuxième partie de ce domaine. Cependant, l'activité acoustique s'accélère progressivement, avec une augmentation plus ou moins importante de l'énergie libérée à partir de 0.1% environ.

- **Domaine D3 - rupture** : La transition entre les domaines D2 et D3 s'effectue à environ 0.16% de déformation appliquée. Le domaine D3 est marqué par la rupture hors plan du matériau : les endommagements hors plan initiés lors du domaine D2 se propagent et la rupture hors plan des plis 90° ainsi que des délaminages à toutes les interfaces de plis apparaissent. A ce stade, le gonflement se généralise à toute l'épaisseur du matériau : les déformations hors plan ε_{zz} augmentent fortement dans toute l'épaisseur, ainsi que les déformations résiduelles. Par ailleurs, l'apparition de ruptures de fibre dans ce domaine annonce la rupture progressive du stratifié (figure 2.50 e).

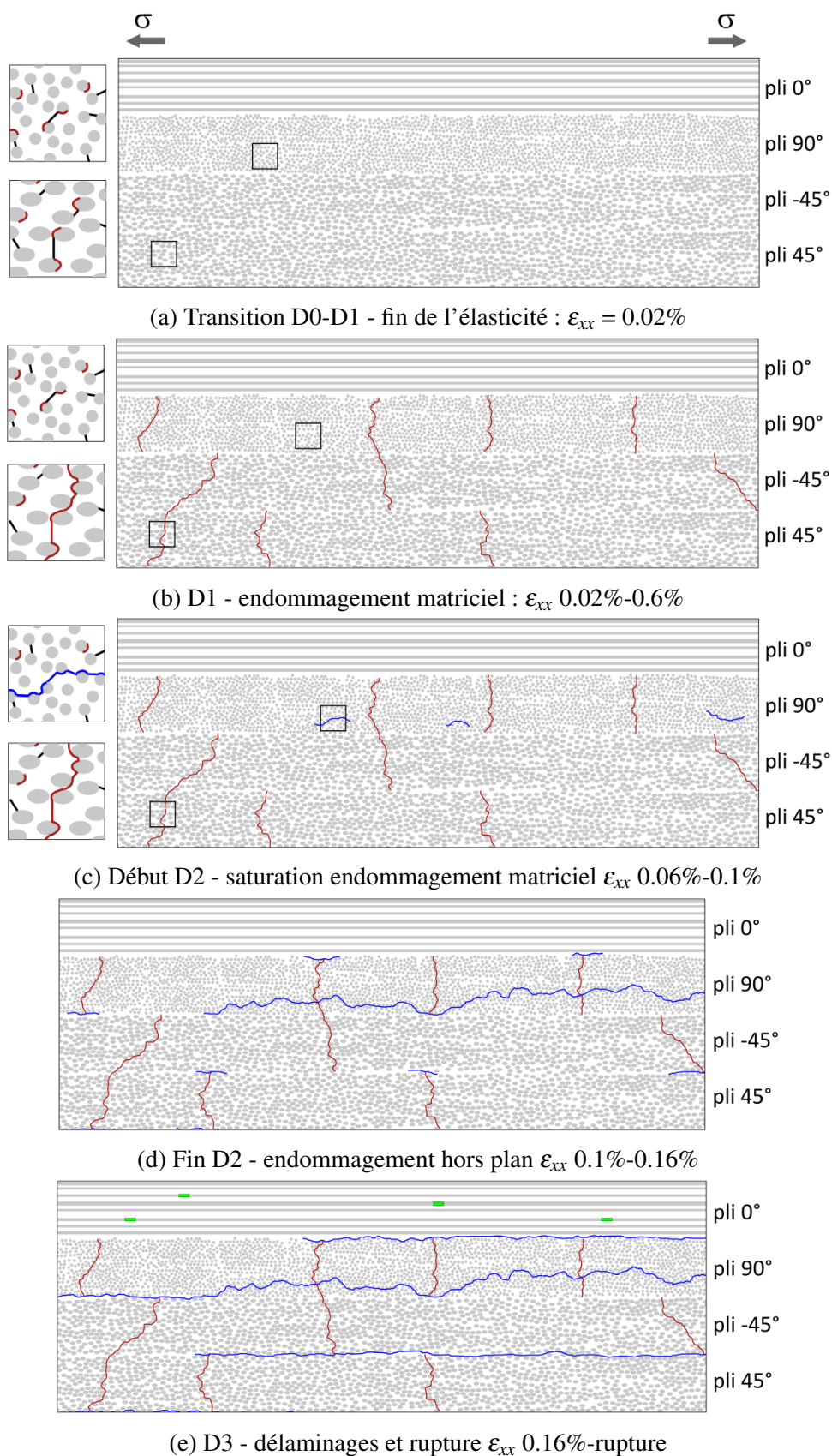


FIGURE 2.50 – Illustration des endommagements dans chacun des domaines définis pour le scénario d'endommagement du matériau UD

4. Bilan

Une analyse expérimentale des modes et séquences d'endommagement a été proposée pour les deux matériaux, à l'aide d'essais mécaniques instrumentés. L'évolution du module tangent se montre être un bon indicateur permettant de définir les différents seuils d'endommagement. La mesure de l'énergie acoustique, et des déformations hors plan, ainsi que les observations in-situ et post-mortem ont permis d'enrichir et de conforter la compréhension des mécanismes d'endommagement dans chacun des domaines définis.

L'étude des déformations hors plan par corrélation d'image sur la tranche de l'éprouvette met en évidence la cinétique de gonflement de l'éprouvette, souvent mentionné dans la littérature pour décrire les faciès de rupture. Les mesures ont montré une cinétique différente de l'évolution de ces déformations dans l'épaisseur du matériau. Pour les deux matériaux étudiés, dont les architectures textiles et les épaisseurs sont différentes, l'effet Poisson est inversé rapidement en début d'essai. Les singularités de bords (endommagement initiaux pour le 2D, ou ondulations des fibres pour l'UD) semblent expliquer ce phénomène. Les essais ont finalement permis de conclure que le gonflement général de l'éprouvette lié aux délaminages s'opère à partir du troisième domaine d'endommagement défini. Ce seuil d'endommagement marque un point critique dans le comportement mécanique des deux matériaux.

L'étude menée a également permis d'analyser le comportement mécanique d'un nouveau CMC : l'oxyde/oxyde UD. Ce matériau semble démontrer des propriétés élastiques intéressantes en comparaison à l'oxyde/oxyde tissé, tout en proposant des propriétés à rupture comparables à iso taux volumique de fibre. Comme le montre la littérature, l'endommagement matriciel génère peu d'activité acoustique malgré un effet important sur le module. En revanche, l'activité acoustique énergétique semble directement liée aux fissures de délaminages. Par ailleurs, en comparant les essais sur plaque UD 1201 et 1147, il semble qu'une diminution de la microporosité matricielle (donc une augmentation du module de la matrice), modifie fortement l'élasticité du stratifié et pilote directement la sévérité de la chute de module du domaine 1. Ce domaine est dominé par l'endommagement matriciel. Le scénario d'endommagement proposé suppose que, pour deux matériaux UD à iso taux volumique de fibre et à différents modules de matrice, le module sécant mesuré tend vers une valeur équivalente à partir d'environ 0.1% de déformation (c'est à dire à partir du moment où la densité de fissures transverses sature). Au delà, la libération d'énergie s'effectue alors par l'initiation de fissures de délaminages qui coalescent à la transition domaine D1 - domaine D2, marquant le début du gonflement observé. Ainsi, malgré la différence de microporosité matricielle et de rigidité initiale, les mêmes mécanismes et les mêmes seuils d'endommagement sont observés pour les matériaux UD. Le scénario d'endommagement proposé est par ailleurs similaire à ce qui est observé dans les CMO, comme nous en discuterons lors du chapitre 3.

Le matériau 2D étudié présente un comportement mécanique fortement linéaire, différent du matériau UD. En effet, l'état de fissuration semble quasi-saturé à l'état initial, ce qui limite le domaine d'endommagement matriciel pour le matériau 2D (domaine D1 pour le matériau UD). Cette différence implique que l'énergie de déformation nécessaire pour endommager le matériau est plus importante, et peut expliquer la différence de limite d'élasticité entre 2D et UD (respectivement environ 0.04% et

0.02% de déformation). Cependant, notons que la déformation à laquelle les macrodélaminages sont observés est similaires entre les deux matériaux (0.18% pour le 2D, 0.16% pour l'UD). Le niveau de contrainte à rupture semble également similaire à iso taux de fibre. Ainsi, les différences observées entre 2D et UD sont principalement observées en début d'essai, et à attribuées à l'élaboration et la morphologie des fissures à l'état initial. Notons que l'effet de la nature de matrice sur les mécanismes d'endommagement (aluminosilicate pour le matériau 2D, alumine pure pour le matériau UD) n'a pas pu être précisément étudiée lors de ces essais. L'approche numérique proposée dans les chapitres 3 et 4 pourrait permettre d'étudier ce sujet.

Pour conclure, les scénarios d'endommagement fournissent les données d'entrée nécessaires pour la modélisation de l'endommagement de ces deux matériaux. De plus, le scénario proposé pour le nouveau matériau UD démontre des mécanismes d'endommagement proches de ceux observés au sein des CMO. Une différence réside cependant dans la sensibilité aux chargements hors plans imposés par les singularités géométriques. La littérature abondante sur les CMO permettra d'orienter les choix de modélisation, qui font l'objet des prochains chapitres 3 et 4.

Certains sujets restent cependant ouverts. En particulier, pour le matériau UD, les mécanismes qui conduisent à la mesure de déformations hors plan positives dès le début de sollicitation en bord d'éprouvette. De même, l'origine de la fissuration hors plan systématiquement observée sur les plis 90° (plis 2 et pli 7) est ouverte à l'étude. Une explication possible pourrait concerner l'ondulation des plis extérieurs voisins, comme expliqué lors des analyses par microscopie optique. Cependant, une analyse numérique semble nécessaire pour étudier l'origine des déformations et ruptures hors plan observées. Nous souhaites maintenant proposer une méthode multi-échelle permettant de prédire le comportement mécanique des composites oxyde/oxyde, et confirmer les scénarios d'endommagement proposés.

Chapitre 3

PROPOSITION D'UNE MÉTHODE MULTI-ÉCHELLE POUR LA MODÉLISATION DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE

Sommaire

1	Définition du cadre d'étude	82
2	Modélisation d'un matériau idéal à l'échelle micro	84
2.1	Génération d'un VER micro numérique	84
2.2	Modélisation du comportement de la matrice	94
2.3	Modélisation du comportement de l'interface fibre/matrice	100
2.4	Choix des paramètres	103
3	Comportement à l'échelle micro et changement d'échelle	104
3.1	Etudes paramétriques à l'échelle micro	104
3.2	Modélisation du comportement du pli élémentaire : éléments de bibliographie	115
3.3	Modèle choisi	121
3.4	Identification des paramètres du modèle méso	128
4	Bilan	132

Après la caractérisation expérimentale du chapitre 2, nous nous intéresserons ici à une étude numérique de l'endommagement des matériaux d'étude. Ce travail sera réparti sur les deux chapitres 3 et 4. Le présent chapitre s'attachera à décrire la méthode multi-échelle employée, afin de proposer un modèle de comportement du pli élémentaire UD. Nous commencerons par définir les objectifs des travaux de modélisation ainsi que le cadre d'étude, puis une revue bibliographique conduira au choix d'un modèle méso. La stratégie de modélisation multi-échelle sera ensuite développée, avant une application aux matériaux d'étude dans le chapitre 4.

1. Définition du cadre d'étude

Objectifs et périmètre d'étude. Trois grandes échelles sont souvent mentionnées dans les composites stratifiés : l'échelle micro (échelle des constituants élémentaires, où l'on distingue les fibres et la matrice), l'échelle méso (échelle du pli élémentaire où l'on considère le pli comme homogène), et l'échelle macro (échelle du stratifié, où plusieurs plis sont empilés selon des orientations différentes). Pour les composites oxyde/oxyde, une autre échelle peut être considérée : l'échelle "nano" (à l'échelle de la matrice et des particules d'alumine). Dans le cas des composites tissés, une échelle intermédiaire existe entre l'échelle micro et l'échelle du pli, qui est due à l'architecture textile du pli (figure 3.1).

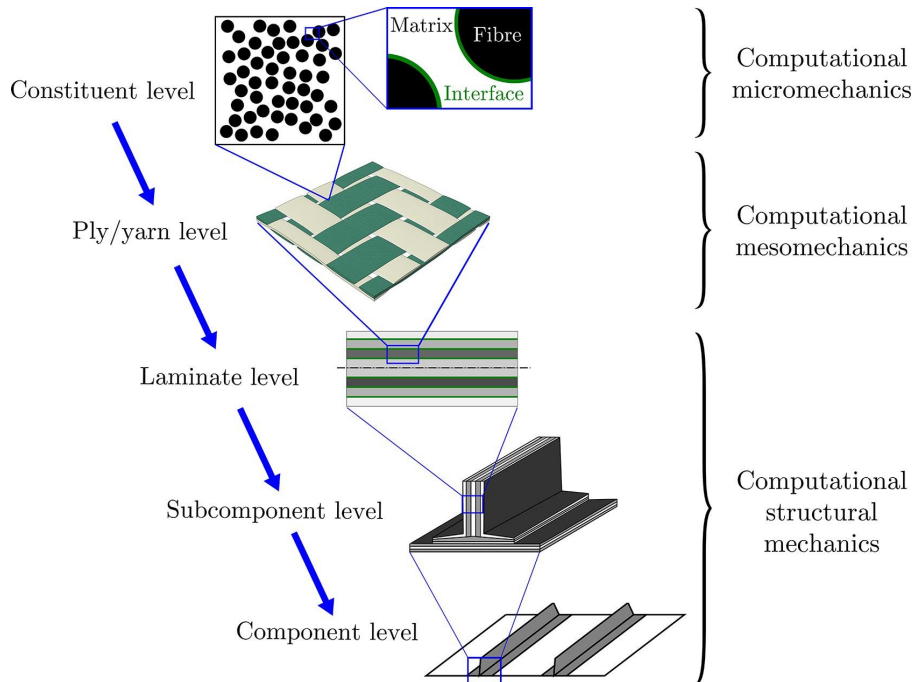


FIGURE 3.1 – Illustration des différentes échelles dans un composite tissé selon [Múg19]

L'objectif du travail de modélisation dans le cadre de ces travaux est double. Premièrement, il s'agira de pouvoir compléter la caractérisation expérimentale en améliorant la compréhension du comportement des matériaux étudiés. Le modèle devra décrire l'enchaînement des différents mécanismes d'endommagement au moins jusqu'à la transition des domaines D2 et D3 définis expérimentalement (début d'apparition de macrodélamination). Le second objectif sera de proposer une méthode de modélisation par *virtual testing*. En effet, les contraintes de mise en oeuvre imposent d'étudier expérimentalement une stratification quasi-iso donnée. Il s'agira donc de pouvoir extrapoler la compréhension des mécanismes d'endommagement à la prédiction du comportement d'une géométrie de stratifié quelconque, afin d'alimenter des approches macroscopiques. Ces objectifs incitent donc à établir ce modèle à l'échelle du pli. Le modèle devra également permettre de comprendre comment et en quoi un changement de microstructure se traduit sur le comportement mécanique du stratifié. Il semble dans ce cas plus adapté de prendre en compte explicitement la microstructure de l'UD à l'échelle micro. Ces objectifs ont donc amené à considérer le choix d'un modèle d'endommagement continu élastique endommageable à l'échelle du pli élémentaire (échelle méso), dont les paramètres seront identifiés par l'étude du comportement à l'échelle micro. Le modèle sera implémenté dans un code de calcul éléments finis.

La formulation du modèle dépend également des résultats expérimentaux disponibles, ce qui impose

des hypothèse simplificatrices. Nous considérerons donc le cas d'une sollicitation monotone en traction, à température ambiante. Une attention particulière sera cependant donnée à pouvoir intégrer le cas de sollicitations diverses (notamment hors plan).

Modélisation d'un UD idéal. Nous ferons dans un premier temps le choix de centrer le travail de modélisation sur le matériau stratifié UD, auquel ce chapitre est dédié. Nous développerons notre démarche de modélisation dans le cas d'un UD dit idéal, c'est à dire un composite constitué de fibres noyées dans une matrice microporeuse. L'application du modèle à un stratifié réel (prise en compte des fissures de retrait et de la macroporosité), ainsi qu'une adaptation au matériau 2D (architecture textile et nature de matrice différentes) seront abordées lors du chapitre 4.

Stratégie multi-échelle choisie. Les modèles d'endommagement multi-échelle permettent de transférer l'effet de mécanismes se produisant à une échelle donnée vers l'échelle supérieure. Dans le cas des approches micro-méso, les modèles s'appuient souvent sur la définition d'un VER (Volume Elementaire Représentatif) constitué de fibres et de matrice. Les calculs générés à cette échelle permettent d'alimenter directement les modèles aux échelles supérieures. Une attention particulière doit être donnée à la taille des cellules choisies, ainsi qu'à l'arrangement des fibres au sein de cette cellule. Certains auteurs font le choix de générer des cellules représentatives de la microstructure réelle [Cou08; Pu17], tandis que d'autres choisissent d'intégrer les variations locales de la microstructure aux échelles supérieures [Maz18]. La démarche utilisée dans cette thèse se base sur la méthode initiée dans la thèse de [Maz18] pour CMC SiC/SiC. Nous tenterons cependant d'étendre le modèle au-delà des premiers endommagements, et d'intégrer les différentes particularités des CMC oxyde/oxyde. Ainsi, toutes les propriétés du modèle du pli élémentaire seront identifiées grâce à des sollicitations virtuelles à l'échelle micro (figure 3.2). Le comportement mécanique d'un stratifié donné sera donc prédit sans identification expérimentale des paramètres, exclusivement à partir des propriétés relatives aux constituants et à la microstructure du matériau.

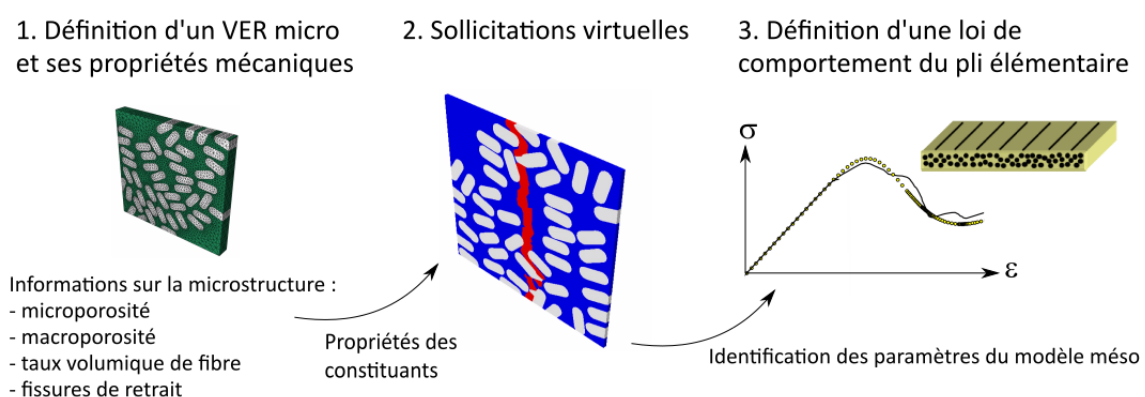


FIGURE 3.2 – Schéma de la méthode multi-échelle employée

Enfin, les composites oxyde/oxyde démontrant un comportement mécanique proche de ceux des CMO, nous orienterons le choix du modèle méso grâce aux éléments de bibliographie abondants sur ce type de matériaux.

2. Modélisation d'un matériau idéal à l'échelle micro

Nous nous intéresserons dans ce paragraphe à la modélisation d'un composite oxyde/oxyde idéal à l'échelle micro, c'est à dire sans macroporosité ni fissures de retrait. Il s'agira dans un premier temps d'étudier l'organisation géométrique fibre/matrice afin de représenter fidèlement l'arrangement spatial des fibres au sein du matériau. Nous discuterons ensuite des propriétés mécaniques des constituants et des modèles d'endommagement choisis.

2.1 Génération d'un VER micro numérique

L'organisation des fibres au sein des plis du matériau UD est visuellement irrégulière, et la géométrie des fibres à section ovoïdale semble amplifier un arrangement en "paquet" selon l'orientation de la section des fibres (figure 3.3). Cet arrangement particulier peut avoir un effet important sur les propriétés mécaniques locales, et demande donc d'être défini rigoureusement pour la génération de cellules micro virtuelles. Dès lors, deux objectifs se dessinent. Le premier consiste à quantifier par traitement d'image l'organisation spatiale du renfort afin de proposer une taille de cellule suffisamment grande pour que les résultats ne dépendent pas de la cellule générée, tout en conservant une taille suffisamment modeste pour limiter les temps de calcul. Le second objectif sera de pouvoir générer des cellules micro virtuelles capables de reproduire l'arrangement fibre/matrice caractérisé.

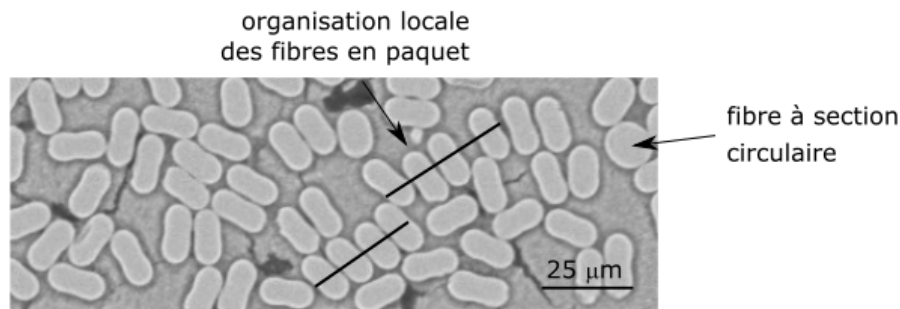


FIGURE 3.3 – Micrographie issue d'observation au MEB (matériau UD) : illustration de l'organisation locale des fibres, et de la géométrie des sections

Géométrie des fibres Dans le cadre du "matériau idéal" choisi, deux constituants physiques existent : les fibres, et la matrice. A cette échelle, nous considérerons la matrice microporeuse comme homogène. Pour le 2D dont les fibres ont une section circulaire, le rayon R suffit à décrire la taille des sections de fibre. En revanche pour le matériau UD, la géométrie particulière des sections doit être caractérisée par trois paramètres : rayon r , longueur L , et orientation d'angle α (figure 3.4). Cette géométrie de section est attribuée au titrage des fils lors de la mise en oeuvre [Bun18; Pri20]. Par la suite, l'angle α sera quantifié par rapport à l'axe 2 du pli (voir nomenclature).

Les graphes de la figure 3.5 caractérisent les sections des fibres du matériau UD à l'aide de deux paramètres : l'aire de la section, et la circularité (équation 3.1).

$$circularité = \frac{4\pi aire}{périmètre^2} \quad (3.1)$$

Ce dernier paramètre varie entre 0 et 1, et permet de représenter la géométrie de la section (une

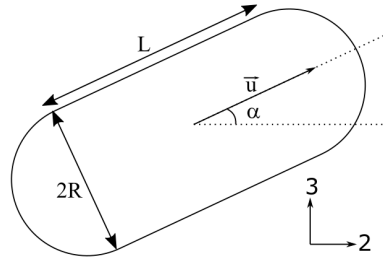


FIGURE 3.4 – Schématisation de la géométrie des sections de fibre du matériau UD

section parfaitement circulaire correspond à une circularité de 1). Quatre images comportant au total 4500 fibres ont été analysées. La section moyenne des fibres est de 103.3 ± 18.8 microns² et la circularité moyenne de 0.76 ± 0.06 (figure 3.5). La géométrie des fibres est donc caractérisée par un rayon moyen R de 3.4 microns, et d'une longueur L moyenne de 9.9 microns. Pour la génération du VER micro, nous considérerons ces dimensions constantes. De même, si ponctuellement des fibres à section circulaire sont observées (environ 3% d'après les analyses d'image), nous considérerons que toutes les fibres ont une section ovoïdale.

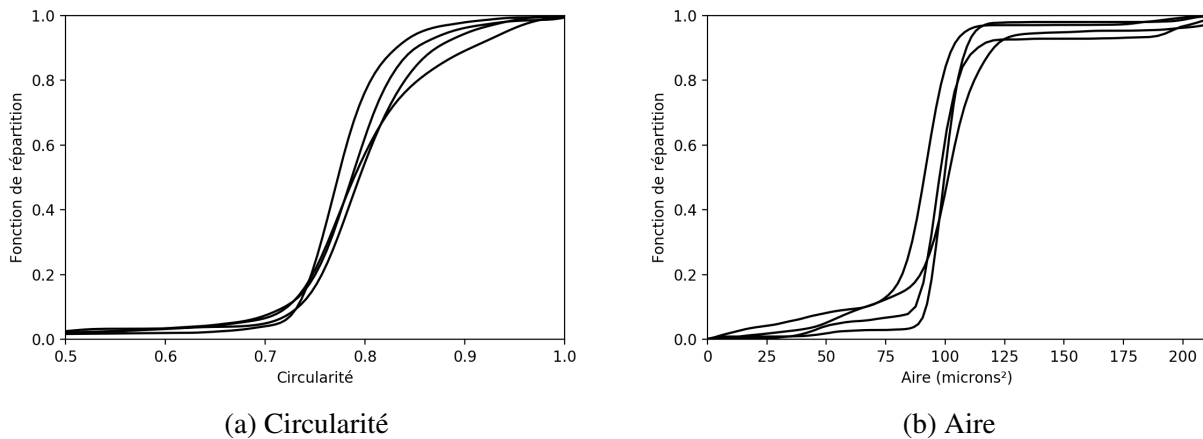


FIGURE 3.5 – Distribution des caractéristiques géométriques des sections de fibre du matériau UD, après analyse d'image de quatre coupes micro observées sous MEB

Analyse statistique de l'arrangement spatial. Plusieurs outils statistiques sont utilisés dans la littérature pour caractériser l'arrangement des fibres au sein d'un matériau composite, comme l'étude de la fraction de fibre locale, l'analyse de la distance des plus proches voisins [Vau10], la fonction de Ripley $K(r)$ [Rip77], ou la distribution radiale [Pyr94]. Une étude de plusieurs de ces fonctions est proposée dans [Her20]. Elles permettent une bonne description statistique de l'arrangement spatial des fibres, et définissent des distances marquant la frontière entre désorganisation locale, et arrangement global aléatoire. Elles ne permettent cependant pas de décrire la microstructure de façon "unique". Par exemple, deux géométries différentes peuvent correspondre à une fonction de Ripley similaire. Torquato propose une quantification plus générale [Tor02] à travers la *n-point correlation function*. Pour $n=2$, cette fonction consiste à calculer dans une image donnée, la probabilité de trouver deux points aléatoires M_1 et M_2 distants de r appartenant au "domaine" fibre préalablement segmenté (figure 3.6). Une fonction indicatrice est d'abord définie (équation 3.2), et la *2-point correlation function* est ensuite définie par l'équation 3.3.

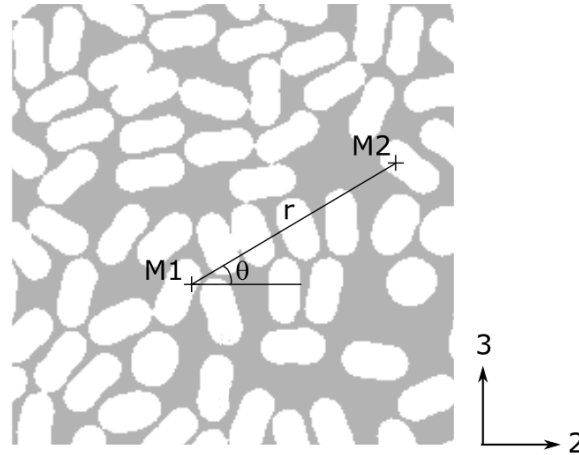


FIGURE 3.6 – Exemple de couple (M_1, M_2) pour lequel la fonction indicatrice I (équation 3.2) prend la valeur 1

$$I = \begin{cases} 1, & \text{si } M \text{ est un point appartenant à la phase fibre} \\ 0, & \text{si } M \text{ est un point appartenant à la phase matrice} \end{cases} \quad (3.2)$$

$$S_2^{dist}(r) = \langle I(M_1), I(M_2) \rangle \quad (3.3)$$

où $\langle \cdot \rangle$ désigne la moyenne globale pour tous les points M_1 et M_2 distants de r .

La fonction $S_2^{dist}(r)$ peut être calculée par transformée de Fourier de l'image binarisée [Ber85; Her20], et dépend du couple (r, θ) (figure 3.6). Enfin, la fonction de corrélation présente les deux propriétés suivantes :

$$\begin{aligned} S_2^{dist}(0, \theta) &\simeq TV f \\ S_2^{dist}(\infty, \theta) &\simeq TV f^2 \end{aligned} \quad (3.4)$$

Ainsi, pour une distance suffisamment importante où les deux points sont statistiquement décorrélés, la fonction $S_2^{dist}(r)$ tend vers le carré du taux volumique de fibre de l'image. Pour être représentative, la taille de cellule micro choisie doit être supérieure à cette longueur seuil. La figure 3.7 trace la fonction $S_2^{dist}(r)$ pour différents angles θ . On remarque une différence selon l'angle θ : plus l'angle est proche de 90° (sens hors plan du pli), plus la fonction $S_2^{dist}(r)$ tend rapidement vers 0. Ce résultat démontre l'anisotropie de la microstructure. La fonction atteint sa valeur limite pour une distance r d'environ 100 microns, pour toutes les orientations tracées. Une cellule micro carrée de longueur 100 microns semble donc en première approximation adaptée pour représenter la microstructure.

Une seconde analyse consiste à tracer la fonction $S_2^{dist}(r)$ pour des sous images de taille différente issues de l'image initiale [Pul17]. L'évolution de l'arrangement fibre-matrice en fonction de la taille de cellule est ainsi analysée (figure 3.8). La valeur moyenne et l'écart-type de la fonction $S_2^{dist}(r)$ sont représentées par les figures 3.9 a. et b. On remarque que la variabilité des résultats ne dépend que de la taille de la cellule, et est quasi-indépendante de la distance r ou de l'angle θ . Ces résultats tendent à montrer qu'une cellule micro de géométrie carrée serait adaptée pour représenter la microstructure. La valeur de l'écart type pour $r=0$ est intéressante afin d'analyser la variation du taux volumique de fibre

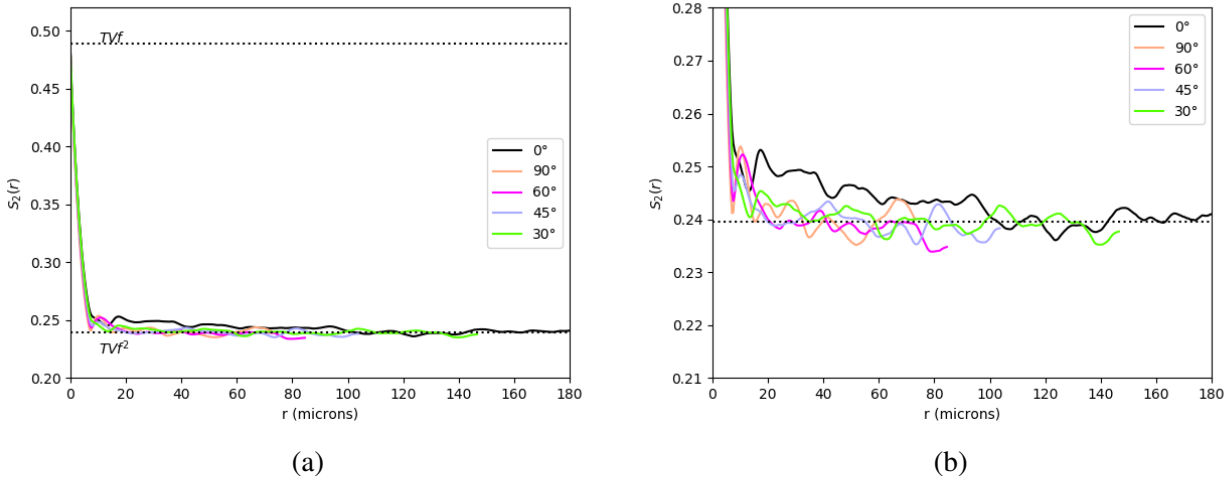


FIGURE 3.7 – Evolution de la fonction de corrélation $S_2^{dist}(r)$ pour différents angles θ : a. graphe complet, b. zoom

local en fonction de la taille des sous images (equation 3.4). Notons qu'il est difficile de distinguer une taille de cellule pour laquelle l'écart-type converge, ce qui incite à choisir une taille de cellule égale à l'épaisseur totale du pli (soit environ 200 microns). On remarque tout de même que la baisse de l'écart type est plus modérée à partir de la taille de cellule choisie en première approximation (100 microns, soit la moitié de l'épaisseur du pli).

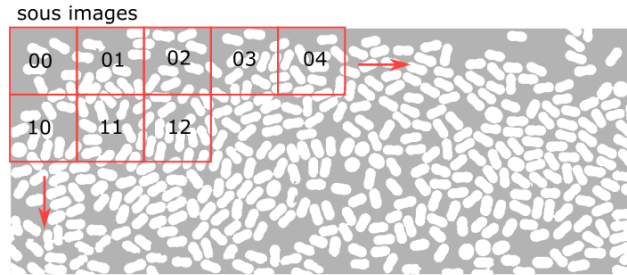


FIGURE 3.8 – Exemple de la discrétisation de l'image initiale en plusieurs sous image de longueur 50 microns, afin d'étudier la variation de la fonction de corrélation $S_2^{dist}(r)$ en fonction de la taille des cellules

La fonction $S_2^{dist}(r)$ permet donc d'étudier la frontière entre organisation locale et arrangement aléatoire. Une deuxième fonction de second ordre permet d'étudier la corrélation liée à l'orientation des sections ovoïdales des fibres [Bri16]. Tout comme pour la distance inter-fibre, il s'agit d'identifier une distance à partir de laquelle les orientations des sections de fibre sont décorréliées. Cette fonction est définie par l'équation 3.5.

$$S_2^{ori}(r) = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n \frac{3(n_i \cdot n_j)^2 - 1}{2} \quad (3.5)$$

où N est le nombre total de fibres, n est le nombre de fibres situées à une distance r de la particule i , et n_i et n_j quantifient le vecteur unitaire de l'orientation des sections de fibre i et j . Pour une microstructure où toutes les fibres auraient une orientation fixe (forte anisotropie de la microstructure), $S_2^{ori}(r)=1$. Au contraire, pour une microstructure isotrope, $S_2^{ori}(r)$ tend vers une valeur nulle.

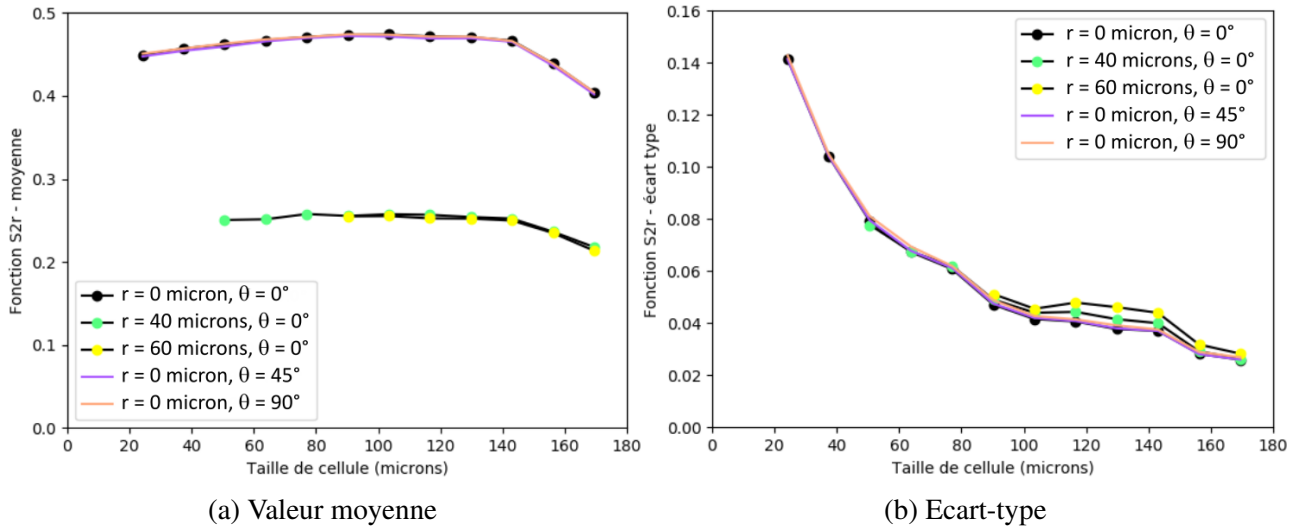


FIGURE 3.9 – Evolution de la fonction de corrélation $S_2^{dist}(r)$ en fonction de la taille de cellule pour différentes valeurs de r et θ

Cette fonction est tracée sur la figure 3.10 pour les deux matériaux UD étudiés. Dans les deux cas, une valeur comprise en 0.4 et 0.6 est calculée pour des distances de r inférieures à 300 microns, ce qui marque une corrélation assez importante entre l'orientation des particules à ces distances. Pour des distances r élevées, la fonction décroît pour le matériau UD 1147, mais n'atteint pas une valeur nulle. En somme, la corrélation entre les orientations montre l'anisotropie relativement importante de la microstructure, qui semble s'amplifier lorsque le taux volumique de fibres augmente. Cette analyse semble cohérente puisqu'un taux volumique de fibre plus important induit un "amas" local plus resserré. En somme, la fonction de second ordre $S_2^{ori}(r)$ ne permet pas de définir une taille de VER mais démontre l'anisotropie de la microstructure, induite par la géométrie des fibres.

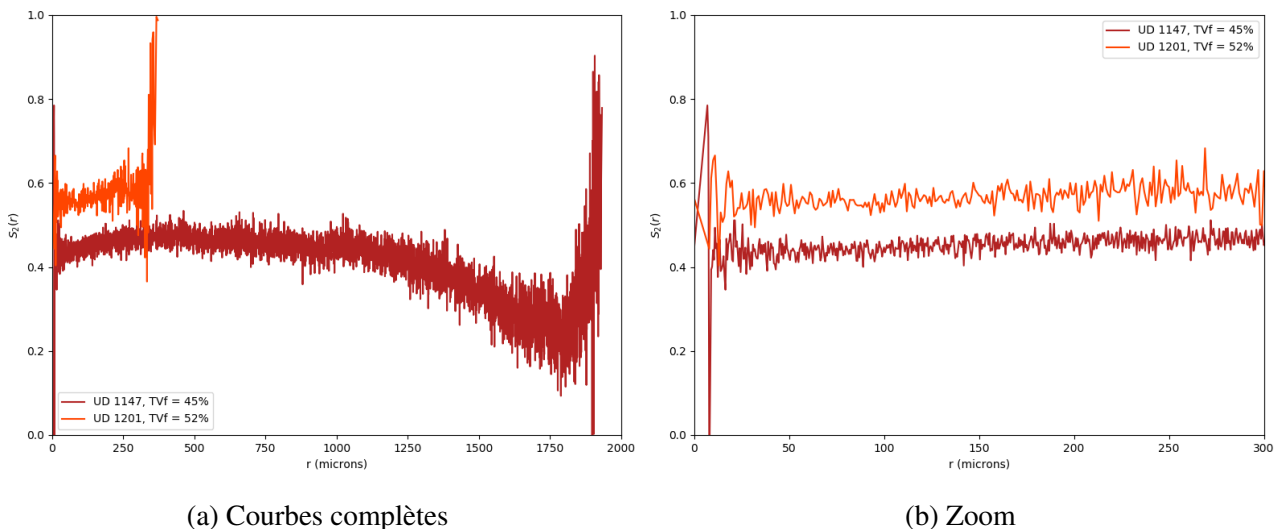


FIGURE 3.10 – Evolution de la fonction de corrélation $S_2^{ori}(r)$ liée à l'orientation des sections, en fonction de la la distance r

Finalement, l'analyse de l'arrangement spatial fibre-matrice nous amène à définir une cellule de géométrie carrée et de côté 100 microns. Cette taille semble après première analyse un bon compromis pour modéliser le comportement à l'échelle micro sans dépendre des interactions géométriques locales. Cette taille de cellule est cohérente avec les travaux de [Tri06], qui estime à $15r$ la taille de

cellule minimale pour une bonne représentativité des propriétés élastiques dans le cas de fibres à section circulaire (avec r le rayon d'une fibre circulaire, soit environ 5.7 microns pour une fibre circulaire équivalente dans le matériau UD). D'après ces mêmes travaux, cette taille de cellule est cependant bien inférieure à la taille minimale pour une bonne représentativité des propriétés à rupture. Nous veillerons donc à étudier la variabilité de nos résultats en terme d'endommagement.

La cellule micro étant maintenant définie, il s'agit ensuite de générer virtuellement la disposition des fibres au sein de cette cellule en se rapprochant le plus possible de l'arrangement réel.

Génération d'un VER micro. Plusieurs méthodes existent dans la littérature pour générer des cellules fibre-matrice virtuelles. L'algorithme RSA (*Random Sequential Absorption*), relativement répandu, consiste à placer aléatoirement les fibres au sein de la cellule [Wid66]. Si le tirage du placement d'une fibre génère une intersection avec une fibre déjà placée, alors le tirage est annulé. Une alternative proposée par Herraes et al. [Her20] se basant sur la minimisation d'un potentiel de recouvrement interfibres permet de n'annuler aucun tirage, tout en supprimant les potentielles intersections. Cette méthode présente l'avantage de pouvoir générer des cellules à des taux volumiques de fibre plus importants. D'autres algorithmes consistent à utiliser les outils statistiques évoqués précédemment pour construire des cellules micros les plus représentatives possibles de la microstructure réelle. On peut par exemple citer les travaux de Bulsara et al. [Bul99] qui utilisent la fonction radiale $g(r)$, ou les travaux de Couégnat [Cou08] dont l'algorithme minimise une fonction coût relative à la fonction de second ordre $S_2^{dist}(r)$.

Afin de représenter de façon satisfaisante l'amas local des fibres, nous choisissons d'utiliser l'algorithme des voisins les plus proches initialement proposé par Vaughan et McCarty [Vau10], que l'on désignera par son acronyme anglais NNA (*Nearest Neighbour Algorithm*). La figure 3.11 définit la distribution de la distance des deux plus proches voisins.

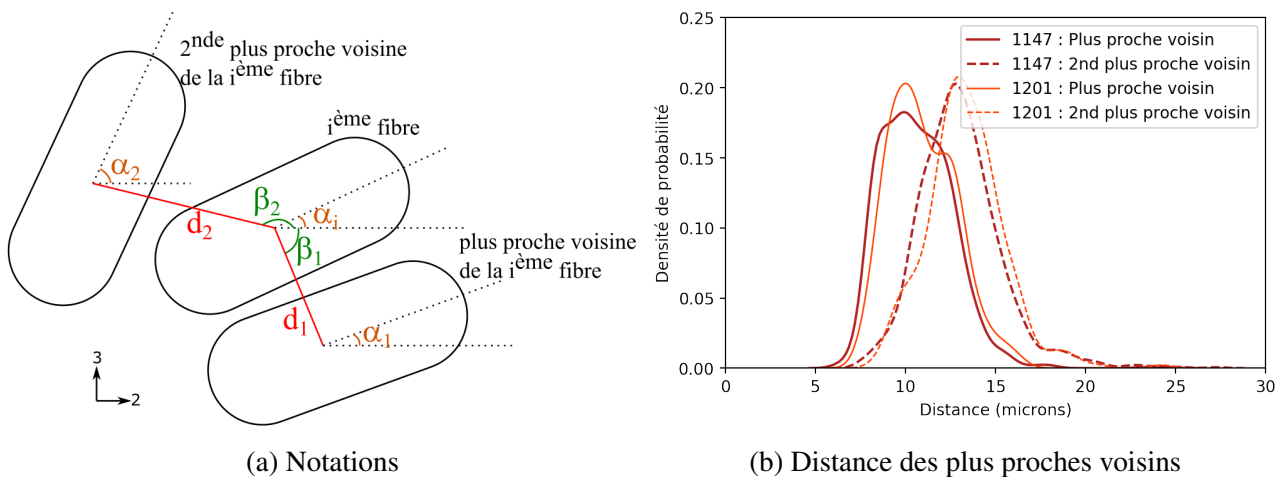


FIGURE 3.11 – a. Notations utilisées pour décrire la position d'une fibre par rapport à ses deux plus proches voisins et b. Densité de probabilité mesurée par analyse d'image pour la distance entre une fibre et ses deux plus proches voisins, pour les deux matériaux UD étudiés avec différents taux volumiques de fibre (1147 : TVf = 45%, 1201 : TVf = 52%)

L'algorithme consiste, pour chaque fibre i nouvellement introduite dans la cellule, à placer sa plus proche voisine et sa seconde plus proche voisine à des distances d_1 et d_2 choisies selon la densité de probabilité déduite par analyse d'image. Ces voisines sont placées à des orientations α_1 et α_2 et des

angles β_1 et β_2 tirés aléatoirement. Si le placement d'une fibre voisine génère une intersection avec les fibres déjà placées, alors un nouveau tirage des angles α et orientations β est effectué. Si un nombre de tirage trop important est effectué et dépasse un seuil fixé, alors le placement des fibres voisines est annulé. Enfin, un indicateur dénommé *placement* est attribué à chaque fibre. Il renseigne, pour chaque fibre introduite dans la cellule, si le placement des deux plus proches voisines a déjà été tenté ou non (1 si le placement a été tenté, 0 sinon). L'algorithme se termine si une des deux conditions suivantes est remplie. La première condition est remplie lorsque le nombre de fibres placées est égal à un nombre n fixé préalablement. On considère alors que la cellule micro obtenue satisfait les critères désirés. L'autre condition de fin est remplie lorsque pour chaque fibre de la cellule, le placement des deux plus proches voisines a déjà été tenté, sans que le nombre total de fibre placé n'atteigne la valeur cible n . On considère alors que l'algorithme a échoué. La figure 3.12 schématise la méthodologie utilisée.

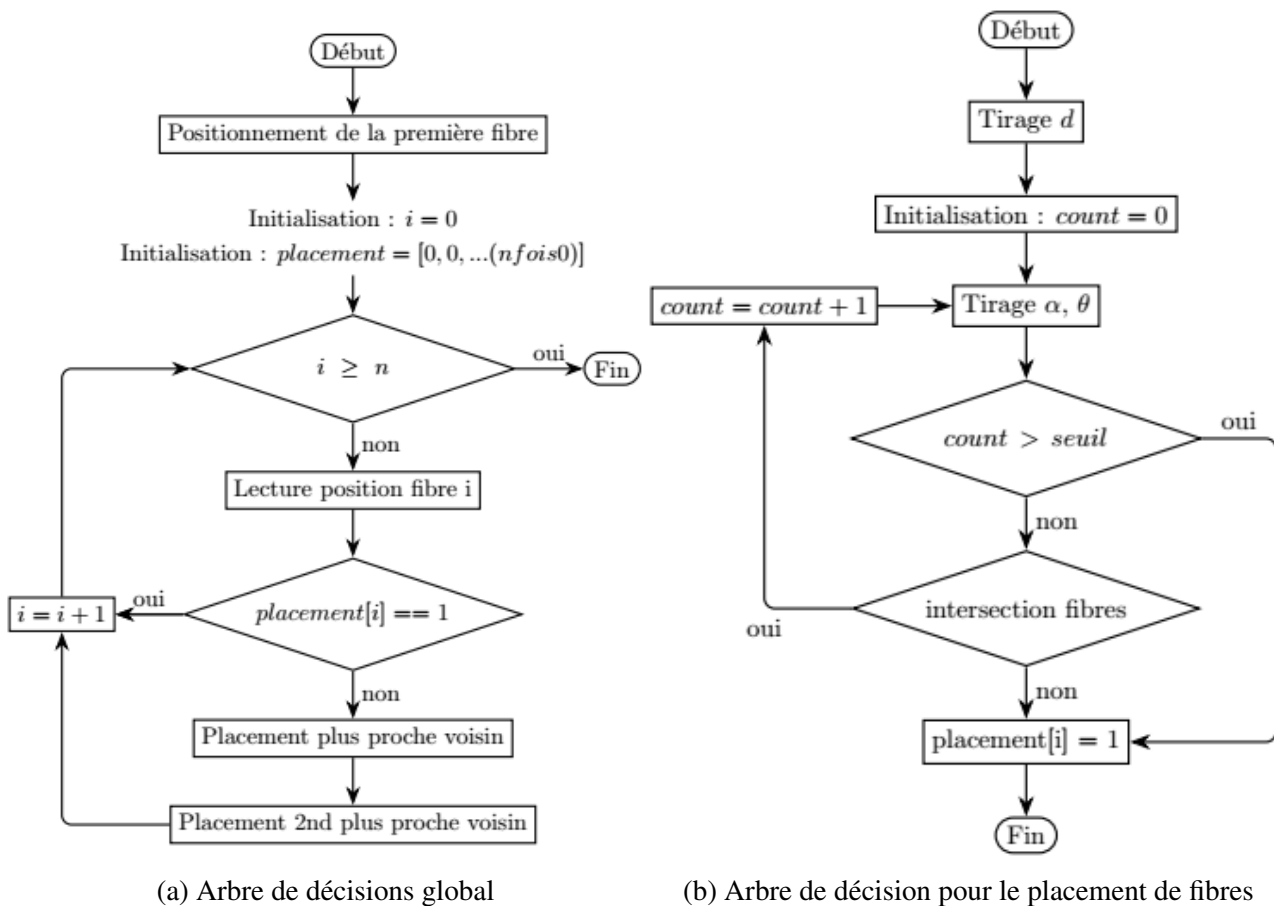


FIGURE 3.12 – Algorithme utilisé pour la génération de cellules micros virtuelles

Ainsi, vingt cellules micros ont été générées pour plusieurs taille de cellules, dont la taille choisie de 100 microns. Il convient de comparer les microstructures virtuelles générées aux microstructures réelles. Nous nous intéresserons en particulier à l'orientation des sections de fibres. La figure 3.13 compare la différence d'orientation de fibres voisines, entre l'analyse d'image et les cellules micro générées. La méthode utilisée permet de bien reproduire cette différence d'orientation.

Les orientations préférentielles des sections de fibres génèrent une anisotropie géométrique de la microstructure. Cet aspect a déjà été discuté lors de l'étude des fonctions de corrélation $S_2^{dist}(r)$ et

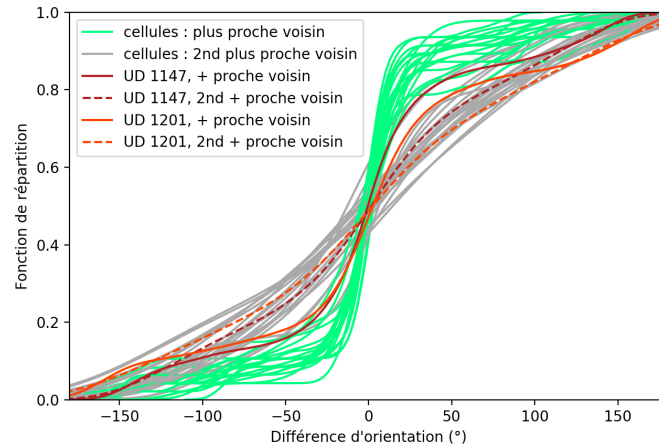


FIGURE 3.13 – Comparaison des caractéristiques des différences d'orientation des fibres voisines entre analyse d'image (microstructure réelle) et les cellules virtuelles

$S_2^{ori}(r)$. Une autre façon d'étudier cette anisotropie consiste à calculer le tenseur d'orientation de la microstructure. Nous considérerons le tenseur d'ordre 2 défini par :

$$T_{ij} = \langle u_i \otimes u_j \rangle = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n t_i^k \cdot t_j^k \quad (3.6)$$

où n est le nombre de fibres considérées, et u le vecteur unitaire de la direction de la section d'une fibre donnée dans le plan 23 défini par $u = \{t_i, t_j\}$. La diagonalisation du tenseur permet de renseigner sur l'anisotropie de la microstructure. Du fait que la somme des deux valeurs propres soit égale à 1, plus la valeur propre λ_1 tend vers la valeur 1, plus les sections de fibres sont orientées dans une direction unique. Au contraire, lorsque λ_1 tend vers 0.5, il n'existe aucune orientation préférentielle et la microstructure est géométriquement isotrope. Les graphes de la figure 3.14 comparent pour les cellules virtuelles et les résultats issus d'analyse d'image l'évolution moyenne et l'écart type de λ_1 en fonction de la taille de cellule. On ne distingue pas de convergence sur l'écart-type par rapport à la taille de cellule considérée. On remarque que la valeur moyenne de λ_1 pour l'analyse d'image tend vers une valeur seuil à partir d'une taille de cellule d'environ 100 microns, ce qui conforte la taille de cellule choisie. Cette valeur seuil est environ égale à 0.67 pour la plaque UD 1147 (TVf = 45%) contre 0.60 pour la plaque UD 1201 (TVf = 52%). Pour des taux volumiques de fibre importants, les fibres ont tendance à être plus compactées les unes aux autres ce qui implique, de par leurs géométries, que les sections sont plutôt orientées selon deux orientations privilégiées perpendiculaires entre elles. Ceci se traduit par une isotropie au sens du tenseur d'orientation, donc d'une valeur plus proche de 0.5. Cette analyse explique que l'on retrouve une valeur de λ_1 plus faible pour la plaque 1201 mais une fonction de second ordre $S_2^{ori}(r)$ plus élevée. La figure 3.14 montre finalement que les cellules générées respectent globalement le caractère anisotrope de la microstructure.

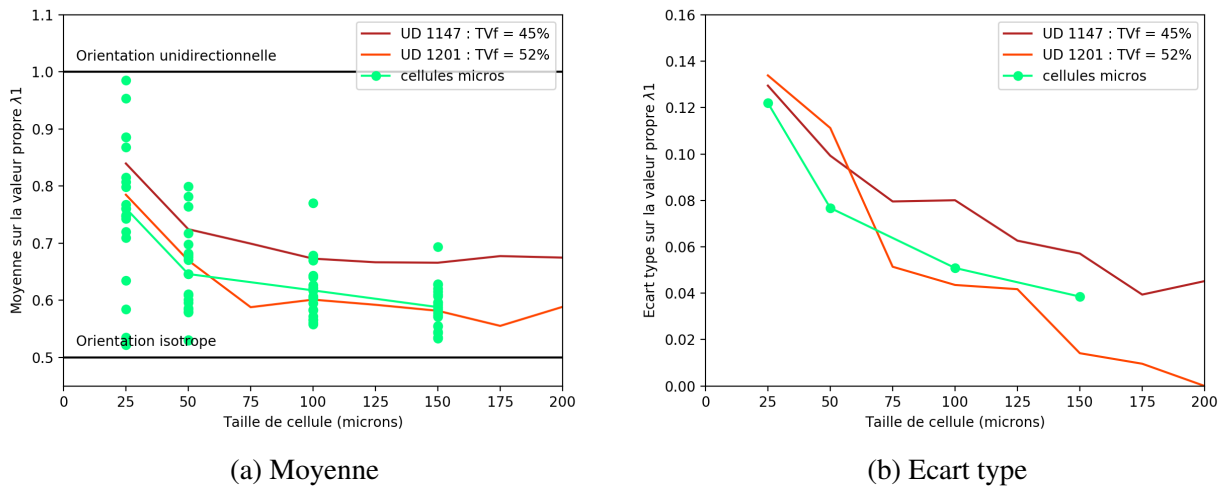


FIGURE 3.14 – Comparaison de la valeur propre maximale des tenseurs d'orientation pour l'analyse d'image (microstructure réelle), et les cellules virtuelles générées

Analyse de l'anisotropie du tenseur d'élasticité. Il convient de préciser que l'anisotropie de l'arrangement des fibres au sein de la matrice n'implique pas nécessairement l'anisotropie des propriétés mécaniques du pli élémentaire. Pour étudier l'anisotropie du tenseur d'élasticité complet, les cellules générées sont maillées puis extrudées sur une rangée d'éléments. La figure 3.15 illustre trois cellules de longueur 100 microns parmi les vingt générées pour des configurations du tenseur d'orientation remarquable ($\lambda_1 = \lambda_{1min}$, $\lambda_1 = \lambda_{1max}$ et, $\lambda_1 = \lambda_{1moyen}$).

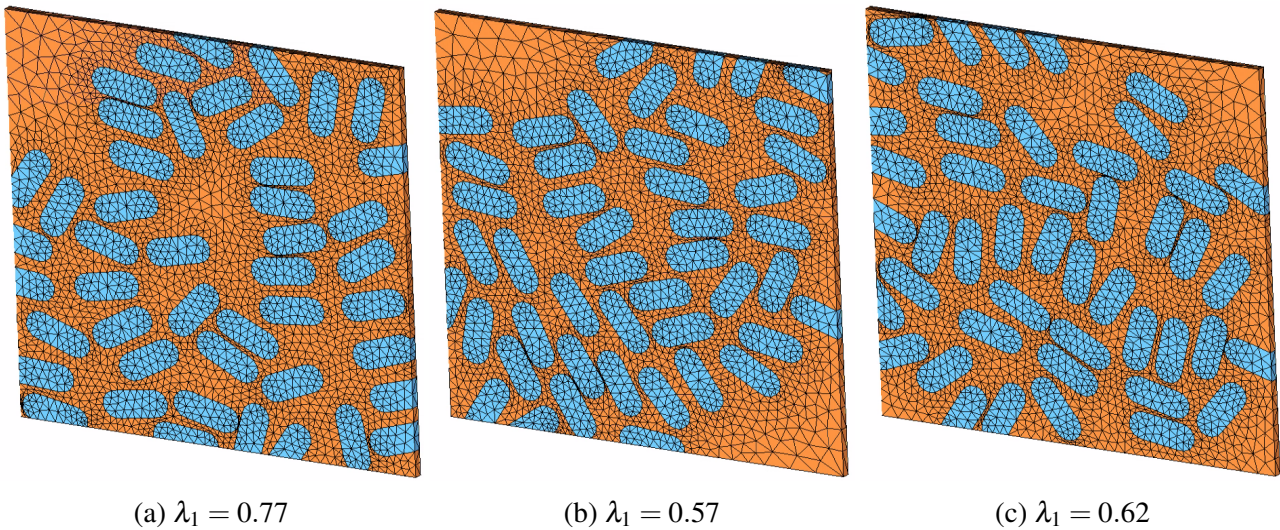


FIGURE 3.15 – Illustration de trois cellules micros virtuelles de longueur 100 microns

On considère que la cellule est orthotrope. Ainsi, le tenseur d'élasticité complet nécessite de déterminer neuf constantes C_{ij} qui sont identifiées par homogénéisation numérique. Ce tenseur est défini par :

$$\langle \sigma \rangle = C^{homog} \langle \varepsilon \rangle \quad (3.7)$$

où $\langle \sigma \rangle$ et $\langle \varepsilon \rangle$ sont les contraintes et déformations homogénéisées de la cellule micro définies

par :

$$\langle \sigma \rangle = \frac{1}{V_{\Omega}} \int_{\Omega} \sigma dV, \quad \langle \varepsilon \rangle = \frac{1}{V_{\Omega}} \int_{\Omega} \varepsilon dV \quad (3.8)$$

où Ω est le VER et V son volume. Nous utiliserons la notations de Voigt, avec $i, j = 1, 2, \dots, 6$. Six chargements élémentaires (trois tractions, trois cisaillements) sont alors suffisants pour identifier le tenseur complet. En utilisant des chargements unitaires en déformation, le tenseur est explicitement calculé par l'équation 3.9.

$$C_{ij}^{homog} = \frac{1}{V} \sum_{k=1}^n \sigma_{j,k} v_k \quad (3.9)$$

en considérant un chargement dans le sens i , et où n est le nombre d'éléments dans la cellule, $\sigma_{j,k}$ la contrainte dans le sens j de l'élément k , et v_k le volume de l'élément k . Les cellules n'étant pas strictement périodiques, des conditions périodiques mixtes (que l'on appellera pas la suite PMUBC pour l'acronyme anglais *Periodic Mixed Uniformed Boundary Conditions*) sont utilisées. Pour les microstructures orthotropes, ce type de conditions aux limites délivre les mêmes propriétés élastiques que des conditions aux limites strictement périodiques [Pah08a; Pah08b]. Enfin, le tenseur de rigidité obtenu est explicitement symétrisé en calculant $\frac{1}{2}(C^{homog} + C^{homog,T})$.

Les coefficients de l'ingénieur sont ensuite calculés à partir du tenseur C^{homog} . Pour les vingt tirages de cellule à chaque taille étudiée, le graphe 3.16 a. illustre l'évolution de l'écart type normalisé pour les neuf coefficients de l'ingénieur en fonction de la taille de cellule, tandis que le graphe 3.16 b. étudie les quatre conditions d'isotropie transverse suivantes : $E_2 = E_3$, $G_{12} = G_{13}$, $\nu_{12} = \nu_{13}$, et $G_{23} = \frac{E_2}{2(1 + \nu_{23})}$. On note tout d'abord que les propriétés calculées dépendent peu du tirage de la cellule à partir d'une taille d'environ 100 microns (graphe 3.16 a), ce qui conforte les choix précédents. Notons également que la variabilité des coefficients de Poisson ν_{12} et ν_{13} est nulle et indépendante de la taille de cellule. Cet effet s'explique par le fait que toutes les cellules, indépendamment de leur taille, sont extrudées dans le sens 1 sur une rangée unique d'éléments. Enfin, on remarque que l'anisotropie mécanique n'est pas directement liée à l'anisotropie géométrique puisque les quatre conditions d'isotropie transverse sont relativement bien respectées pour une longueur de cellule supérieure à 100 microns.

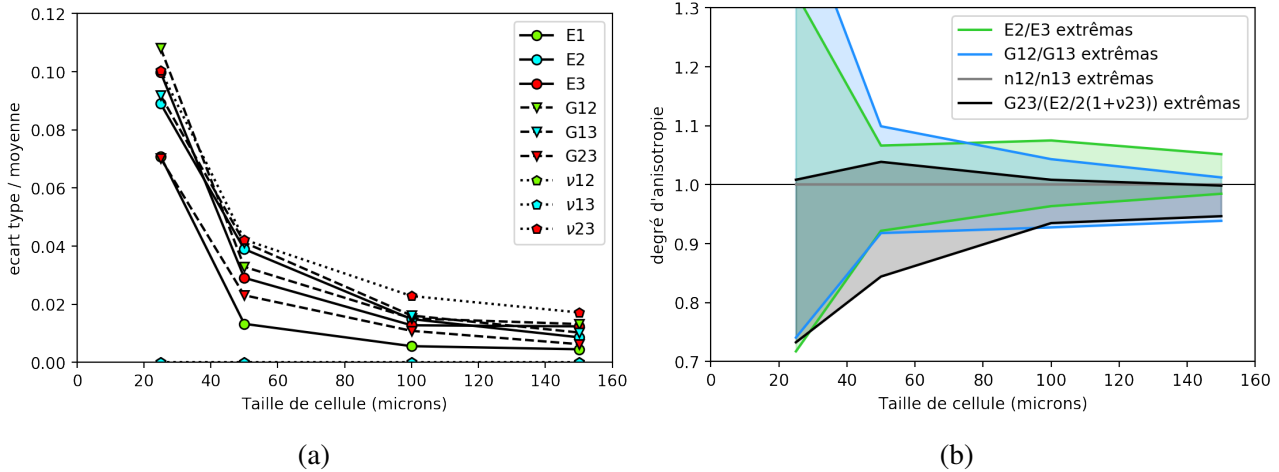


FIGURE 3.16 – Etude de la variabilité des neuf coefficients de l’ingénieur en fonction de la taille de cellule, on considérant des propriétés isotropes pour la fibre ($E_f=370\text{GPa}$ et $\nu_f=0.2$) et pour la matrice ($E_m=59\text{GPa}$ et $\nu_m=0.2$) a. Variabilité de chacun des coefficients b. Evolution des conditions d’isotropie transverse

Pour conclure, ce paragraphe a permis d’étudier de la microstructure du pli élémentaire UD, aboutissant à la définition d’un VER micro dont la représentativité a été discutée. Ce VER permet de prendre en compte l’arrangement particulier des fibres dans la matrice, ainsi que l’anisotropie de la microstructure. Le VER défini à ce stade comprend deux constituants : les fibres, et la matrice microporeuse considérée comme homogène à cette échelle. Par la suite, on considèrera les fibres comme parfaitement élastiques et isotropes, dont les propriétés sont données par Nextel [3M08]. En revanche, les propriétés mécaniques de la matrice dépendent des paramètres de mise en oeuvre, et en particulier de sa microporosité.

2.2 Modélisation du comportement de la matrice

Nous choisirons d’exprimer les propriétés mécaniques de la matrice en fonction de la microporosité matricielle, résultant du frittage partiel. Nous évoquerons dans un premier temps la loi de comportement choisie, puis nous discuterons de l’identification des paramètres. Pour cela, nous nous baserons sur des données issues de la littérature.

Loi de comportement. La matrice microporeuse est considérée comme homogène à l’échelle étudiée, et nous choisirons une loi de comportement bilinéaire pour modéliser le comportement quasi-fragile. Cette loi a été reprise des travaux de thèse de Mazars [Maz18] et est illustrée en figure 3.17.

Le comportement de la matrice est considéré linéaire élastique jusqu’à la rupture. La rupture est modélisée par un critère en contrainte maximale pour lequel la contrainte dans la direction principale σ_I est comparée à la contrainte à rupture $\sigma_{c,m}$. Lorsque la condition $\sigma_I = \sigma_{c,m}$ est satisfaite, l’endommagement s’active et est piloté par un déplacement équivalent calculé selon l’équation 3.10.

$$\delta_i = h\varepsilon_I \quad (3.10)$$

où h est la longueur caractéristique de l’élément (calculée comme étant la racine cubique de son volume) et ε_I est la déformation dans la direction principale. La variable d’endommagement est alors

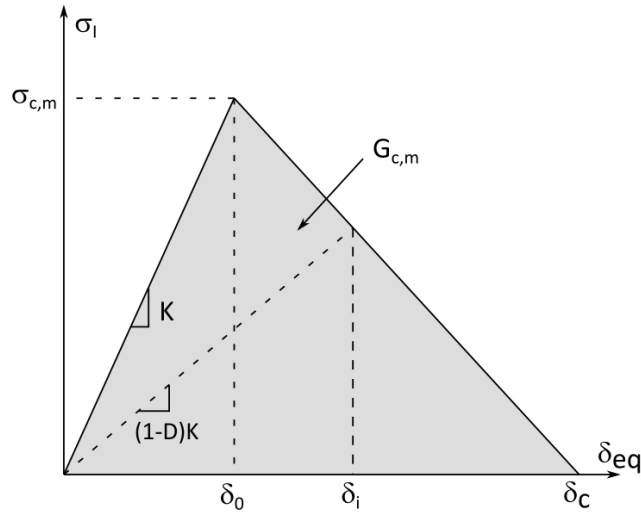


FIGURE 3.17 – Loi de comportement bilinéaire utilisée pour décrire le comportement fragile de la matrice (la rigidité K est calculée à partir du module de Young E_m et la longueur caractéristique h d'un élément telle que $K = E_m h$)

calculée selon l'équation 3.11.

$$D = \frac{\delta_c (\delta_i - \delta_0)}{\delta_i (\delta_c - \delta_0)} \quad (3.11)$$

où δ_i est le déplacement de l'élément à l'instant i calculé par l'équation 3.10, et avec :

$$\delta_0 = \frac{\sigma_{c,m}}{K} \quad (3.12)$$

$$\delta_c = \frac{2G_{c,m}}{\sigma_{c,m}} \quad (3.13)$$

où $\sigma_{c,m}$ et $G_{c,m}$ sont respectivement la contrainte à rupture et l'énergie de rupture de la matrice. Ces deux paramètres pilotent l'ouverture de fissure δ_c à rupture. Le paramètre $G_{c,m}$ permet par ailleurs de contrôler la vitesse à laquelle les propriétés se dégradent une fois l'endommagement activé (c'est à dire la pente de la deuxième partie de courbe de la figure 3.17). L'endommagement étant considéré isotrope, une seule variable d'endommagement D est considérée. On s'assure par ailleurs explicitement que l'endommagement ne peut que croître : $D_i = \max(D_i; D_{i-1})$. Les contraintes sont ensuite calculées selon la loi de Hooke :

$$\sigma_{ij} = \frac{E_m(1-D)}{(1+\nu_m)} \left(\varepsilon_{ij} + \frac{\nu_m}{(1-2\nu_m)} \text{Tr}(\varepsilon) I \right) \quad (3.14)$$

où I est le tenseur identité d'ordre 2.

L'introduction d'une longueur caractéristique dans la loi de comportement (ici la longueur h) permet d'éviter que l'énergie dissipée par l'endommagement d'un élément ne dépende de sa taille, et ainsi obtenir des résultats indépendants du maillage. Finalement, quatre paramètres sont nécessaires pour modéliser le comportement de la matrice : le module de Young E_m , le coefficient de poisson ν_m , la contrainte à rupture $\sigma_{c,m}$, et l'énergie de rupture $G_{c,m}$. Nous identifierons ces paramètres en fonction de la microporosité matricielle, à partir de données issues de la littérature.

Elasticité de l'alumine microporeuse. A l'échelle micro, la matrice microporeuse est considérée comme homogène et isotrope. Les propriétés élastiques se résument donc à identifier le module de Young E_m et le coefficient de Poisson ν_m . La détermination du module de Young de matériaux céramiques microporeux a fait l'objet de nombreuses études expérimentales et numériques, en particulier pour l'alumine. Expérimentalement, ces paramètres généralement estimés par flexion 3 points [Mag10] ou 4 points [BR14; Ven18], ou par résonance ultrasonore [Ost98; Fli00; Chm14; Ven18]. Les études numériques utilisent la méthode des éléments finis (EF) [Rob00; Jau12; Ric12] ou la méthode des éléments discrets (ED) [Jau12] (figure 3.18).

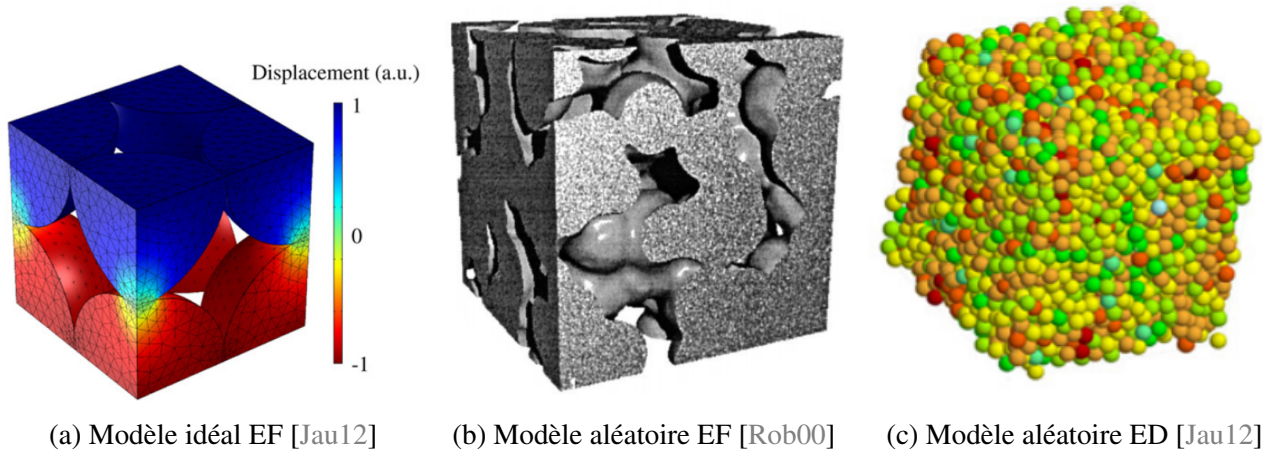


FIGURE 3.18 – Arrangement des particules d'alumine et géométrie des modèles utilisés pour la détermination numérique des propriétés élastiques d'une alumine poreuse

Différentes relations analytiques ont été proposées dans la littérature pour identifier le module de Young E_m en fonction du taux de porosité ϕ . Un ou deux paramètres doivent généralement être identifiés, en plus du module de Young E_0 de l'alumine dense (c'est à dire avec un taux volumique de porosité nul). On peut mentionner premièrement les relations où E_m décroît exponentiellement par rapport à ϕ [Spr61; Wan84]. L'origine de ces relations est surtout empirique. Elles sont cependant peu prédictibles pour des taux de porosité importants. D'autres relations comme celle proposées par [Pha87] proposent l'introduction d'un taux de porosité critique ϕ_c au delà duquel les propriétés mécaniques sont nulles (équation 3.15).

$$E_m = E_0 \left(1 - \frac{\phi}{\phi_c}\right)^m \quad (3.15)$$

où m et ϕ_c sont deux paramètres qui dépendent de la géométrie des particules d'alumine, et de la géométrie des porosités. En effet, la théorie de la percolation implique qu'en dessous d'un taux volumique de particule donné (donc au dessus d'un taux volumique de porosité), la densité de particules d'alumine n'est pas assez importante pour former un solide via un réseau de particules connectées. Dans le cas d'un arrangement organisé de particules sphériques, la porosité critique ϕ_c peut être calculée analytiquement, et est d'environ 0.48 [Ric96]. Lam et al. identifient une relation linéaire entre module et taux de porosité matricielle [Lam94] avec :

$$E_m = E_0 \left(\frac{\phi - \phi_0}{1 - \phi_0}\right) \quad (3.16)$$

où ϕ_0 est le taux de porosité avant frittage. Remarquons que dans le cas où $m = 1$ et $\phi_0 = 1 - \phi_c$, les équations 3.15 et 3.16 sont identiques.

Plusieurs données issues de la bibliographie sont disponibles sur les graphes de la figure 3.19. On portera une attention particulière aux données issues des travaux de Vennin [Ven18], pour lesquelles les crus d'alumine ont été fabriquées par Safran Ceramics, avec une poudre de même nature que le composite UD de notre étude. Pour ces données, on identifie par la méthode des moindres carrés $m = 1.56$ et $\phi_c = 0.51$ pour l'équation 3.15 en supposant $E_0=400\text{GPa}$, valeur classiquement considérée dans la littérature [Ost98 ; Fli00 ; Mag10].

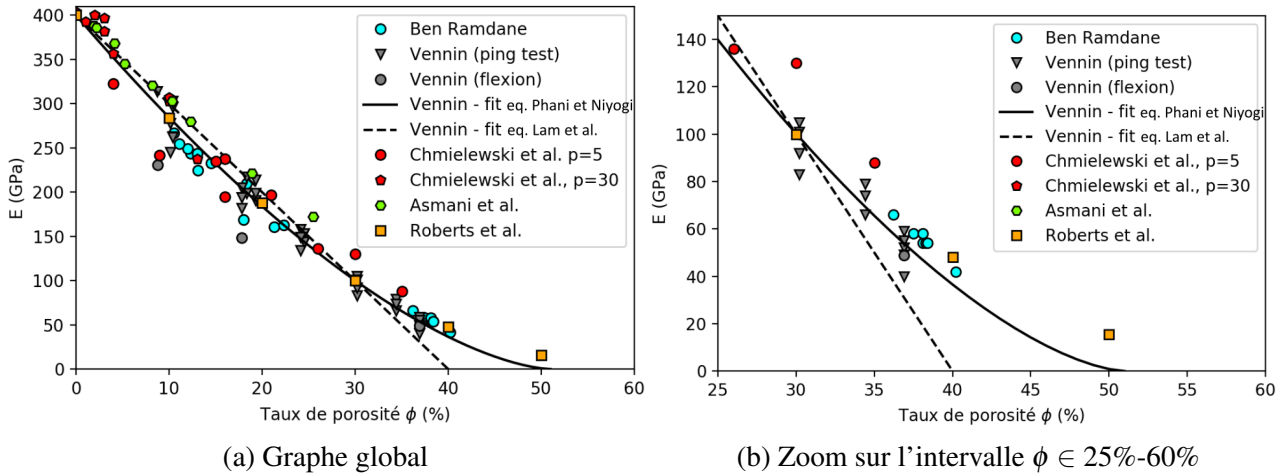


FIGURE 3.19 – Evolution du module de Young de l'alumine microporeuse en fonction du taux de porosité

Les valeurs de ϕ_c et m dépendent fortement de la nature de la poudre utilisée ainsi que de sa préparation. Ainsi, outre la dispersion expérimentale, l'écart des mesures parfois important pour un taux de microporosité entre deux études différentes peut s'expliquer par plusieurs phénomènes :

- la géométrie des particules d'alumine [Wan84]. Wang observe que, pour des matériaux à haut taux de porosité ($> 32\%$), les matériaux à particules d'alumine sphériques possèdent un module plus faible que pour les matériaux à particules en forme ovoïdale. L'auteur attribue cette analyse au fait que les particules ovoïdales se "tassent" plus facilement. Ainsi à iso-densité du matériau, les particules ovoïdales sont "pontées" les unes aux autres tandis que les particules en forme sphérique sont seulement en contact. La différence n'est cependant plus observée pour un taux de porosité inférieur à 32% .
- la taille des particules d'alumine [Kov99]. Kovacik reprend les données de Spinner et al. [Spi62] sur l'évolution du module pour différents taux de porosité, et différentes tailles de particules. Ainsi, un écart est observé pour les matériaux préparés à partir de particules de diamètre inférieur ou supérieur à $2\ \mu\text{m}$. Le taux de porosité critique ϕ_c est plus faible pour les matériaux fabriqués à partir de particules de faible diamètre grâce à la meilleure compaction des particules, ce qui se traduit par un module plus faible pour toute la plage de porosité testée. Précisons que cette étude a été menée sur des matériaux fabriqués à bases de particules de dioxyde de thorium.
- la température de frittage [Har95]. Hardy et Green observent, pour des cycles de frittage de 2h et à des températures inférieures à environ 1050°C , une augmentation du module qui ne s'accompagne pas d'une augmentation de la densité. Ce constat est associé à des mécanismes de consolidation par "necking" qui s'opèrent à basse température. Hardy et Green observent alors une bonne cohérence de leur résultat en utilisant une version modifiée de l'équation de

Lam et al. proposée par Nanjangud et Green [Nan95] :

$$\frac{E_m - E'}{E_0 - E'} = 1 - \frac{\phi}{\phi_0} \quad (3.17)$$

où E' est le module de Young à partir duquel le mécanisme de densification s'opère. Les auteurs estiment $E' = 0.06E_0$.

- la méthode d'identification [Wan84 ; Ven18]. On remarque en effet que, pour ces deux études, les modules identifiés par flexion sont sous estimés par rapport aux modules identifiés par résonance ultrasonore. Wang attribue cette observation à des endommagements locaux causés par les points d'appuis de flexion, en particulier pour les taux de porosité importants.

Concluons finalement par observer que les tendances sont similaires et que les données issues des différentes études sont cohérentes entre elles. Les études relatives à l'étude du coefficient de Poisson sont en revanche moins nombreuses. La figure 3.20 résume les données issues de la littérature pour l'évolution de ce coefficient en fonction de la porosité de l'alumine. On remarque une tendance décroissante avec l'augmentation de la porosité. Cette décroissance est cependant relative, en particulier pour les travaux de Chmielewski et al. [Chm14]. D'après les données réunies, le coefficient de Poisson à porosité nulle est compris entre 0.2 et 0.23, et diminue jusqu'à 0.15 d'après les simulations numériques de Roberts et al. [Rob00]. Notons que Lam et al. considèrent, pour leurs mesures de E_m par résonance ultrasonore, un coefficient de Poisson de 0.17 indépendant de la densité [Lam94]. Etant donné la faible variation du coefficient de Poisson et sans comparaison par rapport à la matrice du matériau étudié, nous considérerons le coefficient de Poisson comme constant et égal à une valeur moyenne de 0.2.

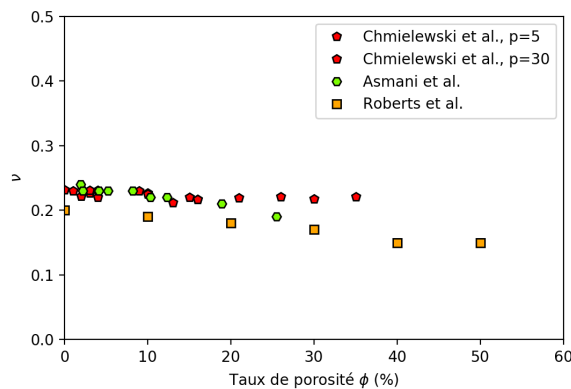


FIGURE 3.20 – Evolution du coefficient de Poisson l'alumine microporeuse en fonction du taux de porosité

Finalement, le comportement élastique des matériaux alumine partiellement frittés ont largement été étudiés dans la littérature. Plusieurs modèles analytiques ont été évoqués, et permettent généralement de bien reproduire l'effet de la porosité sur l'élasticité du matériau homogène. L'effet de la préparation, ainsi que de la géométrie et de l'organisation des particules sur les paramètres des modèles fait cependant toujours l'objet d'études. Nous nous intéresserons maintenant aux propriétés à rupture de l'alumine microporeuse.

Endommagement et rupture de l'alumine microporeuse. Tout comme pour le comportement élastique, l'étude du comportement à rupture est classiquement étudié dans la bibliographie par essais de flexion ou par simulation numérique. La figure 3.21 démontre le comportement fragile de l'alumine microporeuse par essai de flexion trois points sur éprouvettes entaillées [Lam94] ou par essais de traction virtuel par DDM (*Discrete Damage Model*) [Jau11].

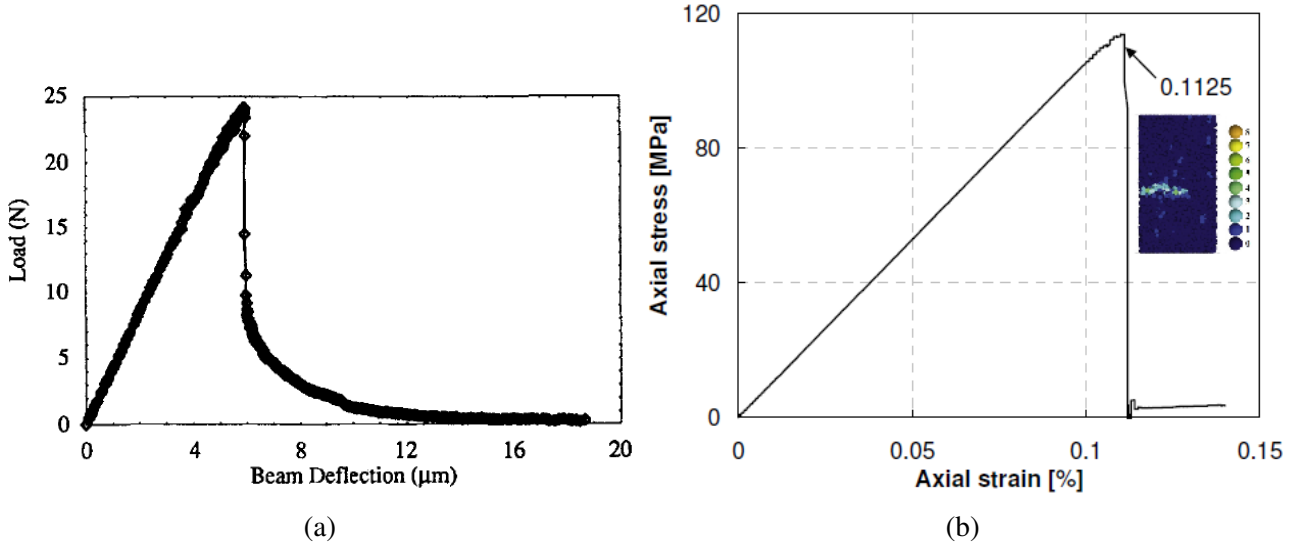


FIGURE 3.21 – a. Courbe charge déplacement pour un essai de flexion entaillé [Lam94] b. Simulation d'un essai de traction virtuel par DDM (*Discrete Damage Model*) [Jau11]

L'évolution de la contrainte en flexion quatre points $\sigma_{flex,m}$ en fonction de la microporosité matricielle est tracée en figure 3.22 d'après les travaux de Ben Ramdane et Vennin [BR14; Ven18]. En posant l'hypothèse $\bar{\sigma}_{flex,m} = \bar{E}_m$ où $\bar{\sigma}_{flex,m}$ et \bar{E}_m sont définis par les équations 3.18 et 3.19, cette hypothèse permet de reproduire la tendance observée par les données expérimentales, et les valeurs $\sigma_0=200\text{MPa}$ et $\sigma_0=400\text{MPa}$ permettent d'encadrer la dispersion. La valeur $\sigma_0=300\text{MPa}$ permet de tracer la tendance moyenne.

$$\bar{\sigma}_{flex,m} = \frac{\sigma_{flex,m}}{\sigma_0} \quad (3.18)$$

où σ_0 est la contrainte en flexion à porosité nulle et $\sigma_{flex,m}$ la contrainte en flexion à un niveau de porosité donné.

$$\bar{E}_m = \frac{E_m}{E_0} \quad (3.19)$$

où $E_0=400\text{GPa}$ est le module de Young de la matrice à porosité nulle et E_m le module de Young à un niveau de porosité donné. La valeur de \bar{E}_m peut être calculée pour tout taux volumique de microporosité, puisque les paramètres de l'équation 3.15 ont été identifiés ($\phi_c=0.51$ et $m=1.56$).

L'incertitude sur la valeur de $\sigma_{flex,m}$ pour un niveau de microporosité donné est grande. Les trois jeux de paramètres tracés sur le graphe 3.22 seront donc considérés dans la suite de ce chapitre afin d'analyser comment l'incertitude liée à l'identification de ce paramètre se traduit sur le comportement mécanique des cellules micros.

Finalement, aucune valeur de contrainte à rupture en traction $\sigma_{c,m}$ n'a été trouvée dans la littérature.

Cette donnée est cependant un paramètre indispensable pour modéliser la rupture de la matrice. On posera l'hypothèse que la longueur caractéristique de la matrice définie par $L_m = E_m G_{c,m} / \sigma_{c,m}^2$ est suffisamment faible pour que la contrainte à rupture en flexion soit proche de la contrainte à rupture en traction. Les travaux de Doitrand et al. montrent que cette hypothèse est valide lorsque les épaisseurs d'éprouvettes sont au moins vingt fois supérieures aux longueurs caractéristiques L_m [Doi21], c'est à dire $L_m \leq 0.1\text{mm}$ pour les données d'essai de Ben Ramdane.

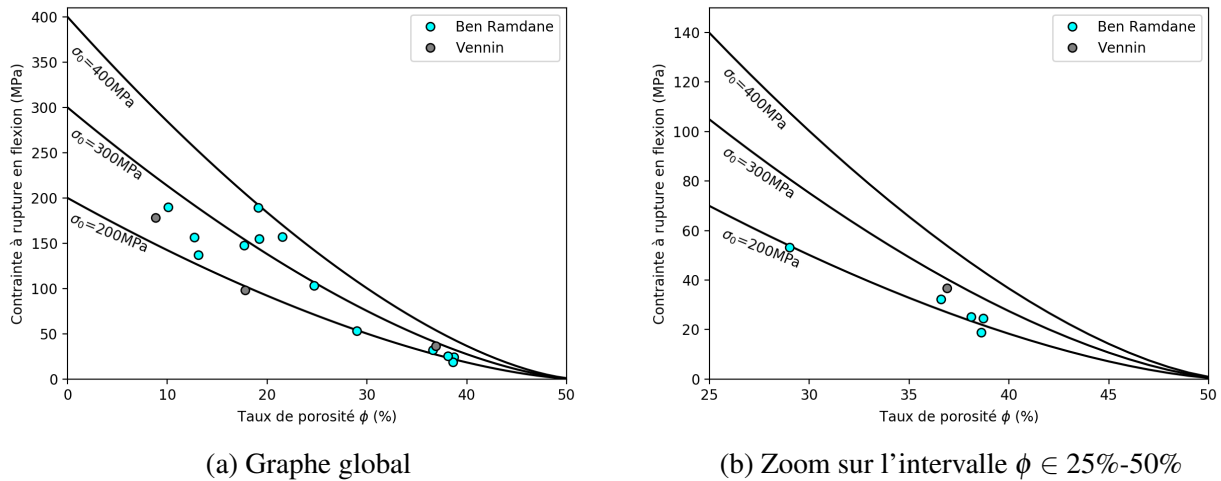


FIGURE 3.22 – Evolution de la contrainte à rupture en flexion quatre points $\sigma_{flex,m}$ de l'alumine microporeuse en fonction du taux de porosité

Nous poserons également l'hypothèse que $\bar{G}_{c,m} = \bar{E}_{c,m}$ (où $\bar{G}_{c,m}$ est définie par l'équation 3.20), ce qui a par ailleurs été observé expérimentalement par Lam et al. [Lam94]. De même que pour $\sigma_{flex,m}$, la valeur de $G_{c,m}$ est tracée en figure 3.23 pour plusieurs valeurs de $G_{c,0}$ et comparée aux valeurs expérimentales obtenues par Lam et Deng [Lam94 ; Den01] à l'aide de flexion trois points sur éprouvettes entaillées.

$$\bar{G}_{c,m} = \frac{G_{c,m}}{G_{c,0}} \quad (3.20)$$

où $G_{c,0}$ l'énergie de rupture à porosité nulle et $G_{c,m}$ l'énergie de rupture à un niveau de porosité donné.

De même que pour l'évolution de la contrainte à rupture, les données expérimentales issues de deux différentes études sont différentes, en particulier pour les faibles niveaux de microporosité. Une étude paramétrique de l'effet de $G_{c,m}$ sur le comportement mécanique des cellules micro sera donc également effectuée par la suite.

2.3 Modélisation du comportement de l'interface fibre/matrice

Il est aussi nécessaire de considérer l'endommagement aux interfaces fibre/matrice, comme observé expérimentalement (chapitre 2, paragraphe 2.3). Ce phénomène est classiquement modélisé par l'utilisation d'un constituant numérique bidimensionnel mais qui ne représente pas de constituant physique : les zones cohésives. Nous utiliserons une loi bilinéaire, identique à celle utilisée pour la matrice. Il s'agit donc d'identifier, pour les trois sens de sollicitation (sens normal et deux sens de

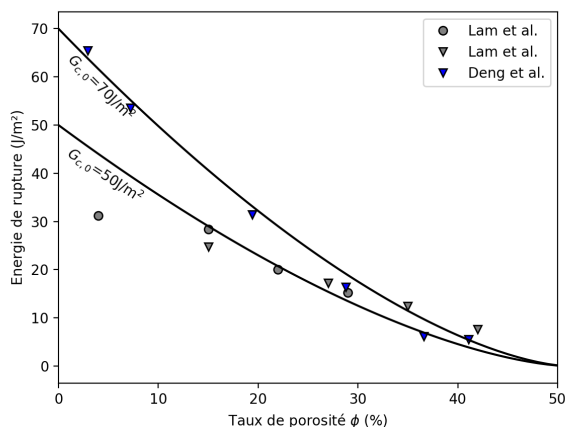
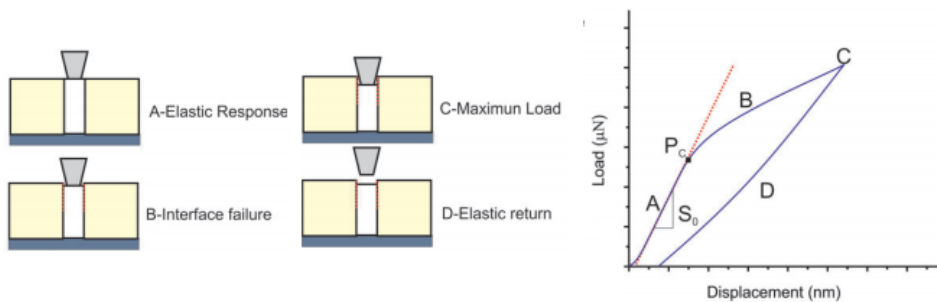


FIGURE 3.23 – Evolution de l'énergie de rupture de la matrice $G_{c,m}$ en fonction du taux volumique de microporosité de l'alumine microporeuse en fonction du taux de porosité

cisaillement), la rigidité K , la contrainte à rupture σ_c^i , et l'énergie de rupture G_c^i . La rigidité est surtout un paramètre numérique, qu'il faut fixer de façon à ne pas assouplir l'interface fibre/matrice. En revanche, il est nécessaire d'identifier les paramètres σ_c^i et G_c^i .

Identification des paramètres en cisaillement. Une méthode classique permettant d'identifier ces propriétés en cisaillement est le recours aux essais d'indentation sur fibres, tels que les essais de push-out ou de push-in. Les figures 3.24 et 3.25 illustrent les différentes séquences d'endommagement attendues pour ces deux types d'essais, et leur effets sur les courbes contrainte-déplacement.



(a) Push-in

FIGURE 3.24 – Push-in : schématisation de la courbe charge-déplacement attendue en fonction des séquences d'endommagement selon [MM16]

A notre connaissance, seules deux études se sont intéressées à l'identification de la résistance de l'interface fibre matrice de composites oxyde/oxyde à matrice faible par push-in [Wea06] et push-out [Jia18]. En push-in les contraintes à initiation mesurées sont inférieures ou égales à 6MPa, tandis que les contraintes à rupture mesurée par push-out sont supérieures ou égales à 90 MPa (cette valeur étant estimée pour une température d'essai de 800°C). Au delà de l'effet de la température d'essai, l'écart important entre ces valeurs impose de réaliser des essais d'indentation sur le matériau UD étudié dans le cadre de ces travaux.

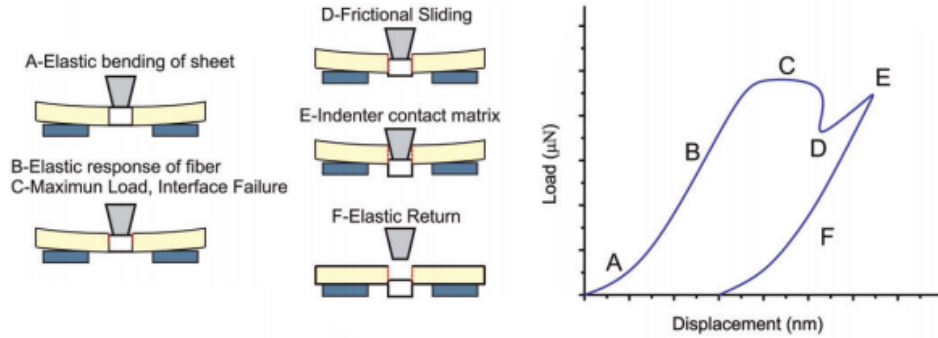


FIGURE 3.25 – Push-out : schématisation de la courbe charge-déplacement attendue en fonction des séquences d'endommagement selon [MM16]

Résultats sur UD. Des essais de push-out ont été effectués sur UD. La forme ovoïdale des sections de la majorité des fibres est problématique par rapport à la géométrie circulaire sur la surface d'indentation (5 microns de diamètre). Les essais ont été réalisés sur les fibres présentant une section circulaire (moins de 3% des fibres), pour des diamètres compris entre 11.0 et 14.1 microns. Ces essais ont été effectués sur la référence UD 1201, présentant un taux de microporosité matricielle de 37%. Les échantillons ont été polis au micron avec une Minimet 1000 (Buehler™), afin de contrôler l'épaisseur de l'échantillon (épaisseur finale de 150 ± 10 microns). La contrainte de cisaillement moyennée sur la longueur de l'échantillon est calculée selon l'équation 3.21 [MM16].

$$\tau = \frac{F}{2\pi Rl} \quad (3.21)$$

où F est la charge mesurée lors de l'indentation, R le rayon de la fibre, et l l'épaisseur de l'échantillon. Les courbes contrainte-déplacement sont tracées sur les graphes de la 3.26.

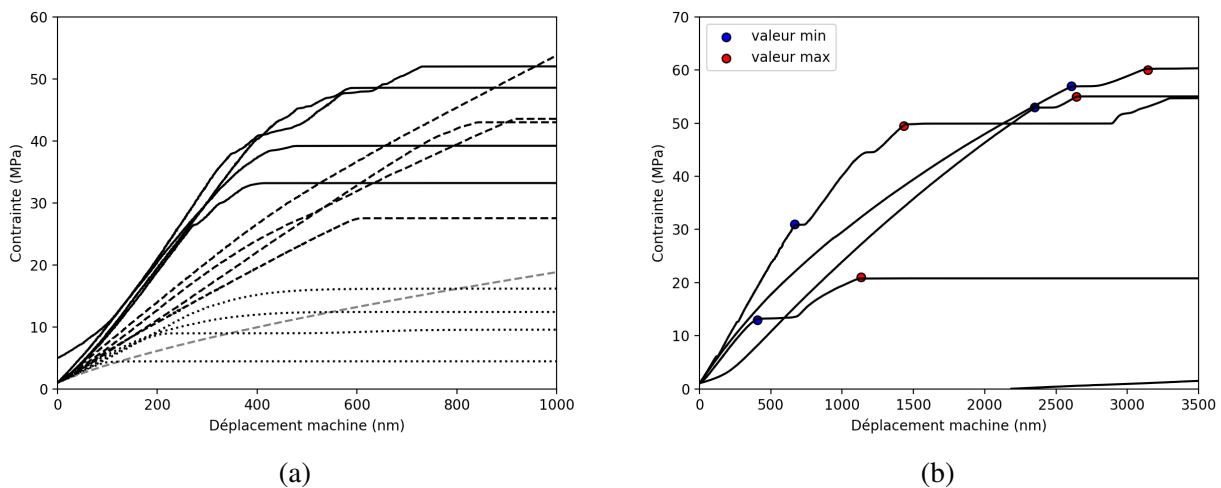


FIGURE 3.26 – Courbes contrainte-déplacement des essais de push-out effectués sur UD (référence 1201) : a. courbes conformes aux résultats attendus, b. courbes présentant plusieurs plateaux de charge

Les courbes sont classées selon différentes analyses. La majorité des courbes obtenues sont cohérentes avec les formes attendues pour des essais de push-out (figure 3.26 a). Pour ces essais, on remarque une forte variabilité des résultats, à la fois par rapport à la contrainte maximale obtenue, et également par rapport à la souplesse du système fibre-interface-matrice. Les résultats d'essais de

push-out présentent souvent une dispersion importante, qui est due à plusieurs facteurs, dont la taille de la section, le voisinage de la fibre indentée, l'éventuel décentrage de l'indenteur par rapport à la fibre, etc. Dans le cas des composites oxyde/oxyde, les analyses morphologiques effectuées montrent en plus une dispersion de la microstructure par rapport à la présence de fissures de retrait éventuelles, des zones de décohésion fibre-matrice à l'état initial, etc. ce qui peut expliquer la forte variation des résultats. Deux hypothèses peuvent expliquer les plateaux de charge observés sur les courbes de la figure 3.26 b. On peut supposer que l'interface fibre matrice est rompue à partir du premier plateau de charge, et que la charge est reprise lorsque l'indenteur entre en contact avec la matrice (schéma E de la figure 3.25). La matrice microporeuse peut cependant s'endommager au contact de l'indenteur, créant l'apparition de nouveaux plateaux de charge. Une seconde hypothèse peut s'expliquer par un placement désaligné de l'indenteur par rapport à la fibre, à cheval sur la fibre et la matrice. La qualité du polissage n'a pas permis d'observations avant/après indentation afin de valider ou infirmer cette hypothèse. Nous considérerons donc deux cas pour la prise en compte des contraintes à rupture pour des deux essais : à apparition du premier plateau de charge (valeur minimale), ou à apparition d'un plateau de charge supérieur à 500nm de déplacement machine (valeur maximale). Cette différence a cependant un faible effet sur les valeurs moyennes calculées (tableau 3.1).

Essais pris en compte	Moyenne MPa	Ecart-type MPa
sans essais avec plateau	23	14
avec essais avec plateau (borne max)	25	14
avec essais avec plateau (borne min)	23	12

TABLE 3.1 – Calcul des contraintes à rupture en cisaillement lors des essais de push-out sur UD présentant une microporosité matricielle de 37%

L'importante dispersion des résultats, quantifiée par l'écart-type des valeurs obtenues (tableau 3.1), permet difficilement de considérer une valeur unique pour les propriétés de zones cohésives, mais plutôt de borner des valeurs "admissibles" pour les contraintes à rupture.

Identification des propriétés dans le sens normal. Les essais d'indentation sur fibre permettent d'identifier les propriétés d'interface en cisaillement. L'identification en sens normal est un challenge. Souvent, les auteurs se basent sur les valeurs identifiées en cisaillement pour déterminer les valeurs en sens normal. [Her16] suppose par exemple que la contrainte à rupture en cisaillement est une fois et demi plus importante qu'en sens normal, tandis que [Pul17] estime ces deux valeurs égales. Par simplification, et afin de réduire le nombre de paramètres à identifier, nous considérerons les valeurs de rigidité, contrainte à rupture, et énergie de rupture identique en sens normal et en cisaillement pour les zones cohésives.

2.4 Choix des paramètres

Finalement, le choix des paramètres pour les trois constituants à l'échelle micro sont résumés ci-dessous :

- **Fibres.** Les fibres sont considérées isotropes et non endommageables. On prendra $E_f=370\text{GPa}$ [3M08] et $\nu_f=0.2$.
- **Matrice, propriétés élastiques (E_m et ν_m).** On considère la matrice isotrope. Le modèle de Phani et Niyogi [Pha87] est choisi pour calculer le module de Young de la matrice en fonction de la microporosité matricielle : $E_m = E_0(1 - \frac{\phi}{\phi_c})^m$ avec $E_0=400\text{GPa}$. Les données expérimentales de Vennin [Ven18] sur la matrice des composites UD étudiés permettent d'identifier $m=1.56$ et $\phi_c=1.51$. L'étude bibliographique montre par ailleurs que le coefficient de Poisson est faiblement dépendant de la microporosité matricielle, et on considèrera $\nu_m=0.2$ indépendant de la microporosité matricielle.
- **Matrice, propriétés à rupture (σ_c^m et G_c^m).** L'hypothèse $\bar{\sigma}_c^m = \bar{E}_m$ décrit bien la tendance observée pour les données issues de la bibliographie. Une forte dispersion des valeurs est cependant observée. On choisira de poser $\sigma_0=400\text{MPa}$, tout en effectuant une étude paramétrique quantifiant l'erreur commise par une éventuelle identification erronée de ce paramètre. De même, l'hypothèse $\bar{G}_c^m = \bar{E}_m$ est posée (hypothèse observée par ailleurs [Lam94]), avec $G_{c,0}=70\text{J/m}^2$. L'erreur commise sur une mauvaise identification de ce paramètre sera également quantifiée.
- **Interfaces fibre/matrice, élasticité (K).** Le paramètre K pour la raideur des éléments d'interface est un paramètre numérique que l'on choisira suffisamment grand de façon à ne pas introduire de souplesse aux interfaces ($K = 1 \times 10^9 \text{MPa/mm}$).
- **Interfaces fibre/matrice, propriétés à rupture (σ_c^i et G_c^i).** Des essais de push-out sur fibre à un taux volumique de microporosité matricielle de 37% ont permis d'identifier une contrainte de cisaillement à rupture de 25 MPa en moyenne malgré l'importante dispersion. Nous prendrons cette valeur pour la contrainte à rupture des interfaces à un taux de microporosité matricielle de 37%. Les propriétés dans le sens normal sont supposées équivalentes. Sans autre mesure supplémentaire, on considèrera que la ratio entre la contrainte à rupture des interfaces fibre/matrice et de la matrice est indépendant du taux volumique de microporosité matricielle, c'est à dire $\sigma_c^i = 0.47\sigma_c^m \forall \phi$. Par simplification, nous choisirons de poser $G_c^i = G_c^m$. L'incertitude sur les paramètres identifiées étant forte, une étude paramétrique sera menée.

3. Comportement à l'échelle micro et changement d'échelle

Nous analyserons dans cette partie les résultats de sollicitations virtuelles des cellules micros, dont plusieurs études paramétriques seront proposées. Le modèle d'endommagement utilisé pour modéliser le comportement mécanique du pli élémentaire UD sera ensuite détaillé, avant de décrire la méthode de changement d'échelle micro - méso.

3.1 Etudes paramétriques à l'échelle micro

Ce paragraphe sera organisé de la façon suite :

- Dans un premier temps, la réponse des cellules virtuelles sera étudiée pour des propriétés de fibre, matrice, et d'interfaces fibre/matrice fixes. Ces propriétés sont données dans les tableaux 3.2 et 3.3 et sont identifiées pour un taux volumique de microporosité matricielle de 37% et un taux volumique de fibre de 45%.

- L'effet de la géométrie des fibres ainsi que l'arrangement des fibres au sein de la cellule micro sera ensuite étudié. Le développement de l'endommagement et les propriétés à rupture seront en particulier analysées.
- Une étude paramétrique sera par la suite proposée afin d'analyser l'effet d'un changement du taux volumique de fibre et/ou de microporosité matricielle sur les propriétés élastiques et à rupture.
- Enfin, une analyse paramétrique des propriétés de la matrice et des interfaces fibre/matrice sera effectuée avant d'examiner en quoi l'incertitude liée à l'identification des contraintes et énergies de rupture des constituants influe la réponse des cellules micros. Dans ce cas, le choix des paramètres sera précisé au cas par cas.

Par la suite, les cellules micros sont sollicitées en conditions périodiques mixtes [Pah08a ; Pah08b].

	E_f, E_m GPa	ν_f, ν_m	σ_c^m MPa	G_c^m J/m ²
Fibres	370	0.2	-	-
Matrice	53	0.2	53	10

TABLE 3.2 – Propriétés utilisées pour les fibres et la matrice

	$K_n = K_s$ MPa/mm	$\sigma_{c,n}^i = \sigma_{c,s}^i$ MPa	$G_{c,n}^i = G_{c,s}^i$ J/m ²
CZM	1×10^9	25	10

TABLE 3.3 – Propriétés utilisées pour l'interface fibre/matrice

Réponse des cellules virtuelles. Six cas de charge élémentaires sont définis par rapport au plan du pli : trois en traction pure et trois en cisaillement. L'endommagement dans le sens fibre n'étant pas pris en compte, seuls cinq cas de charge sont considérés. Les images de la figure 3.27 illustrent les directions de chargement étudiées, ainsi que les dimensions et maillage d'une des cellules générées. La taille de maille moyenne des cellules est d'environ 1 micron. Dans le cas du chargement de cisaillement 12 et 13, des déplacements dans le sens fibre sont imposés (c'est à dire dans la direction hors du plan de la cellule). Dans ces cas, la longueur d'extrusion et le nombre d'éléments dans la direction 1 modifient les propriétés à rupture mesurées. Une étude paramétrique sur la longueur d'extrusion ainsi que le nombre d'éléments dans le sens 1 a été menée (figure 3.28). La sensibilité des résultats provient du nombre d'éléments dans le sens d'extrusion, plutôt qu'à la taille d'extrusion. Afin de garder des temps de calculs raisonnables, nous opterons pour une taille d'extrusion de 10 microns et une taille d'élément de 2 microns dans cette direction.

Les figures 3.29 et 3.30 illustrent l'allure de la courbe contrainte-déformation après sollicitation virtuelle d'une cellule micro, dans le cas de chargements dans le plan du pli (traction sens 22, cisaillement sens 12). L'effet des décohésions fibre-matrice sur la contrainte est plus marqué dans le cas du cisaillement. On considère cependant que, dans les deux cas, la contrainte évolue d'abord quasi-linéairement par rapport à la déformation, puis chute brutalement lorsque la contrainte maximale est atteinte. Dans tous les cas de chargement testés, le comportement de la cellule semble gouverné par

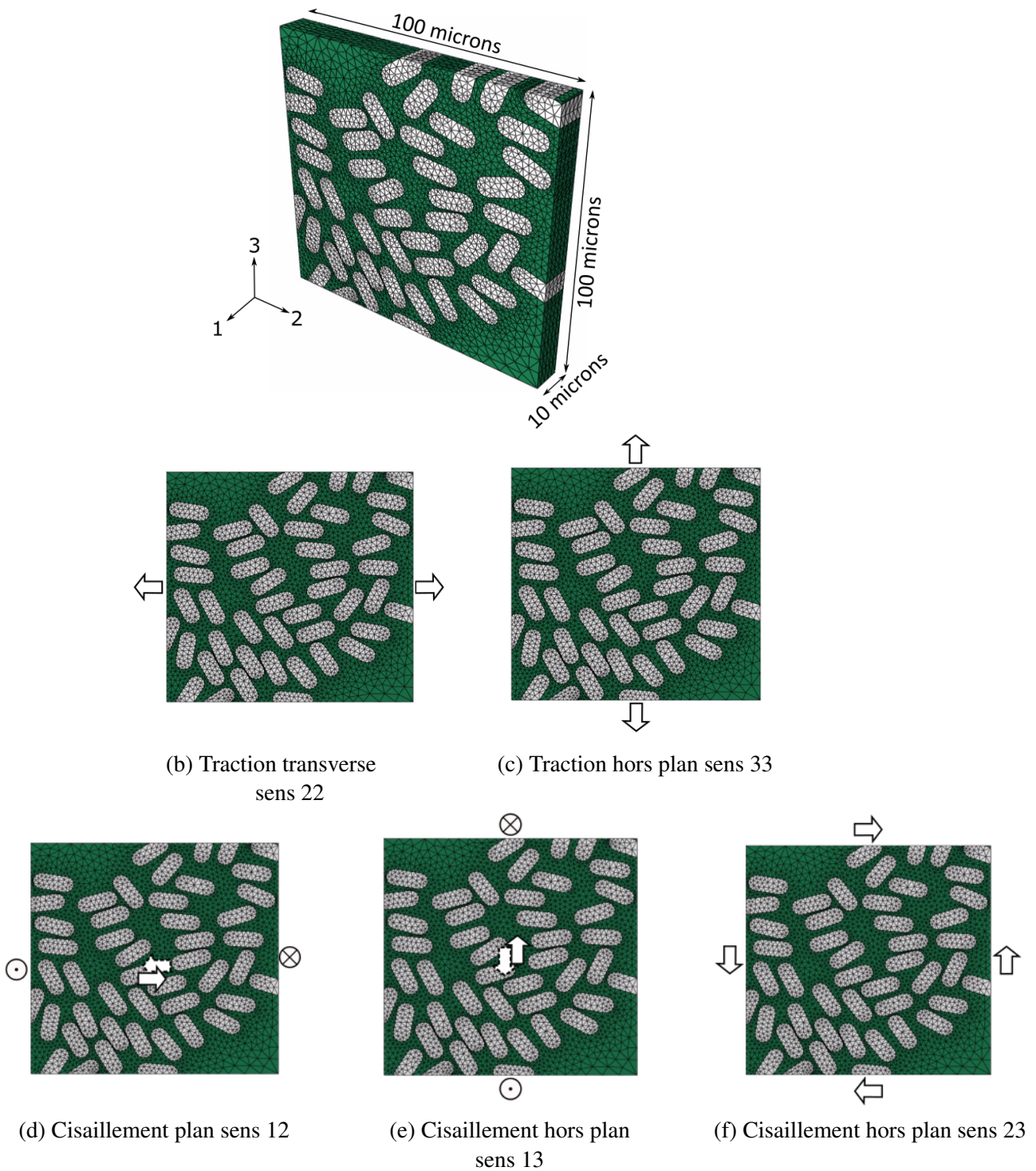


FIGURE 3.27 – Exemple d'une cellule virtuelle (géométrie et maillage) et des cinq chargement élémentaires hors axe appliqués

le comportement quasi-fragile de la matrice, conformément à ce qui est attendu. Les figures 3.29 et 3.30 montrent également l'évolution des variables d'endommagement pour la matrice et les zones cohésives. La chute brutale de la contrainte est due à l'activation de l'endommagement matriciel, dont la "cartographie" dessine le chemin de fissuration au sein de la cellule. Pour certaines cellules (dont l'exemple présenté), la fissuration de la cellule sur toute sa longueur s'effectue en deux temps, ce qui explique l'apparition d'un plateau après le début de la rupture.

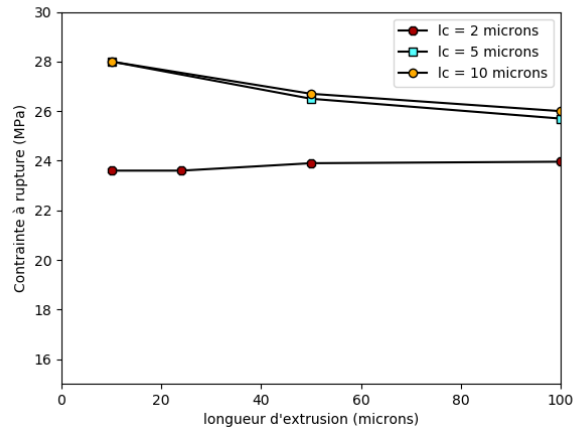


FIGURE 3.28 – Contrainte à rupture mesurée en cisaillement 12 pour différentes longueur d'extrusion de la cellule (longueur axe 1), et pour différentes tailles d'éléments dans le sens d'extrusion

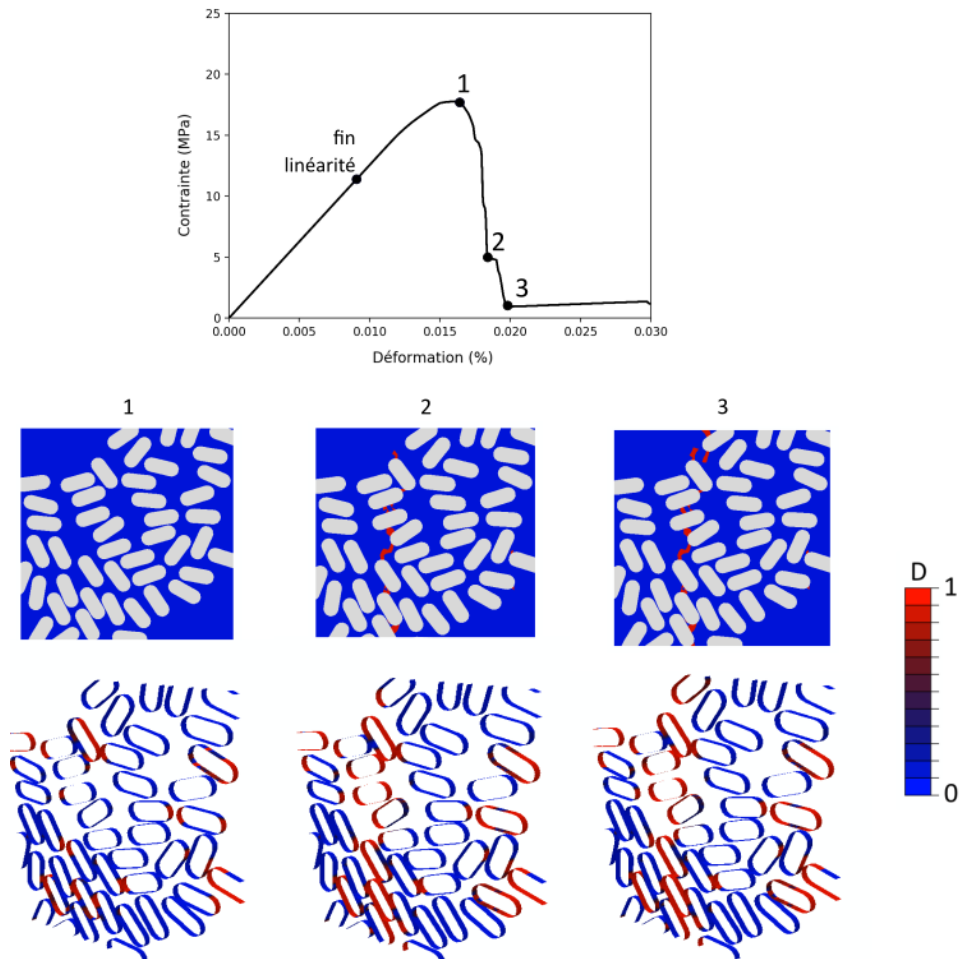


FIGURE 3.29 – Exemple d'une sollicitation en traction transverse (sens 22) : réponse de la cellule virtuelle

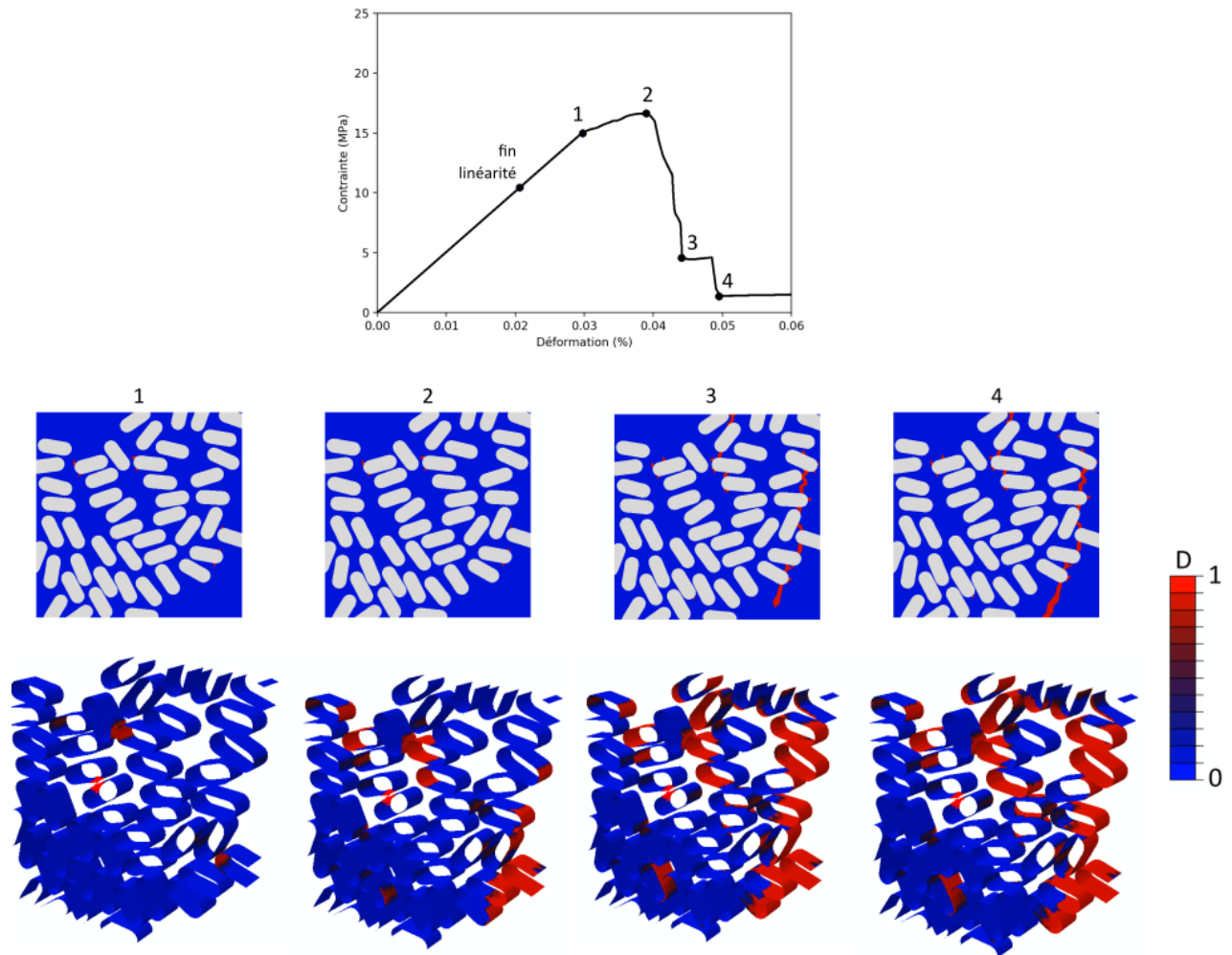


FIGURE 3.30 – Exemple d’une sollicitation en cisaillement plan (sens 12) : réponse de la cellule virtuelle

Variabilité des résultats et effet de l’arrangement fibre/matrice. Nous analyserons la différence de comportement pour les essais virtuels de cellules micro pour quatre cas différents, se rapprochant plus ou moins de l’arrangement réel (figure 3.31). L’objectif est d’identifier les différences de comportement pour des arrangements proches de la microstructure réelle ou pour des arrangements plus théoriques, afin de juger dans quelle mesure il est nécessaire de représenter l’arrangement fibre-matrice réel.

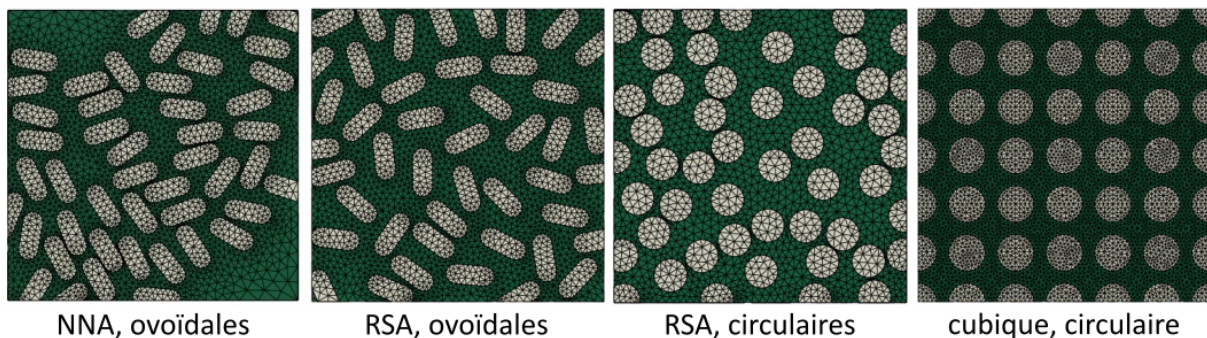


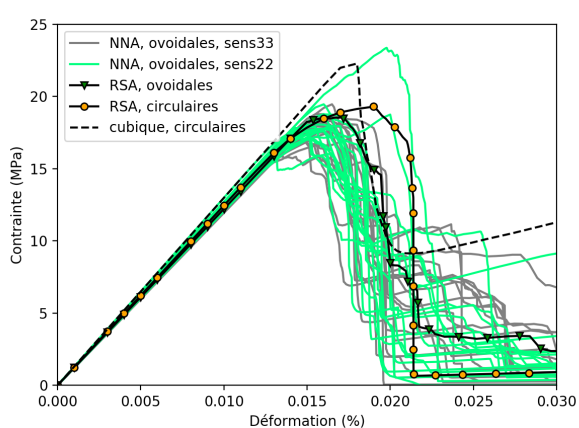
FIGURE 3.31 – Différents cas de géométrie de fibre et d’arrangement fibre-matrice considérés : du plus proche de la microstructure réelle, au cas le plus "théorique".

Les graphes de la figure 3.32 représentent les différentes réponses. Ces mêmes graphes illustrent

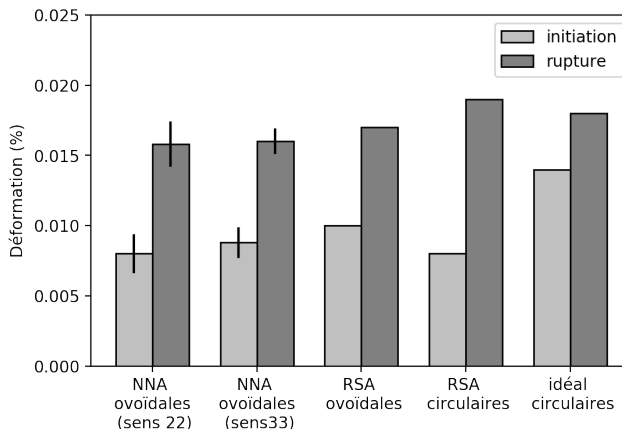
également la variabilité de résultats de toutes les cellules micros générées dans le cas d'arrangement générés par les plus proches voisins (NNA). Les chargements en traction 22 et 33, ainsi que les chargements en cisaillement 12 et 13 sont tracés sur le même graphe pour juger de l'hypothèse d'isotropie transverse sur les propriétés à rupture.

- Variabilité des résultats et isotropie transverse : La réponse des vingt cellules générées par NNA montre une variabilité raisonnable sur les propriétés à rupture, ce qui appuie le choix de la taille de cellule. La déformation à initiation de l'endommagement et la déformation à rupture en sens 22 et sens 33 montrent des résultats similaires dans la variabilité des résultats. Dans le cas du cisaillement 12 et 13, on observe une meilleure résistance (déformation à rupture supérieure d'environ 7%) en cisaillement hors plan (sens 13) qu'en cisaillement plan (sens 12). Cette différence reste cependant proche de la variabilité des résultats.
- Géométrie des fibres : Les différences de propriétés à rupture semblent être dues au rôle des décohésions fibre-matrice (figure 3.33). En traction dans l'axe 22, par comparaison des deux calculs pour un placement aléatoire de fibre (RSA), l'utilisation de fibres à sections ovoïdales permet de retarder le premier endommagement par rapport à des sections circulaires. Cependant, l'utilisation de fibres à section circulaire permet une propagation plus progressive des décohésions, et autorise donc une dissipation d'énergie plus importante se traduisant par une déformation à rupture plus élevée.
- Arrangement des fibres dans les cellules : En comparant l'arrangement de fibres ovoïdales dans la cellule, un arrangement en "paquet" (NNA, arrangement plus proche de la microstructure réelle) présente des propriétés à initiation et à rupture légèrement inférieures à un placement aléatoire (RSA). L'arrangement aléatoire permet en effet une meilleure dissipation d'énergie en tolérant plus de décohésions fibres matrice avant rupture (figure 3.33). Pour les fibres à section circulaire, un arrangement cubique "parfait" permet de retarder fortement l'apparition des premiers endommagements (la déformation à laquelle les premières décohésions apparaissent est presque doublée par rapport à un arrangement aléatoire). Cependant, les décohésions fibre-matrice ne se propagent pas de façon progressive, ce qui explique le comportement particulièrement fragile pour ce type de cellules.

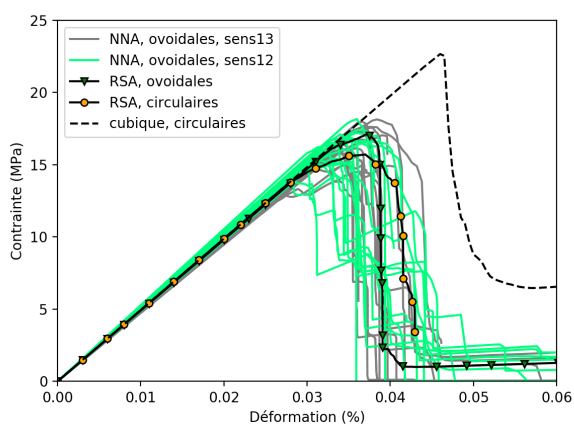
Nous poursuivrons l'analyse du comportement des cellules micro en considérant l'arrange "NNA" avec des sections de fibre ovoïdales, qui correspond à la microstructure caractérisée à l'aide d'observations micros.



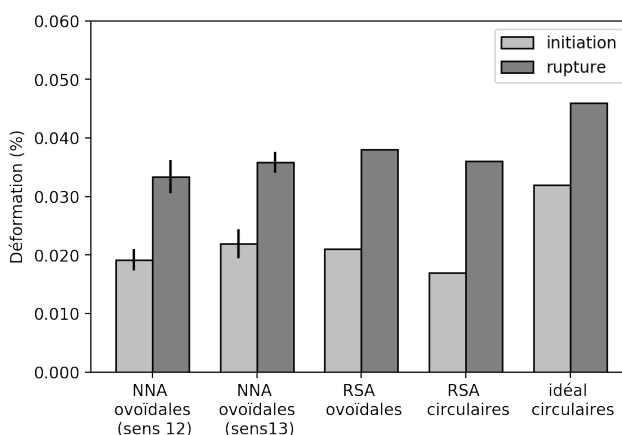
(a) Traction, sens 22 et 33



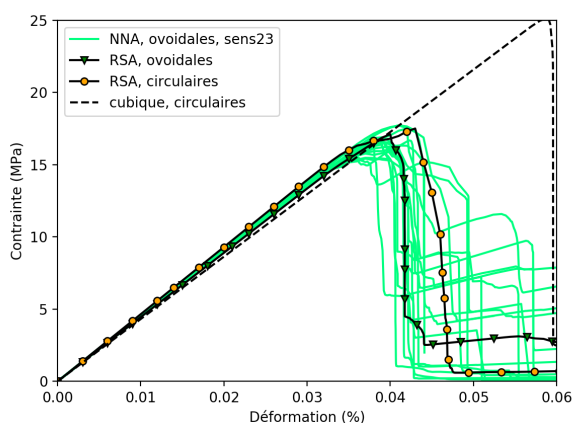
(b) Traction, sens 22 et 33



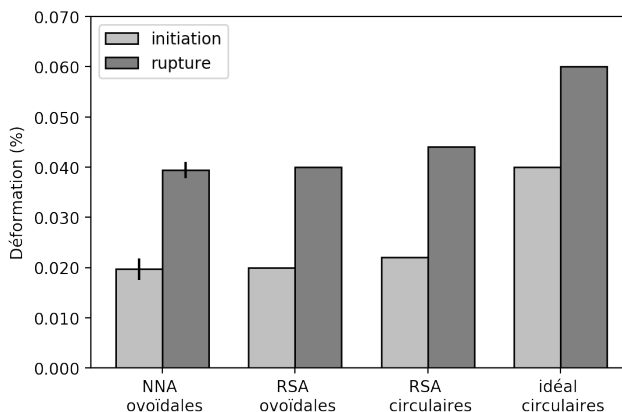
(c) Cisaillement, sens 12 et 13



(d) Cisaillement, sens 12 et 13



(e) Cisaillement, sens 23



(f) Cisaillement, sens 23

FIGURE 3.32 – Variabilité des résultats d'essais virtuels sur cellules micro, pour les cinq cas de chargement : courbes contrainte-déformation (graphes a., c., et e.) et déformation à rupture moyennes (graphes b., c., et d.)

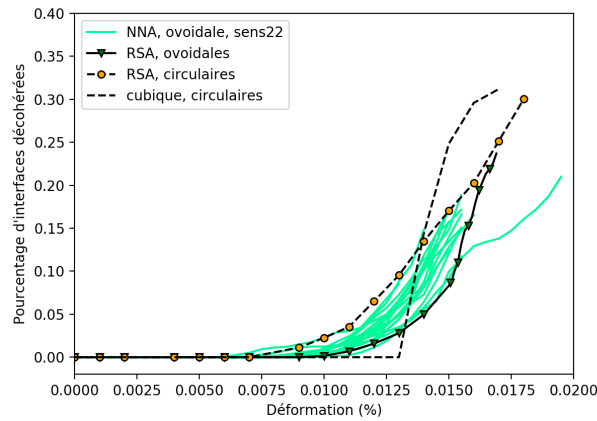


FIGURE 3.33 – Evolution du pourcentage d'interfaces décohérées au sein des différentes cellules, pour une sollicitation en traction sens 22.

Effet du taux volumique de fibre et du taux volumique de microporosité matricielle. Une première étude paramétrique a été menée pour étudier l'effet du taux volumique de fibres et du taux volumique de microporosité matricielle, sur les propriétés élastiques dans un premier temps, puis sur la rupture. Les graphes de la figure 3.34 tracent l'évolution des neuf coefficients d'élasticité en fonction du taux volumique de fibre. Une comparaison est proposée par rapport aux modèles analytiques de Voigt (équivalence en raideur, équation 3.22), Reuss (équivalence en souplesse, équation 3.23), et Halpin-Tsai [Hal76] (équation 3.24). Notons que le module E_1 est légèrement supérieur à la borne de Voigt, tandis que les trois coefficients de Poisson sont constants. Pour les modules E_2 et E_3 , ainsi que les modules de cisaillement, le modèle analytique de Halpin-Tsai est en bonne cohérence avec les résultats numériques.

$$E_1 = E_f TV_f + E_m TV_m \quad (3.22)$$

où E est le module homogénéisé du matériau fibre+matrice, E_f et E_m sont respectivement le module des fibres et de la matrice, et TV_f et TV_m sont respectivement les taux volumiques de fibre et de matrice.

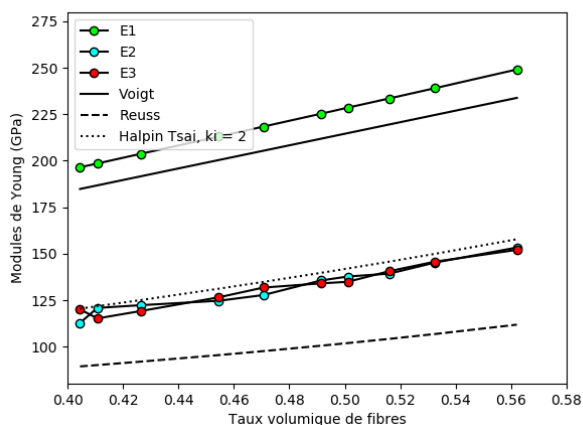
$$\frac{1}{E_{2,3}} = \frac{TV_f}{E_f} + \frac{TV_m}{E_m} \quad (3.23)$$

$$E_{2,3} = E_m \left(\frac{1 + \xi \eta TV_f}{1 - \xi TV_f} \right) \quad (3.24)$$

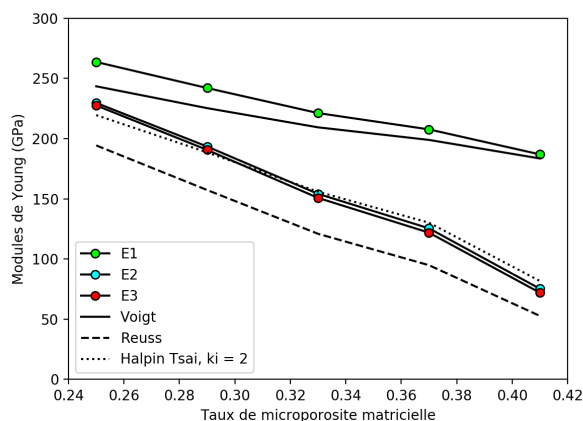
avec :

$$\eta = \frac{E_f/E_m - 1}{E_f/E_m + \xi} \quad (3.25)$$

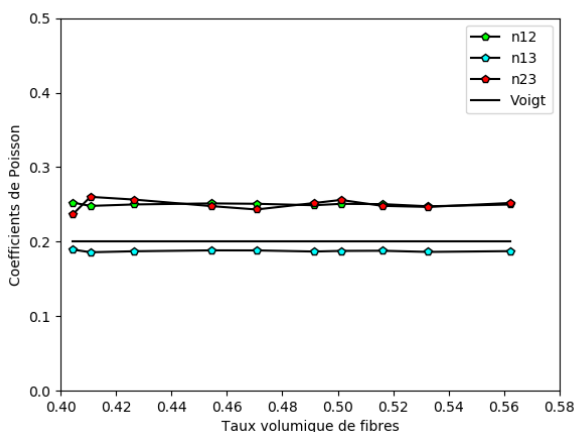
où ξ est un paramètre à identifier.



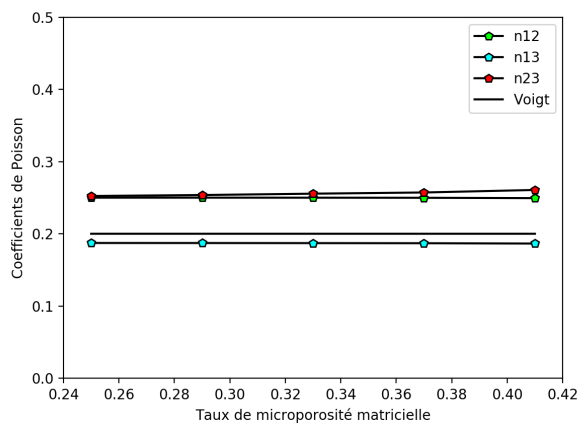
(a) Modules de Young ($\phi=41\%$)



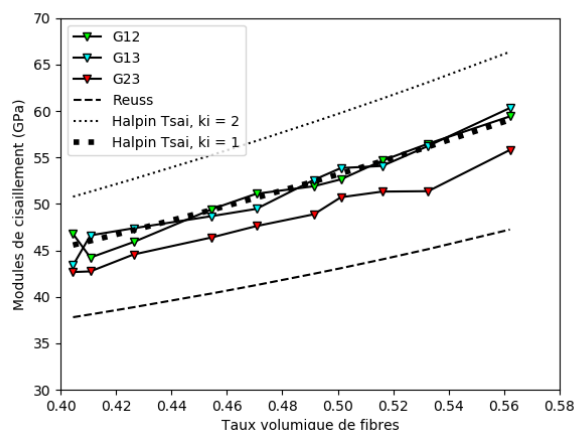
(b) Modules de Young ($TV_f=45\%$)



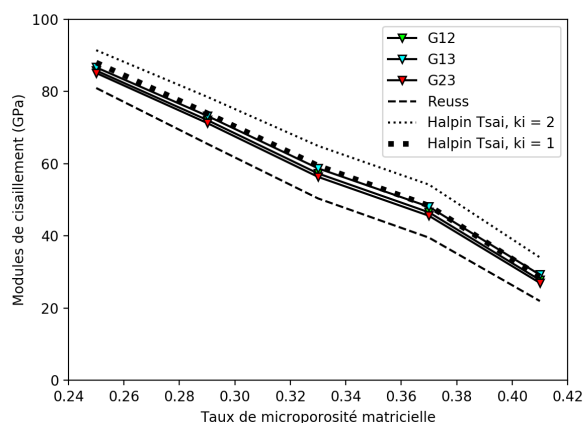
(c) Coefficients de Poisson ($\phi=41\%$)



(d) Coefficients de Poisson ($TV_f=45\%$)



(e) Modules de cisaillement ($\phi=41\%$)

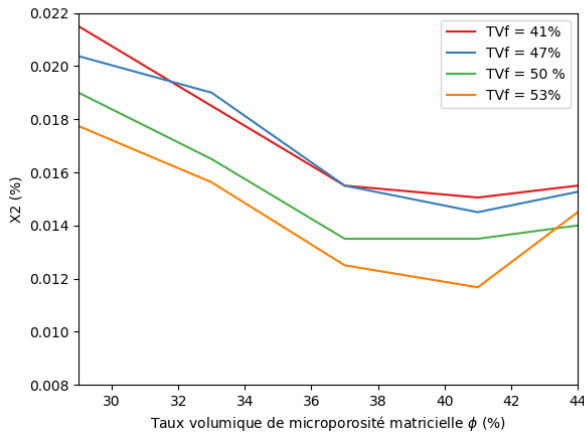


(f) Modules de cisaillement ($TV_f=45\%$)

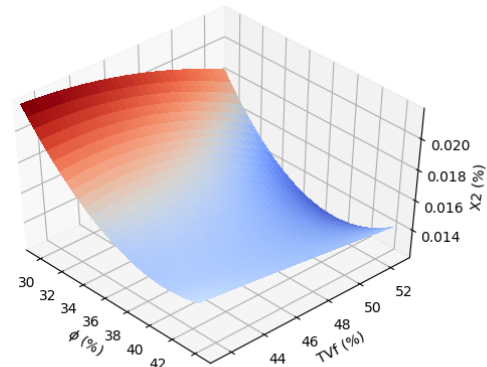
FIGURE 3.34 – Evolution des neuf coefficients de l'ingénieur évalués par homogénéisation numérique, pour différents taux volumiques de fibre et de microporosité matricielle

L'effet du taux volumique de fibre a également été analysé sur le comportement à rupture en traction sens 2 (figure 3.35). Comme observé précédemment, l'arrangement de fibres en paquet diminue la dissipation d'énergie avant rupture. Cet effet est d'autant plus marqué lorsque le taux volumique de fibre augmente, ce qui explique la baisse de la déformation à rupture dans ce cas. L'abaissement

de la déformation à rupture semble particulièrement prononcé pour un taux volumique de fibre supérieur à 47%. Du point de vue de la matrice, la diminution du taux volumique de microporosité en dessous de 37% permet d'améliorer la résistance en traction transverse. Le paramètre ϕ le plus faible possible semble donc optimal d'un point de vue de la résistance en traction transverse. Un compromis doit cependant être gardé à la fois pour préserver la déviation de fissure à l'interface fibre-matrice et assurer le comportement endommageable du composite, et pour les mécanismes d'endommagement à l'échelle du pli (abordés dans le chapitre 4).



(a) Représentation 2D



(b) Représentation 3D

FIGURE 3.35 – Evolution de la déformation à rupture en traction sens 2 (notée X_2) en fonction du taux volumique de fibres TV_f et du taux volumique de microporosité matricielle ϕ

Etude paramétrique en traction 22 : erreur liée à l'incertitude de l'identification des paramètres. Il a été montré précédemment qu'une forte incertitude existait quant à l'identification des valeurs de contrainte à rupture et d'énergie de rupture, à la fois pour la matrice et pour les interfaces fibre/matrice. Une étude paramétrique a été menée afin d'évaluer l'erreur potentiellement commise sur le comportement à rupture en traction 22, liée à une mauvaise identification des paramètres.

La figure 3.36 montre que le choix de l'énergie de rupture pour la matrice a peu d'effet sur le comportement homogénéisé de la cellule. Pour toutes les valeurs d'énergie de rupture "plausibles", le comportement de la matrice est suffisamment fragile pour que la rupture d'un élément entraîne la rupture complète de la cellule. L'incertitude liée à son identification est donc peu problématique. En revanche, l'énergie de rupture des interfaces a un effet important sur le comportement de la cellule. Comme il a été observé précédemment, la rupture de la cellule est directement liée à l'énergie dissipée aux interfaces. Une augmentation de l'énergie de rupture des interfaces permet donc d'augmenter l'énergie dissipée par l'endommagement et de retarder la rupture de la cellule, comme le montre la figure 3.36 b. Certaines valeurs de G_c^i utilisées sont cependant extrêmes. En gardant l'hypothèse que l'énergie de rupture de l'interface fibre/matrice est égale à l'énergie de rupture de la matrice, la figure 3.23 montre que l'énergie de rupture reste inférieure à 20J/m^2 pour des taux volumiques de microporosité matricielle d'intérêt. Au maximum, l'écart d'identification de la déformation à rupture en traction 22 serait donc d'environ 0.0025% , soit une erreur maximale d'environ 15% .

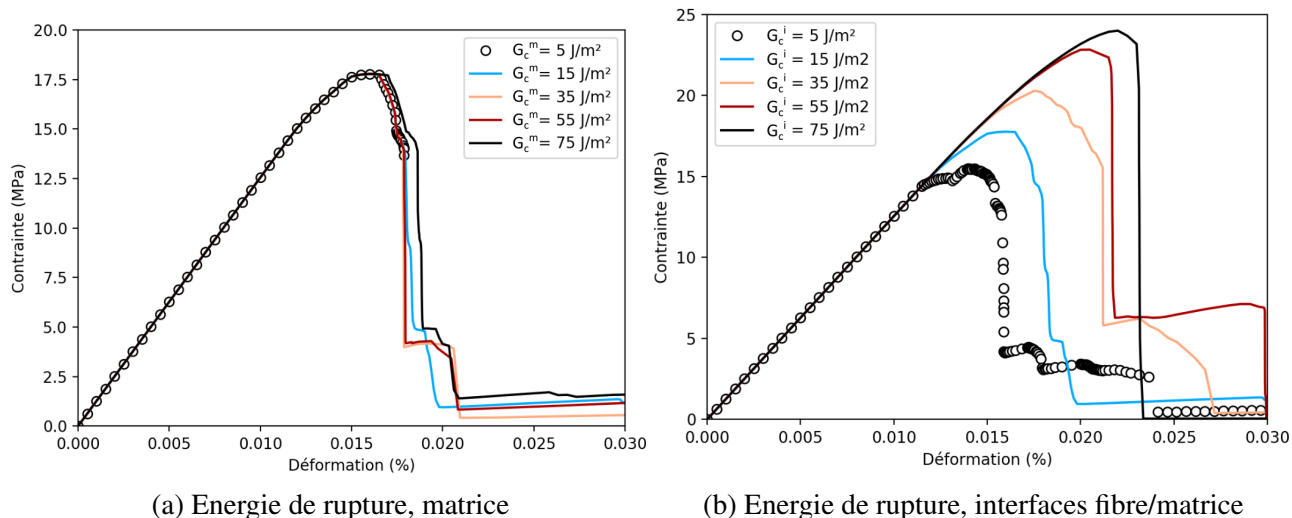


FIGURE 3.36 – Etude paramétrique liée à l'énergie de rupture, pour la matrice et pour les zones cohésives : a. Effet de G_c^m avec $\sigma_c^m=53\text{MPa}$, $\sigma_c^i=25\text{MPa}$, et $G_c^i=15\text{J/m}^2$, b. Effet de G_c^i avec $\sigma_c^m=53\text{MPa}$, et $G_c^m=15\text{J/m}^2$, et $\sigma_c^i=25\text{MPa}$

Une étude similaire a été effectuée pour étudier l'effet de l'incertitude liée à l'identification de la contrainte à rupture de la matrice, à travers la variation des propriétés liées à la microporosité matricielle. Ainsi, sur le graphe 3.37, le module de la matrice est identifié selon le modèle de Phani et Niyogi (paragraphe 2.2), et la contrainte à rupture se base sur l'identification de trois bornes dites inférieures, intermédiaires, et supérieures, tracées sur le graphe 3.22 et englobant les données issues de la bibliographie. On observe que les propriétés à rupture tracées démontrent une sensibilité relativement faible à la contrainte à rupture choisie pour la matrice, en comparaison avec la forte variation des propriétés utilisées pour les bornes supérieures, intermédiaires, et inférieures. La différence maximale déterminée sur la déformation à rupture est par exemple de 12%, et de 5% sur la contrainte maximale. Notons également que plus le taux de microporosité matricielle est faible, plus la cellule tend vers un comportement fragile (figure 3.37 c).

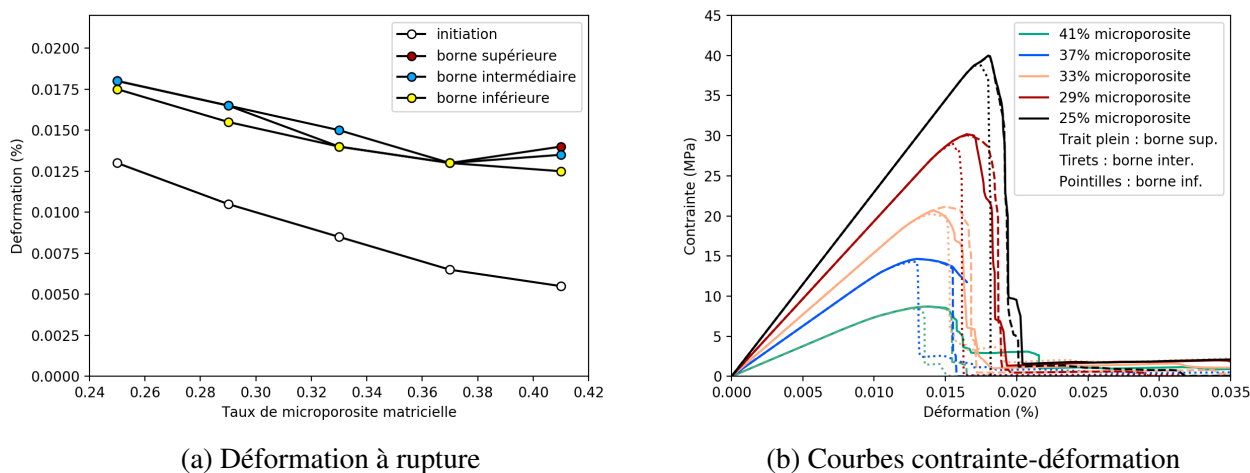


FIGURE 3.37 – Effet de la microporosité matricielle sur le comportement à l'échelle micro en traction

Pour conclure, le comportement à l'échelle micro a été évalué dans différents sens de chargement à l'aide de sollicitations virtuelles des cellules micros. Le comportement mécanique et les séquences

d'endommagement ont tout d'abord été analysées. L'effet de changements dans la microstructure (arrangement et géométrie des fibres, taux volumique de fibre, taux volumique de microporosité matricielle) a ensuite été étudié. Enfin, l'erreur commise par une identification potentiellement erronée des propriétés des constituants des cellules a été évaluée. Malgré la forte incertitude sur certaines identifications, la variabilité des propriétés à rupture à l'échelle de la cellule reste modérée. L'énergie de rupture des interfaces fibre/matrice est le paramètre dont l'incertitude induit potentiellement le plus d'effet.

Nous chercherons par la suite à modéliser le comportement mécanique du pli élémentaire, c'est à dire à l'échelle supérieure où les cellules micros sont considérées comme un matériau homogène. Des éléments de bibliographie seront d'abord donnés avant de détailler le modèle choisi. Finalement, nous verrons comment les cellules micros seront utilisées pour identifier les paramètres du modèle de pli.

3.2 Modélisation du comportement du pli élémentaire : éléments de bibliographie

Trois mécanismes d'endommagement principaux sont bien souvent retenus pour décrire l'endommagement d'un pli UD à l'échelle mésoscopique : i) l'endommagement matriciel ii) le délaminage, et iii) la rupture de fibres. Bien qu'apparaissant souvent de manière séquencée dans l'ordre donné précédemment, ces trois mécanismes sont fortement interdépendants [Bai81 ; Var99 ; Huc05 ; Wis12]. Ils ont d'ailleurs été observés et discutés lors de l'étude expérimentale décrite au chapitre 2. La prise en compte de l'endommagement matriciel est essentielle pour estimer la dégradation des propriétés d'un pli en traction. Beaucoup de modèles centralisent leurs efforts sur ce mode d'endommagement pour décrire phénoménologiquement la baisse de module d'un stratifié [Bar10 ; Mai11]. Cependant, même si la contribution du délaminage sur l'évolution de l'endommagement macroscopique dans ce mode de sollicitation est limitée, sa prise en compte est indispensable dans la conception de pièces ou structures. Il s'agit par ailleurs d'un mode d'endommagement prépondérant parmi les mécanismes de dégradation observés lors du chapitre 2.

Les modèles élastiques endommageables à l'échelle du pli (modèles méso) décrivant ces mécanismes d'endommagement sont nombreux et différent dans leur complexité, leur nature, et les hypothèses qu'ils intègrent. Parmi les plus courants, on peut citer le méso modèle développé au LMT [Lad17], les modèles ODM développés à l'ONERA [Mar10], ou encore le modèle de Matzenmiller [Mat95]. Dans les deux derniers cas, ces modèles ont été appliqués aux composites oxyde/oxyde (pour le comportement en traction statique et en fatigue [BR14 ; Sal20] , et pour le comportement en matage [Bro18]). Ces modèles s'appuient sur l'évolution de variables internes, qui traduisent l'état d'endommagement du matériau. Pour les composites oxyde/oxyde, l'endommagement ne dépend pas de la direction de chargement, et peut donc être décrit par des variables internes scalaires. Trois éléments doivent alors être définis pour chaque variable d'endommagement : i) des critères de rupture activant la variable en question, ii) des lois d'évolution, et iii) l'effet sur le tenseur d'élasticité ou de souplesse.

Dans ce paragraphe, nous proposerons quelques éléments de bibliographie issus de la littérature sur les CMO, pour les trois modes d'endommagement principaux cités précédemment. Une attention particulière sera donnée à la problématique de la description de l'initiation et la propagation de ces

endommagements, ainsi que l'intégrabilité des différentes méthodes et critères évoqués pour notre approche de matériau virtuel.

Initiation et propagation de l'endommagement matriciel. L'apparition de fissures transverses dans un pli est souvent liée à l'initiation d'endommagements aux échelles inférieures (telles que la microfissuration de la matrice et les décohésions fibre matrice), qui coalescent ensuite et se propagent. Ce phénomène a été observé sur le matériau étudié lors d'essais in-situ sous MEB. Dans le cas des CMO, les études issues de la bibliographie montrent que le moment d'apparition de la première fissure transverse dépend de l'épaisseur du pli (figure 3.38).

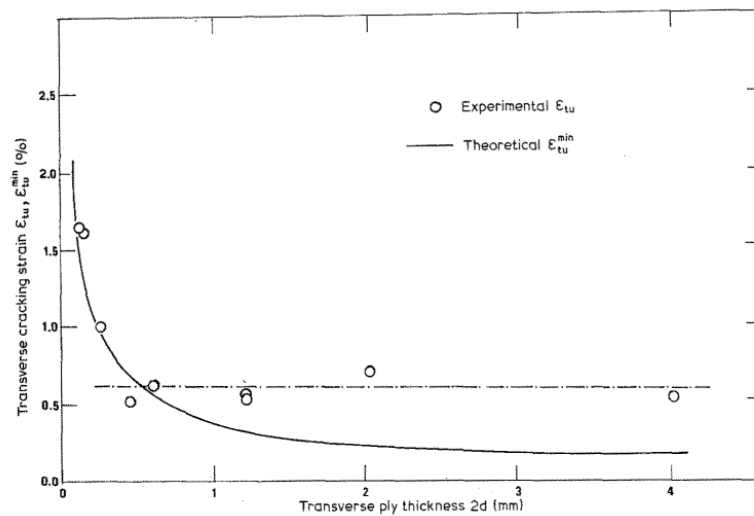


FIGURE 3.38 – Dépendance entre déformation à la première apparition de fissure transverse et de l'épaisseur du pli selon [Par78]

Physiquement, ce phénomène se traduit par le fait que l'énergie libérée par la fissuration est moins importante dans un pli de faible épaisseur, et n'est pas suffisamment importante pour créer une fissure lorsqu'un critère en contrainte est rempli. Cet effet explique la décroissance de la première partie de courbe de la figure 3.38. Pour ce type de pli, on distingue alors la multiplication de microdommages avant que l'énergie apportée ne soit suffisamment importante, et que la fissuration transverse ne s'active. Au contraire, pour un pli suffisamment épais, l'énergie de déformation est déjà suffisamment importante lorsque le critère en contrainte est satisfait. Dans ce cas, l'initiation et la propagation sont alors simultanées. L'apparition de la première fissure ne dépend alors plus de l'énergie de rupture du pli mais seulement de sa résistance, ce qui explique le plateau de la deuxième partie de courbe. En pratique, l'identification d'une épaisseur seuil permet de différencier le calcul des forces thermodynamiques [Lad17], ou de contraintes [Dav05] pour la prédiction d'apparition de la première fissure transverse. Dans notre cas, l'effet de l'épaisseur de pli dans les composites oxyde/oxyde stratifié n'a pas pu être étudié.

Multiplication des fissures transverse et densité de fissures. A l'échelle du stratifié, un pli contenant des fissures transverses peut supporter une partie de la charge appliquée au stratifié par report des charges sur les plis voisins. Cet effet implique que le nombre de fissures transverses augmente au cours du chargement [Huc05 ; Mal12]. Pour décrire la multiplication des fissures transverses dans les plis sollicités hors axe, les variables internes des modèles méso peuvent représenter ou non

un paramètre physique. Lorsque c'est le cas, il s'agit bien souvent de la densité de fissures ρ , définie selon l'équation suivante :

$$\rho = \frac{n}{L} \quad (3.26)$$

où n est le nombre de fissures sur une longueur L . Certains modèles considèrent une densité normalisée par l'épaisseur de pli $\bar{\rho} = \rho h$ où h est l'épaisseur du pli. Cette approche semble intéressante puisqu'elle quantifie l'état de dégradation physique du pli. La connaissance de la densité de fissure est également intéressante pour la prédiction de l'initiation de délaminages, que nous aborderons dans un second temps. Il est cependant nécessaire d'identifier expérimentalement les lois d'évolution de cette densité de fissures, par exemple par mesures du nombre de fissures transverses à différents états de chargement [Huc05]. Dans notre cas, un seul essai sur stratification quasi-iso a été réalisé, et les densités de fissure n'ont pas pu être mesurées de façon fiable. Une autre approche doit donc être envisagée.

Une première alternative à l'identification expérimentale est l'identification numérique. En effet, certains auteurs utilisent des calculs éléments finis pour des stratifications croisées, permettant d'étudier virtuellement l'évolution de la densité de fissures, l'effet d'épaisseur de pli, ou les longueurs de microdélaminages [Her15; Fu20]. En pratique, les plis dont les fibres sont sollicitées dans leur axe sont considérés comme homogène, tandis que les fibres sont explicitement représentées pour les plis à 90° (figure 3.39). D'autres auteurs décrivent explicitement la présence de fibres pour deux directions à l'aide d'un "M2RVE" (*multi-layer representative volume element*) [Son14]. Ces méthodes sont intéressantes dans notre approche de matériau virtuel. Elles sont cependant restreintes à des stratifications croisées.

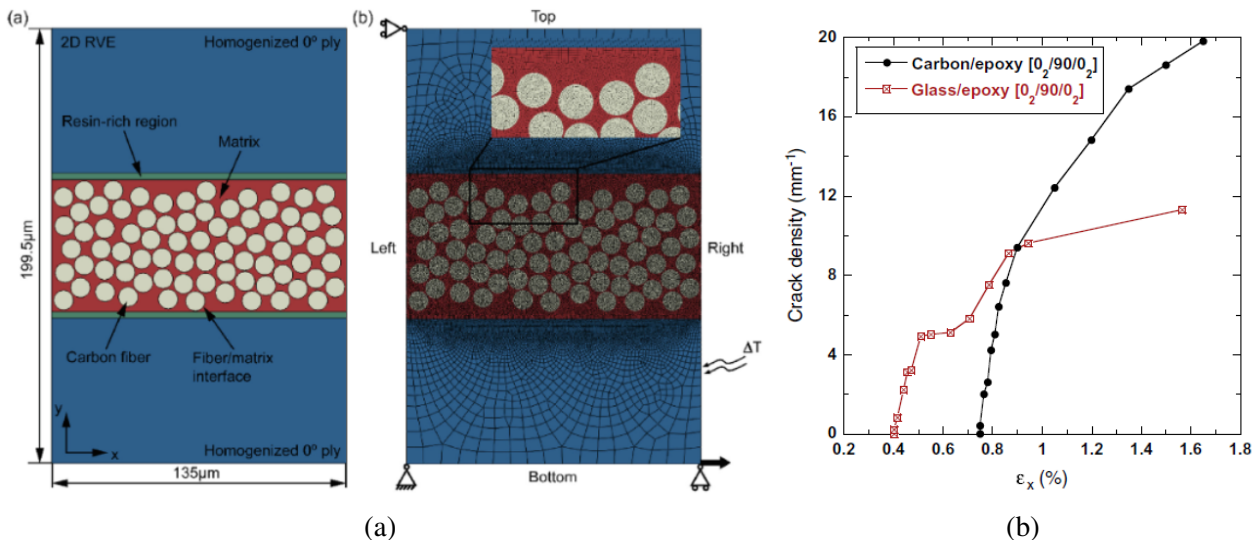


FIGURE 3.39 – a. Maillage élément fini proposé par [Fu20] pour l'analyse des microdélaminages dus à la formation de fissures transverse b. Etude numérique de l'évolution de la densité de fissure par [Her15]

D'autres modèles permettent une alternative à l'identification expérimentale de la densité de fissures. Par exemple, [Bar10] propose une fonction d'activation du dommage, basée sur le calcul d'un taux de restitution d'énergie équivalent et dépendant de la densité de fissures. Le principe du modèle

repose sur l'hypothèse que la fissuration du pli s'effectue si la fonction d'activation du dommage dépasse une certaine énergie de rupture. La densité de fissure est ainsi réévaluée à chaque incrément de charge, de façon à ce que la fonction d'activation du dommage reste en deçà du seuil fixé. Cette méthode semble a priori séduisante et montre une bonne prédiction pour différents cas de stratification simples [Bar10], ainsi que pour des sollicitations multiaxiales induites par la présence de concentrations de contraintes [Mou15]. Aucune comparaison n'est proposée avec des stratifications complexes. Enfin, une autre hypothèse permettant de modéliser l'évolution de l'endommagement matriciel du à la multiplication des fissures transverses serait de considérer le principe de contrainte équivalente [Mai11 ; Pin12]. Cette hypothèse, intéressante de par sa simplicité, suppose que la multiplication des fissures transverses au sein du pli s'effectue à contrainte nominale constante. Elle se justifie par le principe de Saint-Venant, et suppose donc que les fissures sont suffisamment éloignées pour ne pas interagir (figure 3.40 a.). Le taux de restitution d'énergie dans une zone du pli suffisamment éloignée d'une fissure transverse n'est donc pas perturbé par la présence de cette fissure. Cette hypothèse reste cependant valable jusqu'à une densité de fissure limite, à partir de laquelle les fissures transverses sont suffisamment proches pour interagir. Dès lors, la densité de fissure atteint la saturation, et la charge supportée par le pli augmente.

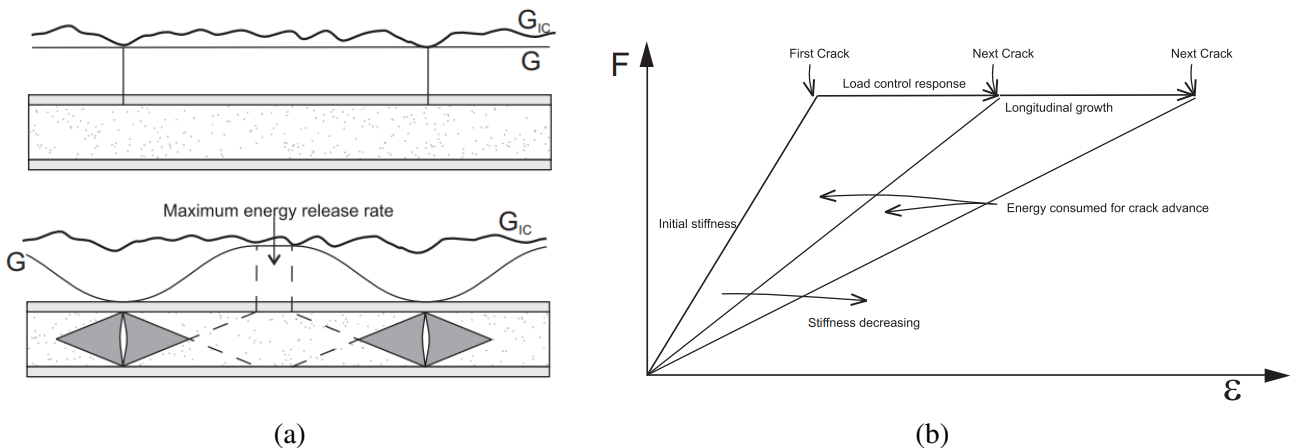


FIGURE 3.40 – a. Variation du taux de restitution d'énergie au sein d'un pli avant et après fissuration b. Principe de contrainte équivalente illustré selon [Mai11]

Saturation de la densité de fissure. A partir d'un certain niveau de charge, la densité de fissure atteint une valeur seuil qui dépend de plusieurs phénomènes. Il peut par exemple s'agir du fait que la densité de fissure atteinte est telle que les fissures interagissent, et qu'il n'existe plus aucune zone du pli où le taux de restitution d'énergie est suffisant pour la création d'une nouvelle fissure. Dans d'autres cas, on considère que la densité de fissures n'augmente plus lorsque d'autres mécanismes d'endommagement (tels que le délaminage) s'activent et deviennent prédominants. Cette densité de fissure à saturation peut alors être estimée par une analyse de type shear-lag proposée par [Pin13], telle que :

$$n_{sat} = \frac{S_L^{is}}{hY_T^{is}} \quad (3.27)$$

où n_{sat} est la densité de fissures à saturation, h l'épaisseur du pli considéré, S_L^{is} est la contrainte de cisaillement à rupture, et Y_T^{is} la contrainte de rupture en traction. Dans d'autres modèles, la densité de fissures est exprimée en fonction du taux de microdélaminage. La fonction d'évolution choisie borne

ainsi "naturellement" la densité de fissures [Huc05]. Enfin, certains modèles bornent explicitement l'évolution de la densité de fissure normalisée à une valeur donnée. Elle peut être bornée à 1 [Sap13] (c'est à dire que longueur entre deux fissures n'est pas inférieure à l'épaisseur du pli), ou à une valeur empirique (par exemple 0.7 pour [Dag13]). Notons cependant que la saturation de la densité de fissures n'est pas toujours considérée dans les modèles.

Délaminage. De nombreux mésomodèles proposés dans la littérature ont recours à des éléments cohésifs à l'interface entre chaque pli de stratifié pour modéliser le délaminage. Cette méthode permet à la fois de décrire l'initiation et la propagation du délaminage. Son principal inconvénient réside dans l'identification des paramètres des lois d'interface, nécessitant souvent le recours à des essais délicats, tels que des essais DCB (*Double Cantilever Beam*) ou ENF (*End Notched Flexure*).

Il convient de distinguer deux modes d'initiation différents de délaminage. Dans un premier cas, le délaminage peut être dû à des chargements hors plans, générant souvent des champs de contraintes importants aux interfaces de plis. Bien que le comportement mécanique des oxyde/oxyde UD a été étudié en traction dans le chapitre 2, des ruptures hors plan ont été observées. Il est donc nécessaire de prendre en compte de mode d'endommagement pour le modèle d'endommagement du pli UD. Dans ce cas, les critères de rupture en contrainte peuvent être utilisés pour modéliser l'initiation du délaminage [Cha13]. Les critères en contrainte se limitent cependant à la prédiction d'initiation de délaminage, et ne permettent pas d'en étudier la propagation. La mécanique linéaire de la rupture est alors couramment employée pour analyser la propagation de fissures de délaminages. Se basant sur les travaux de Griffith [Gri21], les fissures de délaminage se propagent lorsque le taux de restitution d'énergie G est supérieur à l'énergie de rupture G_c . Une méthode classique permettant de calculer le taux de restitution d'énergie est la méthode VCCT (*Virtual Crack Closure Technique*) [Kru04].

La fissuration par délaminage peut également apparaître pour des cas sans chargement hors plan macroscopique. Dans ce cas, elle est due à l'accumulation d'endommagement intrapli. En effet, la présence de fissures transverses au sein des plis engendre des singularités du champs de contraintes en pointe de fissure à l'interface de deux plis, générant l'apparition de microdélaminages. L'accumulation de microdélaminages est souvent quantifiée comme la longueur de zones délaminées pour une longueur de pli donnée :

$$\mu = \frac{\sum_i^n l_i}{L} \quad (3.28)$$

où μ est le taux de microdélaminage, et l_i la longueur de la i ème fissure de microdélaminage mesurée sur une longueur L de pli. O'Brien [O'B82] propose un des premiers critères analytiques permettant de prédire l'initiation de délaminage. L'auteur utilise la mécanique linéaire de la rupture pour proposer une relation entre la déformation ε_c à partir de laquelle le délaminage s'initie et l'énergie de rupture interpli G_c^{pli} :

$$G_c^{pli} = \frac{2\varepsilon_c^2}{t(E_{lam} - E^*)} \quad (3.29)$$

où G_c^{pli} est le taux de restitution d'énergie critique pour l'initiation du délaminage à l'interface considérée, t est l'épaisseur du stratifié, E_{lam} est le module du stratifié avant délaminage, et E^* le module du stratifié après délaminage. L'auteur précise que d'après les résultats expérimentaux, le taux de restitution d'énergie critique G_c^{pli} est indépendant de la stratification et l'effet des orientations

des plis. Cette analyse est confortée par les travaux de Forghani et al. [For13]. Ce critère permet une bonne prédiction des mesures expérimentales et possède plusieurs avantages, par exemple le fait que son application ne se restreigne pas à des stratifications croisées. Zubillaga et al. [Zub14] proposent un autre critère d'initiation de délaminage à l'échelle du pli, appelé MCID (*Matrix Crack Induced Delamination*). Ce critère, illustré par la figure 3.41 se base également sur la mécanique linéaire de la rupture, et propose de calculer le taux de restitution d'énergie généré par la création de fissures de délaminage aux interfaces d'un pli donné en fonction i) des contraintes appliquées au pli délaminé et ii) de la variation de souplesse du stratifié causée par le délaminage et calculée par la théorie des stratifiés (équation 3.30).

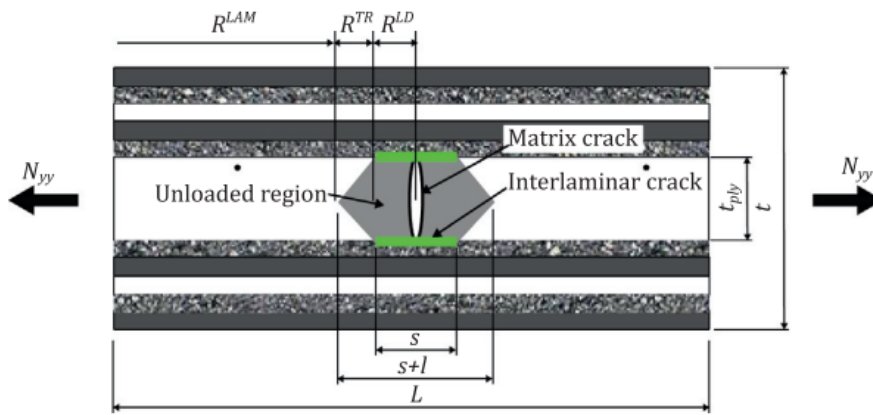


FIGURE 3.41 – Illustration de la zone décharge lors de la création de fissures de délaminages induites par une fissure transverse [Zub14]

$$\left(\frac{\sigma_{11}}{X_1^{MD}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{22}}{X_2^{MD}}\right)^2 + \left(\frac{\tau_{12}}{X_6^{MD}}\right)^2 + \frac{\sigma_{11}\sigma_{22}}{X_{12}^{MD}} + \frac{\sigma_{11}\tau_{12}}{X_{16}^{MD}} + \frac{\sigma_{22}\tau_{12}}{X_{26}^{MD}} = 1 \quad (3.30)$$

où X_{11}^{MD} , X_{22}^{MD} , X_{66}^{MD} , X_{12}^{MD} , X_{16}^{MD} , et X_{26}^{MD} dépendent de la variation de souplesse calculée par la théorie des stratifiés ainsi que du taux de restitution d'énergie critique G_c^{pli} . Ce critère de délaminage est détaillé en annexe A. Un seul paramètre est donc nécessaire à identifier, et ce modèle présente l'avantage de prendre en compte les trois modes de sollicitation dans le plan du pli (traction sens fibre, traction hors axe, et cisaillement). Ce critère est donc intéressant dans le cadre de cette étude.

Modélisation discrète de la fissuration. Afin de connaître l'effet d'une fissure ou d'un réseau de fissures sur le tenseur de rigidité (ou d'élasticité), certains modèles procèdent à des homogénéisations numériques [Huc05 ; Cou08 ; Doi15 ; Mar18] ou développent des modèles analytiques [Kas13]. Ces méthodes sont souvent utilisées dans le cas de fissurations transverses et de microdélaminages, aussi bien pour stratifié UD que pour composites tissés (figure 3.42). Pour prédire le comportement mécanique du matériau, cette approche n'est pas adaptée dans notre cas, car il est nécessaire d'évaluer expérimentalement les caractéristiques des fissures en question (réseau, évolution, etc). En revanche, l'utilisation de cette méthode par une approche inverse peut permettre d'identifier les longueurs et réseaux de fissures se développant dans le matériau. Cela requière la connaissance *a priori* des mécanismes d'endommagement en jeu.

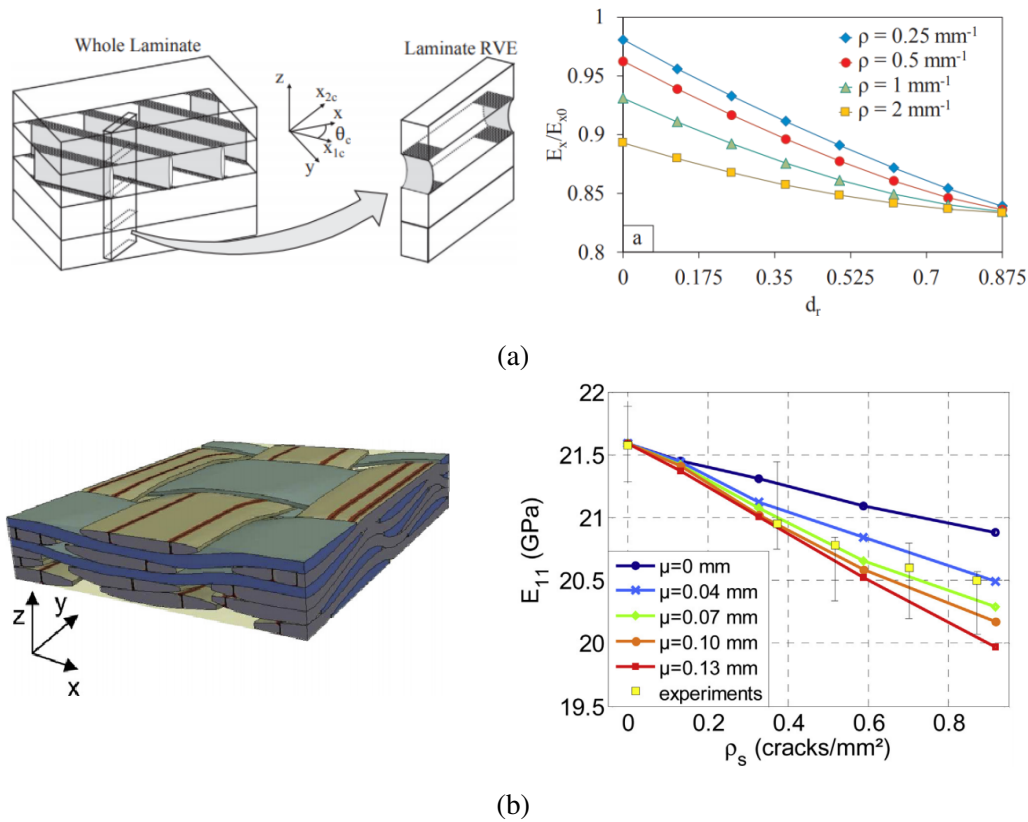


FIGURE 3.42 – a. Définition d'un VER et des conditions aux limites associées à l'échelle d'un stratifié, permettant d'identifier l'effet d'une densité de fissures donnée et d'un taux de microdélaminage [Mar18] b. Insertion explicite de fissure dans un VER textile tissé, permettant d'identifier l'effet d'une densité de fissures et d'un taux de microdélaminage donné dans les fils de trame [Doi15]

Rupture de fibres. Pour des cas de chargement "simples" en traction, l'apparition de ce mode d'endommagement est parfois considéré comme catastrophique, et donc comme un critère de rupture du stratifié. Cependant, pour décrire la rupture progressive de fibres en présence de concentration de contraintes, ce type d'endommagement doit être modélisé. Le modèle de Weibull prend en compte le caractère probabiliste de la rupture de fibre. On considère alors que, pour un élément de volume V_0 soumis à une contrainte σ , la probabilité de rupture de fibres suit la loi exprimée par l'équation 3.31.

$$P(\sigma) = 1 - \exp\left(-\frac{V}{V_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right) \quad (3.31)$$

où σ_0 et m sont des paramètres à identifier, m étant appelé "paramètre de Weibull". Dans le cas d'un fil de fibres Nextel 610, le paramètre de Weibull est d'environ 22 [Bun18].

Une alternative à cette approche consiste à définir un critère de rupture de fibre (qu'il soit en contrainte, en déformation, ou reposant sur le calcul de forces thermodynamiques). Tout comme pour l'endommagement matriciel, la loi d'évolution de cette variable d'endommagement ainsi que son effet sur le tenseur de rigidité (ou de souplesse) doivent ensuite être identifiés.

3.3 Modèle choisi

Nous choisissons de baser notre modèle sur celui proposé par l'ONERA pour les CMO dans le cadre du WWFE [Car12; Car13]. Ce choix est en partie motivé par la bonne prédiction de ce modèle

lors du troisième WWFE (*World Wide Failure Exercise*), ainsi que l'étendue des modes d'endommagement pris en compte (endommagement matriciel, sens fibre, et hors plan). Cependant, un nombre important de simplifications seront apportées, qui sont justifiées par i) la définition du cadre d'étude de ces travaux (rappelons que l'étude porte sur le comportement à température ambiante en traction monotone d'un stratifié), ii) les différences existant entre CMO et composites oxyde/oxyde (par exemple l'absence de viscosité de la matrice), et iii) le nombre limité de paramètres identifiables dans le cadre de notre approche *virtual testing*. Nous choisirons également de formuler les critères de rupture en déformation.

Mécanismes d'endommagement modélisés. Quatre mécanismes d'endommagement seront modélisés : l'endommagement diffus lié aux décohésions fibre-matrice et à l'endommagement matriciel, la fissuration transverse des plis hors axe, la rupture hors plan, ainsi que la rupture sens fibre. Nous choisissons donc de ne pas modéliser la rupture progressive des fibres, mais de considérer la rupture de fibre comme un mode d'endommagement catastrophique (rupture du stratifié dans le cas d'éprouvettes "lisses"). L'ajout du mode de rupture en sens fibre sera cependant nécessaire pour l'étude des concentrations de contraintes, abordée dans le chapitre 5. Nous considérerons par ailleurs que le comportement sens fibre est linéaire jusqu'à rupture (on suppose que l'endommagement matriciel a peu d'effet sur le comportement du pli dans ce sens de sollicitation, la matrice étant préfissurée et son module étant inférieur d'environ deux ordres de grandeur par rapport à celui des fibres). Cette hypothèse semble par ailleurs être appuyée par les essais de traction sur minicomposite [Ric16], qui ne montrent une perte de linéarité que très tard dans l'essai, proche de la rupture.

Equation constitutive. Le modèle s'inscrit dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversibles, en milieu continu. On suppose l'existence d'un potentiel thermodynamique Ψ duquel les lois d'état de l'équation 3.32 dérivent. Ce formalisme suppose également que l'état thermodynamique en un point donné et à un temps donné, dépend uniquement des lois d'état en ce même point et à ce même temps.

$$\boldsymbol{\sigma} = \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} \quad y_i = \rho \frac{\partial \Psi}{\partial d_i} \quad (3.32)$$

où ρ est la masse volumique, et y_i la force thermodynamique amenant à un état d'endommagement d_i . Dans le cadre de notre étude, nous ne prendrons pas en compte les déformations liées aux dilatations thermiques. Nous limiterons également notre modèle à une sollicitation monotone, et négligerons donc les déformations résiduelles (par ailleurs de faible amplitude d'après l'étude expérimentale). Le modèle étant écrit en déformation, le potentiel thermodynamique d'Helmholtz est utilisé, et s'écrit dans ce cas sous la forme :

$$\Psi = \frac{1}{2\rho} (\boldsymbol{\varepsilon} : \tilde{\mathbf{C}} : \boldsymbol{\varepsilon}) \quad (3.33)$$

La loi de comportement devient :

$$\boldsymbol{\sigma} = \tilde{\mathbf{C}} \boldsymbol{\varepsilon} \quad \text{avec} \quad \tilde{\mathbf{C}} = \tilde{\mathbf{S}}^{-1}(d) \quad (3.34)$$

avec $\tilde{\mathbf{C}}$ et $\tilde{\mathbf{S}}$ les tenseurs de rigidité et de souplesse effectifs d'ordre 2, dépendant de l'état d'endommagement d . Les modes d'endommagement évoqués précédemment sont ainsi décrits grâce au

choix des variables d'endommagement associées à des lois d'évolution. On choisit d'exprimer l'endommagement diffus par deux variables δ_2 (endommagement diffus hors axe) et δ_3 (endommagement diffus hors plan), et les trois modes de rupture sens fibre, hors plan, et hors axe respectivement par les variables D_1 , D_3 , et $\bar{\rho}$. On exprimera finalement le tenseur de souplesse effectif sous la forme :

$$\tilde{S} = S_0 + \Delta\tilde{S}(\delta_2) + \Delta\tilde{S}(\delta_3) + \Delta\tilde{S}(\bar{\rho}) + \Delta\tilde{S}(D_3) + \Delta\tilde{S}(D_1) \quad (3.35)$$

avec S_0 le tenseur de souplesse initiale d'ordre 2, et $\Delta\tilde{S}(\delta_2)$, $\Delta\tilde{S}(\delta_3)$, $\Delta\tilde{S}(\bar{\rho})$, $\Delta\tilde{S}(D_3)$, $\Delta\tilde{S}(D_1)$ les tenseurs de variation de souplesse dus à l'endommagement diffus, et aux trois modes de rupture considérés. Dans la formulation standard, les forces thermodynamiques pilotent l'évolution de la variable d'endommagement associée, mais dépendent également du tenseur effectif et donc des variables d'endommagement (équations 3.32, 3.33, et 3.34), ce qui nécessite une résolution numérique implicite. L'expression des forces thermodynamiques sera donc simplifiée de façon à permettre une résolution explicite. On parlera alors de forces motrices. On veillera également à respecter l'inégalité de Clausius-Duhem en imposant explicitement l'irréversibilité du dommage : $D_n = \max(D_n, D_{n-1})$, avec D_n et D_{n-1} une variable d'endommagement donnée aux pas de temps n et $n-1$.

Enfin, la convention utilisée pour les directions du pli élémentaire est rappelée en figure 3.43.

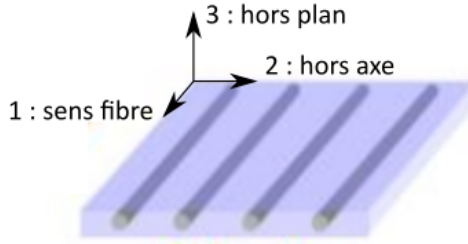


FIGURE 3.43 – Convention utilisée pour les directions du pli élémentaire

Endommagement diffus. Deux forces motrices y_2 et y_3 sont calculées pour modéliser l'initiation de l'endommagement et l'évolution des premières non linéarités. Six paramètres $\alpha_{2,3}^{I,II,III}$ sont introduits dans l'expression des forces motrices, afin de pouvoir prendre en compte des seuils différents dans l'activation de l'endommagement selon le mode de sollicitation (traction ou cisaillement).

$$y_2 = \alpha_2^I C_{22}^0 \langle \varepsilon_{22} \rangle_+^2 + \alpha_2^{III} C_{44}^0 \gamma_{44}^2 + \alpha_2^{II} C_{66}^0 \gamma_{66}^2 \quad (3.36)$$

$$y_3 = \alpha_3^I C_{33}^0 \langle \varepsilon_{33} \rangle_+^2 + \alpha_3^{III} C_{44}^0 \gamma_{44}^2 + \alpha_3^{II} C_{55}^0 \gamma_{55}^2 \quad (3.37)$$

où C_{ij}^0 sont les composantes du tenseur d'élasticité initial, $\langle \cdot \rangle_+$ sont les crochets de Macaulay, α_2^I , α_2^{II} , et α_2^{III} sont trois paramètres à identifier représentant la contribution du sens normal et des deux sens de cisaillement sur la force motrice y_2 . La formulation est analogue pour y_3 avec permutation des indices. Les variables d'endommagement diffus δ_2 et δ_3 sont ensuite calculées à partir des forces motrices (équation 3.38).

$$\delta_i = d_i^c \times \left(1 - \exp \left(- \left(\frac{\langle \sqrt{y_i} - \sqrt{y_i^0} \rangle_+}{\sqrt{y_i^c}} \right)^{p_i} \right) \right) \quad (3.38)$$

avec $i = 2, 3$ et où d_i^c , y_i^0 , y_i^c et p_i sont quatre paramètres à identifier. d_i^c contrôle la saturation de l'endommagement, y_i^0 est la force motrice à l'initiation de l'endommagement, et y_i^c et p_i pilotent l'évolution de l'endommagement. Enfin, l'effet de l'endommagement sur le tenseur de souplesse $\tilde{S}(\delta_i)$ est finalement calculé via le tenseur d'effet $H_{\delta_i}^{eff}$ et l'équation 3.39.

$$\Delta\tilde{S}(\delta_i) = \delta_i H_{\delta_i}^{eff} \quad (3.39)$$

où $i = 2, 3$ et $H_{\delta_i}^{eff}$ sont les tenseurs d'effet à identifier. De plus, bien que l'endommagement en compression ne soit pas considéré dans le modèle, nous veillerons à respecter l'unilatéralité du dommage. Cet effet n'a pas été étudié lors de l'étude expérimentale, mais a déjà été observé pour les oxyde/oxyde tissés [Sal20]. Nous utiliserons pour cela l'indice de Heaviside défini par :

$$\eta_i = \begin{cases} 1 & \text{si } \sigma_{ii} > 0 \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (3.40)$$

avec $i = 2, 3$. Cette formulation crée une discontinuité de la courbe contrainte-déformation lors du passage en compression, ce qui peut engendrer en toute rigueur des difficultés numériques. Nous garderons cependant cette formulation par souci de simplification, et par la limitation de l'apparition du passage en compression dans les cas considérés. Les tenseur d'effet sont donnés par :

$$H_{\delta_2}^{eff} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_2 h_{\delta_2}^{22} S_{22}^0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & h_{\delta_2}^{44} S_{44}^0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & h_{\delta_2}^{66} S_{66}^0 \end{bmatrix} \quad H_{\delta_3}^{eff} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_3 h_{\delta_3}^{33} S_{33}^0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & h_{\delta_3}^{44} S_{44}^0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & h_{\delta_3}^{55} S_{55}^0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (3.41)$$

Rupture par fissuration transverse. L'apparition de la première fissure transverse est modélisée par un critère de rupture quadratique :

$$f_2 = \left(\frac{\langle \varepsilon_{22} \rangle_+}{X_2} \right)^2 + \left(\frac{\gamma_{12}}{Z_{12}} \right)^2 \leq 1 \quad (3.42)$$

où X_2 et Z_{12} sont la déformation à rupture en traction dans le sens 2, et en cisaillement dans le sens 12. Contrairement à d'autres mode de rupture, l'apparition de la première fissure transverse n'entraîne pas une perte brutale des propriétés. L'étude expérimentale a montré que les transferts de charge opérés par les plis voisins permettent au pli fissuré de continuer à supporter une partie de la charge, ce qui entraîne la multiplication des fissures transverses au cours du chargement. Nous ne disposons cependant pas d'information sur la cinétique de l'évolution des densités de fissures. L'approche *virtual testing* menée ici consiste d'ailleurs à limiter autant que possible l'identification empirique des paramètres. Nous choisissons donc l'approche pragmatique mentionnée au paragraphe précédent et qui suppose que la multiplication des fissures transverses s'effectue à contrainte constante. Cette hypothèse est également reprise dans d'autres modèles [Mai11 ; Pin13]. Dans le cas d'un chargement uniaxial en traction ou en cisaillement, cette approche est élémentaire. En revanche, pour un cas gé-

néral de chargement multiaxial traction 22 - cisaillement 12, considérer que les contraintes de traction 22 et de cisaillement 12 sont toutes deux constantes ne permet pas de respecter l'équivalence énergétique entre pli fissuré et pli homogène équivalent. Cette équivalence impose une variation du tenseur de souplesse telle que :

$$\Delta\tilde{S}(\bar{\rho}) = \bar{\rho}H_{1,\bar{\rho}}^{eff} + \bar{\rho}^2H_{2,\bar{\rho}}^{eff} \quad (3.43)$$

avec $H_{1,\bar{\rho}}^{eff}$ et $H_{2,\bar{\rho}}^{eff}$ deux tenseurs d'effet identifiés par homogénéisation numérique [Huc05] (figure 3.44).

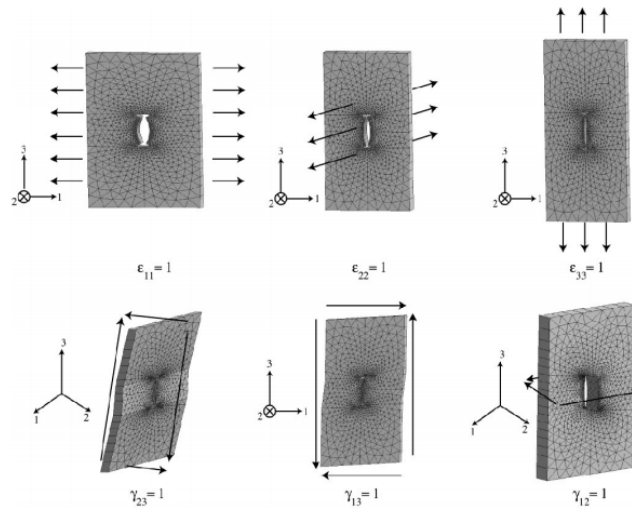


FIGURE 3.44 – Conditions aux limites appliquées pour identifier le tenseur de rigidité complet d'un pli homogène à un pli équivalent fissuré [Huc05]

On définit alors une contrainte équivalente qui est constante lors de la multiplication des fissures transverses, définie telle que :

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\sigma_{22}^2(\bar{\rho}) + \tau_{12}^2(\bar{\rho})} \quad (3.44)$$

et $\bar{\rho}$ est la densité de fissure normalisée par l'épaisseur du pli :

$$\bar{\rho} = \frac{n}{L}h \quad (3.45)$$

où n est le nombre de fissures sur une longueur L d'un pli d'épaisseur h .

La connaissance de la contrainte équivalente et de la déformation à un pas de temps donné (le modèle étant écrit pour un chargement en déplacement imposé), ainsi que l'équivalence énergétique entre pli fissuré et plis homogène équivalente permet de calculer la densité de fissure normalisée $\bar{\rho}$ via un algorithme de Newton-Raphson. Contrairement à la plupart des modèles méso où le tenseur de souplesse est estimé à partir du calcul de la densité de fissure, $\bar{\rho}$ est ici calculé à partir de la connaissance du tenseur de souplesse effectif à un instant donné. La procédure de calcul de $\bar{\rho}$ est décrite ci-dessous et illustrée par la figure 3.45 :

Pas de temps A : satisfaction du critère de rupture f_2 et calcul de $\sigma_{eq} = \sqrt{\sigma_{22}^2(\bar{\rho}) + \tau_{12}^2(\bar{\rho})}$ *Pas de temps B* (tout pas de temps au-delà du pas de temps A) : calcul de $\bar{\rho}$

- Actualisation de la fonction $g(\bar{\rho})$ à rendre nulle par Newton-Raphson : $g(\bar{\rho}) = \sqrt{\sigma_{22}^2(\bar{\rho}) + \tau_{12}^2(\bar{\rho})} - \sigma_{eq}$ avec $\sigma = S(\bar{\rho})^{-1} : \varepsilon$
- Newton-Raphson : tant que $g(\bar{\rho})$ n'est pas nulle, nouveau calcul de densité de fissure $\bar{\rho} = \bar{\rho} - \frac{f(\bar{\rho})}{\partial f(\bar{\rho})/\partial(\bar{\rho})}$, puis actualisation de la valeur de la fonction $g(\bar{\rho})$.

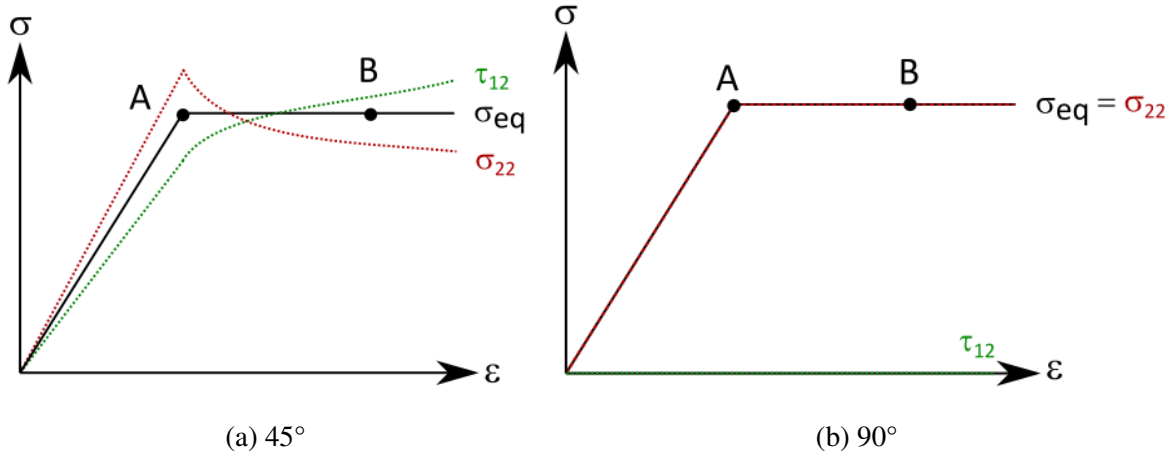


FIGURE 3.45 – Exemple de l'évolution des contraintes des des plis sollicités à des angles de 45° et 90° par rapport à l'axe des fibres (σ_{22} : contrainte de traction dans le sens hors axe, τ_{12} : contrainte de cisaillement dans le plan du pli). A : apparition de la première rupture transverse (la fonction f_2 de l'équation 3.42 est égale à 1), et B : les fissures transverse se multiplient à contrainte équivalente constante

Rupture hors plan. Tout comme pour le le critère de rupture hors axe, nous choisissons un critère quadratique pour la rupture hors plan :

$$f_3 = \left(\frac{\langle \varepsilon_{33} \rangle_+}{X_3} \right)^2 + \left(\frac{\gamma_{13}}{Z_{13}} \right)^2 + \left(\frac{\gamma_{23}}{Z_{23}} \right)^2 \leq 1 \quad (3.46)$$

où X_3 , Z_{13} , et Z_{23} sont respectivement les déformations à rupture en traction hors plan, cisaillement sens 13, et cisaillement sens 23. La variable d'endommagement D_3 est alors exprimée comme :

$$D_3 = \beta_3 \left(\sqrt{f_3} - 1 \right) \quad (3.47)$$

où β_3 est un paramètre à identifier, pilotant la vitesse de dégradation des propriétés. Enfin, le tenseur d'effet pour la rupture hors plan reprend la même forme que le tenseur d'effet d'endommagement diffus hors plan :

$$H_{D_3}^{eff} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_3 h_{D_3}^{33} S_{33}^0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & h_{D_3}^{44} S_{44}^0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & h_{D_3}^{55} S_{55}^0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (3.48)$$

La variation de souplesse est ensuite calculée par l'équation 3.49.

$$\Delta\tilde{S}(D_3) = D_3 H_{D_3}^{eff} \quad (3.49)$$

Rupture sens fibre. Le calcul de la variable d'endommagement D_1 , à la différence du critère de rupture considéré, est un critère de déformation maximale dans le sens fibre.

$$f_1 = \left(\frac{\langle \varepsilon_{11} \rangle_+}{X_1} \right)^2 \leq 1 \quad (3.50)$$

De même, le calcul de la variable d'endommagement et de la variation de souplesse sont similaires pour la rupture sens fibre et hors plan, à la différence près de la forme du tenseur d'effet.

$$D_1 = \beta_1 \left(\sqrt{f_1} - 1 \right) \quad (3.51)$$

$$H_{D_1}^{eff} = \begin{bmatrix} \eta_1 h_{D_1}^{11} S_{11}^0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (3.52)$$

$$\Delta\tilde{S}(D_1) = D_1 H_{D_1}^{eff} \quad (3.53)$$

Précisons que le terme X_1 , désignant la déformation à rupture du pli UD dans le sens fibre ainsi que β_1 , pilotant la vitesse de dégradation du tenseur du souplesse, ne seront pas identifiés virtuellement comme tous les autres paramètres du modèle. Nous n'activerons par ailleurs ce mode d'endommagement que dans le cas de géométries à concentration de contrainte (chapitre 5).

Synthèse. Les tableaux 3.4 et 3.5 proposent une synthèse des équations utilisées pour modéliser l'endommagement diffus, puis la rupture du pli élémentaire.

Mode d'initiation	Critère d'initiation	Evolution de la variable d'endo.	Dégradation des propriétés post-rupture
Hors axe	$y_2 \geq y_2^0$ (eq. 3.36)	$\delta_2 = d_2^c \times \left(1 - \exp \left(- \left(\frac{\langle \sqrt{y_2} - \sqrt{y_2^0} \rangle_+}{\sqrt{y_2^c}} \right)^{p_2} \right) \right)$	$\Delta\tilde{S}(\delta_2) = \delta_2 H_{\delta_2}^{eff}$
Hors plan	$y_3 \geq y_3^0$ (eq. 3.37)	$\delta_3 = d_3^c \times \left(1 - \exp \left(- \left(\frac{\langle \sqrt{y_3} - \sqrt{y_3^0} \rangle_+}{\sqrt{y_3^c}} \right)^{p_3} \right) \right)$	$\Delta\tilde{S}(\delta_3) = \delta_3 H_{\delta_3}^{eff}$

TABLE 3.4 – Modélisation de l'endommagement diffus du pli

Mode de rupture	Critère de rupture	Evolution de la variable d'endo.	Dégradation des propriétés post-rupture
Hors axe	$f_2 = \left(\frac{\langle \epsilon_{22} \rangle_+}{X_2} \right)^2 + \left(\frac{\gamma_{12}}{Z_{12}} \right)^2 \leq 1$	Newton Raphson : hypothèse de contrainte constante	$\Delta \tilde{S}(\bar{\rho}) = \bar{\rho} H_{1,\bar{\rho}}^{eff} + \bar{\rho}^2 H_{2,\bar{\rho}}^{eff}$
Hors plan	$f_3 = \left(\frac{\langle \epsilon_{33} \rangle_+}{X_3} \right)^2 + \left(\frac{\gamma_{13}}{Z_{13}} \right)^2 + \left(\frac{\gamma_{23}}{Z_{23}} \right)^2 \leq 1$	$D_3 = \beta_3 (\sqrt{f_3} - 1)$	$\Delta \tilde{S}(D_3) = D_3 H_{D_3}^{eff}$
Sens fibre	$f_1 = \left(\frac{\langle \epsilon_{11} \rangle_+}{X_1} \right)^2 \leq 1$	$D_1 = \beta_1 (\sqrt{f_1} - 1)$	$\Delta \tilde{S}(D_1) = D_1 H_{D_1}^{eff}$

TABLE 3.5 – Synthèse de la modélisation des différents modes de rupture du pli élémentaire

Le modèle d'endommagement du pli élémentaire étant établi, il est finalement nécessaire d'identifier tous les paramètres. L'objectif est de déterminer ces paramètres à l'aide de sollicitations virtuelles à l'échelle inférieure (échelle micro).

3.4 Identification des paramètres du modèle méso

Toute la stratégie de modélisation repose sur l'identification des paramètres du modèle du pli élémentaire grâce à des essais virtuels sur cellule micro. Pour la totalité du modèle, sont à identifier :

- neuf composantes pour le tenseur d'élasticité
- vingt scalaires liés à l'endommagement et la rupture
- six tenseurs d'effet

Identification à partir des calculs sur cellules micros. Les premiers calculs de l'étude paramétrique ont démontré une meilleure résistance en comportement hors plan (traction 33 et cisaillement 13) que dans le plan (traction 22 et cisaillement 12). En particulier, la résistance est plus importante d'environ 7% en cisaillement. On supposera que cette différence est suffisamment faible pour faire l'hypothèse d'isotropie transverse, permettant de réduire le nombre de paramètres à identifier. En particulier, nous ferons l'hypothèse que les paramètres pilotant l'endommagement diffus liés aux décohésions fibre-matrice sont équivalents en sens 2 et en sens 3 : $y_2^0 = y_3^0$, $y_2^c = y_3^c$, $d_2^c = d_3^c$, et $p_2 = p_3$; de même pour la contribution du mode normal et des deux modes de cisaillement $\alpha_2^I = \alpha_3^I$, $\alpha_2^{II} = \alpha_3^{II}$, et $\alpha_2^{III} = \alpha_3^{III}$. Nous considérerons également que les composantes des tenseurs d'effet $H_{\delta_2}^{eff}$ et $H_{\delta_3}^{eff}$ sont identiques (avec la permutation des indices adéquates pour le changement de direction). Enfin, les déformations à rupture Z_{12} et Z_{13} seront considérées égales. Ces hypothèses permettent de réduire à 11 le nombre de scalaire liés à l'endommagement et la rupture à identifier, et à quatre le nombre de tenseurs d'effet à identifier. Le tableau 3.6 synthétise les paramètres d'endommagement identifiables en fonction des cinq chargements élémentaires appliqués à la cellule micro.

Enfin, précisons que les tenseur d'effet $H_{1,\bar{\rho}}^{eff}$, $H_{2,\bar{\rho}}^{eff}$ ne peuvent pas être identifiés à l'échelle micro, et sont identifiés par homogénéisation numérique avec la méthode proposée par Huchette [Huc05]. La rupture sens fibre ne sera pas considérée pour les éprouvettes lisses, et sera discutée dans le chapitre 5 pour l'étude d'éprouvettes entaillées.

La figure 3.46 illustre l'identification de tous les paramètres, pour les cinq chargements élémentaires. Pour identifier correctement les paramètres liés à l'endommagement diffus, des calculs avec

Chargement de la cellule	Elasticité	Endommagement diffus	Rupture
traction sens 22	E_2, ν_{12}, ν_{23}	$\alpha_2^I, y_2^0, y_2^c, d_2^c, p_2, H_{\delta_2}^{eff}$	X_2
traction sens 33	E_3, ν_{13}		$\beta_3, H_{D_3}^{eff}$
cisaillement sens 12	G_{12}	α_2^{II}	Z_{12}
cisaillement sens 13	G_{13}		
cisaillement sens 23	G_{23}	α_2^{III}	Z_{23}

TABLE 3.6 – Identification des paramètres du modèle du pli élémentaire en fonction de la nature des chargements à l'échelle micro

une matrice non endommageable sont effectués. Certains chargements, tel que le chargement en cisaillement 13, ne sont pas nécessaires pour identifier des paramètres d'endommagement ou de rupture. Cependant, toutes les sollicitations sont intéressantes à comparer entre calcul micro et modèle méso, de façon à s'assurer que les hypothèses d'isotropie transverses soient cohérentes.

Les valeurs utilisées pour chaque paramètre seront précisées au cas par cas lors de l'application du modèle (chapitre 4).

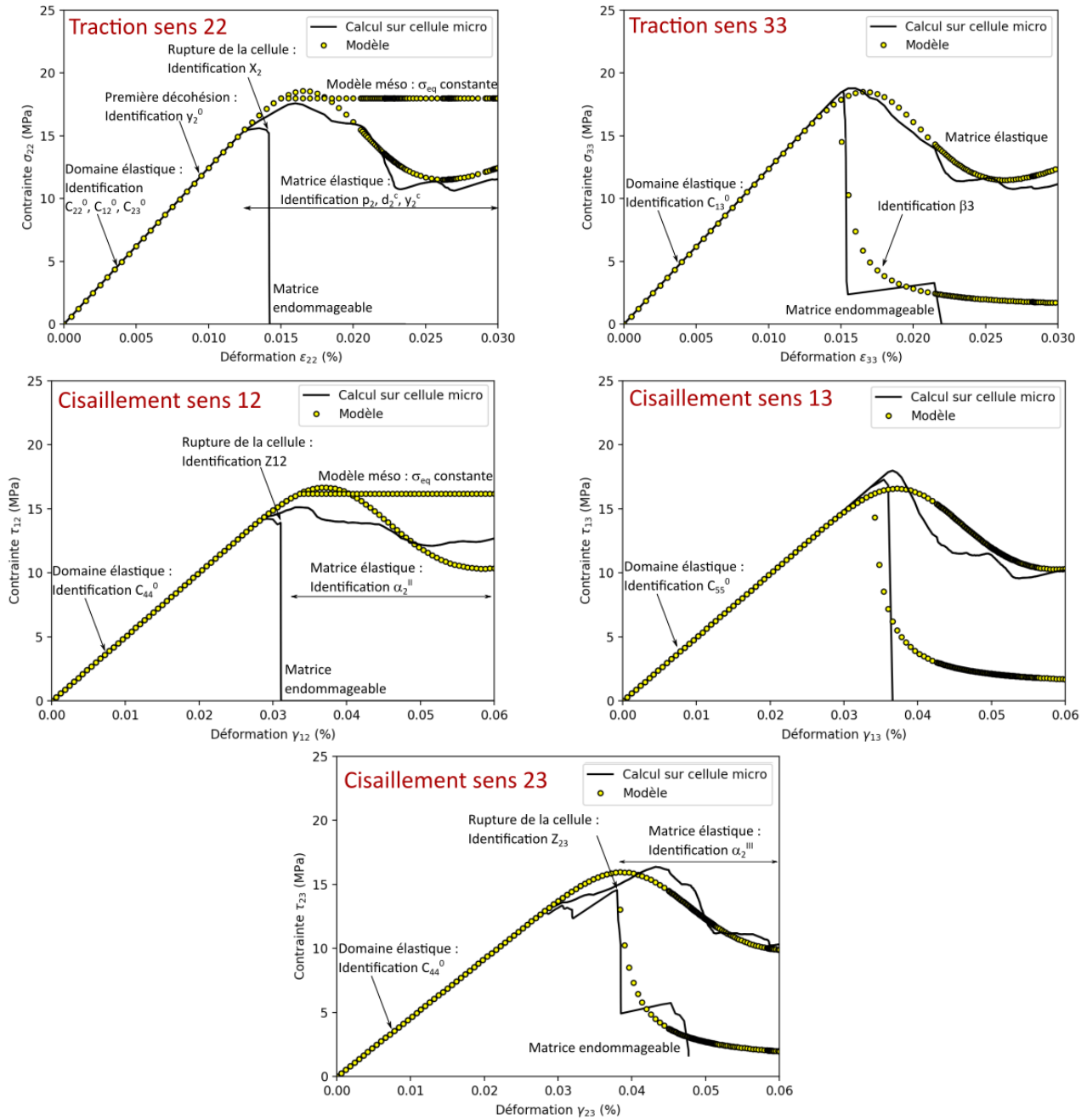


FIGURE 3.46 – Identification des paramètres du modèle du pli élémentaire pour les cinq chargements élémentaires de la cellule micro

Effet de l'épaisseur de pli. L'effet de l'épaisseur du pli n'a pas été étudiée expérimentalement, malgré la dépendance de la première apparition de la fissure transverse par rapport à ce paramètre. Pour les CMO, la déformation à rupture d'un pli sollicité hors axe est, à partir d'une épaisseur limite, croissante lorsque l'épaisseur de pli diminue [Par78] (figure 3.38). L'épaisseur des plis des stratifiés UD étant relativement fine (environ 200 microns), cet effet nécessite d'être pris en compte. On supposera que l'effet de l'épaisseur de pli est similaire pour la déformation à rupture en traction hors axe et en cisaillement plan :

$$X_2^{is} = kX_2 \quad (3.54)$$

$$Z_{12}^{is} = kZ_{12} \quad (3.55)$$

où X_2 et Z_{12} sont les déformations à rupture en traction hors axe et cisaillement plan identifiés sur cellule micro, et valables pour une épaisseur de plis suffisamment importante, et X_2^{is} et Z_{12}^{is} les déformations à rupture *in-situ* prenant en compte l'épaisseur de pli. k est un paramètre à identifier. Une comparaison essai-calcul des courbes contrainte-déformation sur les plaques 1147 et 1201 (étudiées expérimentalement lors du chapitre 2) a été effectuée. L'analyse détaillée de cette comparaison ainsi que les paramètres identifiés pour les deux plaques seront détaillés dans le chapitre 4. Nous nous intéresserons ici à l'effet des valeurs utilisées pour X_2^{is} et Z_{12}^{is} , en calculant l'erreur commise par calcul par rapport aux résultats d'essai de la façon suivante :

$$erreur = \sum_{\varepsilon=0.01\%}^{0.16\%} \frac{|\sigma_{calcul}(\varepsilon) - \sigma_{essai}(\varepsilon)|}{\sigma_{essai}(\varepsilon)} \quad (3.56)$$

où σ_{calcul} et σ_{essais} sont la contrainte calculée à l'aide du modèle d'endommagement et la contrainte mesurée expérimentalement pour un niveau de déformation ε . Les résultats sont comparés jusqu'à une déformation de 0.16%, à partir de laquelle des fissures de délaminage ont été observées (mode d'endommagement non pris en compte dans le modèle). La figure 3.47 quantifie l'erreur commise pour différentes valeurs de k . Il existe une erreur minimum pour les deux stratifiés à $k=1.5$ environ. Cela confirmerait que les déformations à rupture X_2 et Z_{12} identifiées sur les cellules micros sont inférieures aux déformations à rupture *in situ*. Deux hypothèses peuvent expliquer ce résultat : i) l'effet d'une épaisseur de pli suffisamment fine, comme expliqué précédemment et ii) une identification erronée des propriétés des constituants de la cellule micro (en particulier des interfaces fibre/matrice) favorisant une rupture anticipée. Cependant, le coefficient k est suffisamment important pour que ce résultat soit attribué à l'effet d'épaisseurs de pli. Le fait que la même valeur de k soit identifiée pour les deux plaques tend également à confirmer cette hypothèse. La figure 3.48 illustre la comparaison entre résultats d'essai et calcul pour les deux stratifiés pour $k=1$ (en prenant directement en compte les déformations à rupture identifiées sur cellules micro), et $k=1.5$ (en prenant en compte l'épaisseur de pli).

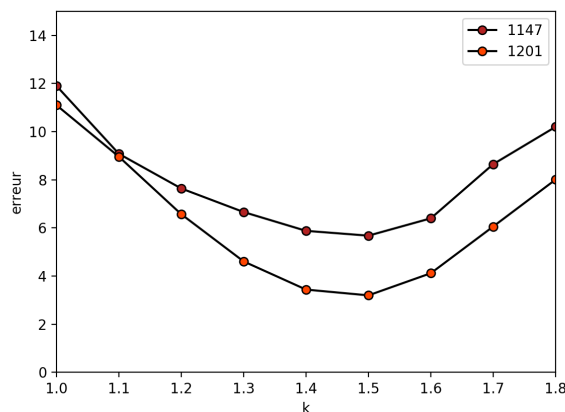


FIGURE 3.47 – Erreur commise lors du calcul à l'aide du modèle d'endommagement par rapport aux résultats d'essai, pour différentes valeurs de k et pour les deux stratifiés étudiés dans le chapitre 2

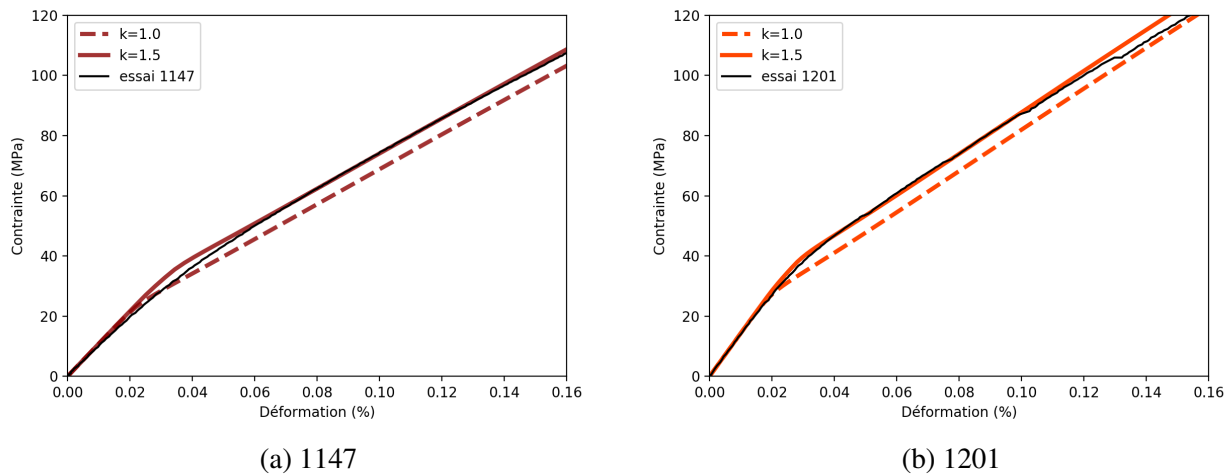


FIGURE 3.48 – Comparaison essai-calcul pour l'évolution de la contrainte des plaques étudiées lors du chapitre 2, pour $k=1$ et $k=1.5$

Par la suite, nous prendrons en compte systématiquement l'épaisseur de pli en réidentifiant les déformations à rupture avec $k=1.5$.

4. Bilan

Pour conclure, une méthode multi-échelle micro-méso a été développée pour modéliser le comportement du pli élémentaire UD idéal. Tout d'abord, l'arrangement particulier fibre matrice a été analysé à l'aide d'outils statistiques, de façon à générer des cellules représentatives à l'échelle micro. Des éléments d'interfaces entre fibre et matrice ont été introduits afin de modéliser les décohésions fibre-matrice observées par essai in-situ sous MEB lors du chapitre 2, avant percolation menant à l'apparition des fissures transverses. Les propriétés des constituants ont ensuite été estimées à partir de valeurs issues de la littérature pour les fibres et la matrice, et à partir d'essais de push-out pour les interfaces fibre/matrice. L'identification des propriétés à cette échelle (propriétés élastiques et endommageables) ont un effet important sur les valeurs des paramètres du modèle à l'échelle méso. Une étude paramétrique en traction transverse a montré que, pour des cas de valeurs extrêmes de la contrainte à rupture de la matrice, l'écart sur la déformation à rupture de la cellule micro ne dépasse pas 12%. L'incertitude sur l'énergie de la rupture de la matrice a un effet négligeable sur le comportement des cellules micro. Au contraire, le choix de la contrainte à rupture et de l'énergie de rupture des interphases sont les paramètres ayant le plus d'effet sur la rupture. L'étude du comportement à l'échelle micro a également montré un faible effet de la géométrie particulière des fibres par rapport à des géométries idéalisées, bien que l'arrangement en paquet semble favoriser l'apparition de la rupture.

Plusieurs perspectives pourraient permettre d'améliorer la méthode déployée. La première serait liée à l'identification des paramètres d'endommagement de la matrice. Pour cela, les outils numériques tels que la modélisation par éléments finis [Rob00 ; Jau12] ou la méthode des éléments discrets [Jau11 ; Jau18]. Pour la méthode des éléments discrets en particulier, la définition de forces de contact et de résistance entre les particules de la matrice est nécessaire. Cela requiert entre autre la connais-

sance de la géométrie et de la taille de jonction entre chaque grain de matrice, ce qui nécessite une bonne compréhension des mécanismes de jonction liés au frittage. La géométrie des particules de matrice, leur taille, la densité, ainsi que leur organisation sont également des connaissances nécessaires pour la méthode des éléments discrets. Ainsi, au-delà de l'identification des paramètres pour la modélisation de l'endommagement de la matrice dans le cadre de ces travaux, la modélisation à l'échelle "nano" (à l'échelle de grains de matrice) pourrait également permettre de définir les caractéristiques d'une matrice optimale, ce qui constitue une réelle perspective de travail.

Aux échelles d'intérêt dans cette thèse, il serait intéressant d'étendre la génération de VER micro idéaux (fibres et matrice), à la génération de VER micro effectifs (fibres et matrice en présence de fissures de retrait). Les outils statistiques utilisés pour décrire l'arrangement fibre matrice pourraient être réutilisés pour étudier l'arrangement des fissures de retrait. L'établissement d'un algorithme générant la position des fibres, des fissures ainsi que leurs orientations de façon représentative serait complexifié, mais constitue une perspective séduisante. Cela pourrait également amener à redéfinir la taille du VER. L'avantage serait de pouvoir estimer des propriétés plus proches de celles du matériau réel.

Une application de ce modèle sera proposée au paragraphe suivant, pour laquelle nous comparerons les résultats issus de modélisation et d'essais mécaniques. Une adaptation du modèle au matériau 2D sera également proposée.

Chapitre 4

MODÉLISATION MULTI-ÉCHELLE DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE : APPLICATION AUX MATÉRIAUX D'ÉTUDE

Sommaire

1	Application au matériau UD	136
1.1	Prédiction de la rigidité initiale	136
1.2	Comportement mécanique en traction : comparaison essai/calcul	141
1.3	Etude des déformations hors plan et des effets de bord	147
1.4	Etude du délaminage et perspectives du modèle	150
2	Application au matériau 2D	156
2.1	Modèle élément fini et comportement des constituants	156
2.2	Rigidité et endommagement initial	159
2.3	Evolution de l'endommagement : comparaison essai/calcul	161
3	Bilan	165

Une application du modèle développé dans le chapitre 3 est proposée. Rappelons les principaux objectifs du modèle : i) prédiction du comportement d'un stratifié de géométrie arbitraire à partir d'information sur la microstructure et ii) améliorer et compléter l'analyse expérimentale des mécanismes d'endommagement (chapitre 2). Nous appliquerons dans un premier temps le modèle d'endommagement au matériau UD. La deuxième partie sera dédiée à l'adaptation de ce modèle au matériau 2D, afin d'analyser la différence de comportement des deux matériaux étudiés.

1. Application au matériau UD

L'étude expérimentale du chapitre 2 a permis de caractériser deux matériaux UD possédant une stratification identique, mais des taux volumiques de fibre et de microporosité matricielle différents. Deux autres configurations seront également considérées pour l'étude numérique (tableau 4.1). La différence principale entre les matériaux étudiés expérimentalement (1147 et 1201) et les deux plaques supplémentaires (1135 et 1129) est liée à la stratification. La plaque 1135 est en effet une stratification "épaisse" de vingt-quatre plis non équilibrée, et non quasi-iso, tandis que la plaque 1129 est une stratification de 7 plis dont tous les plis sont fortement orientés dans l'axe de chargement. Pour les références 1135 et 1129, on considère un taux volumique de microporosité matricielle identique à la référence 1147, la technique de mise en oeuvre et cycle de frittage étant identiques.

Référence	Stratification	TVf	TVp ²	TVμ ³	Module
1147	0°/90°/-45°/45°/-45°/45°/90°/0°	45%	27%	41%	100 GPa
1201	0°/90°/-45°/45°/-45°/45°/90°/0°	52%	19%	37%	139 GPa
1135	S1/S2/0°/30°/-30°/0°/90°/30°/-30°/0°/S2/S1 ¹	49%	27%	41%	124 GPa
1129	0°/30°/-30°/0°/30°/-30°/0°	41%	28%	41%	134 GPa

¹ Sous stratifications S1 et S2 : S1=[0°/90°/-45°/45°], S2=[45°/-45°/90°/0°]

² ratio volume de porosité totale (tout type de porosité) / volume de l'éprouvette

³ ratio volume de porosité liée au frittage partiel de la matrice / volume de matrice

TABLE 4.1 – Description morphologique des différents composites oxyde/oxyde UD étudiés et module longitudinal mesuré par essais de traction

1.1 Prédiction de la rigidité initiale

Le chapitre 3 a permis d'étudier la variation des neuf coefficients d'élasticité en fonction du taux volumique de fibre, et de la microporosité matricielle. Afin de prédire les modules d'élasticité "vrais" du pli, il est nécessaire de prendre en compte la microstructure réelle du matériau. En particulier, il s'agit de prendre compte l'effet des fissures de retrait et de la macroporosité sur les neuf coefficients d'élasticité.

Prise en compte des fissures de retrait et de la macroporosité matricielle. Des modèles analytiques de micromécanique seront utilisés pour définir les propriétés élastiques d'une matrice homogène "équivalente", prenant en compte l'effet des fissures de retrait et de la macroporosité de la matrice. Pour les fissures de retrait, le modèle différentiel [Kac92] permet une estimation correcte des propriétés élastiques d'un milieu fissuré [Orl03 ; She04 ; Kus09]. Ce modèle s'appuie sur la définition d'une densité de fissures que nous appellerons ρ_{micro} et définie par :

$$\rho_{micro} = \frac{1}{A} \sum_{i=1}^n l_i^2 \quad (4.1)$$

où n est le nombre de fissures dans le milieu considéré de surface A , et l_i est la demi longueur de la i ème fissure. Dans le matériau UD, la densité de fissure mesurée dans le plan 23 est de 0.032

pour 620 fissures mesurées sur quatre coupes micros différentes. L'annexe B détaille le modèle utilisé pour prendre en compte l'effet des fissures sur les propriétés élastiques de la matrice. De même, nous utiliserons le modèle de Mori-Tanaka [Mor73] pour prendre en compte la présence de macropores dans la matrice. Ce modèle d'homogénéisation est également décrit en annexe B.

Finalement, une matrice homogène équivalente orthotrope est définie. Les coefficients élastiques de la matrice "effective" peuvent être écrits en prenant en compte un coefficient d'abattement α dû aux trois principaux aspects de la microstructure, i) la microporosité matricielle de taux volumique ϕ , ii) la présence de fissures de retrait de densité ρ_{micro} , et iii) la présence de macropores de taux volumique TV_M . Ainsi, chaque coefficient élastique peut être écrit de la façon suivante :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\tilde{E}_{1,2,3}}{E_0} = \alpha_E^\phi \times \alpha_{E_{1,2,3}}^{\rho_{micro}} \times \alpha_E^{TV_M} \\ \frac{\tilde{\nu}_{12,13,23}}{\nu_0} = \alpha_V^\phi \times \alpha_{\nu_{12,13,23}}^{\rho_{micro}} \times \alpha_V^{TV_M} \\ \frac{\tilde{G}_{12,13,23}}{G_0} = \alpha_G^\phi \times \alpha_{G_{12,13,23}}^{\rho_{micro}} \times \alpha_G^{TV_M} \end{array} \right. \quad (4.2)$$

où les indices 1, 2, 3 for référence au repère du pli, $E_0=400$ GPa, $\nu_0=0.2$, et $G_0 = \frac{E_0}{2(1 + \nu_0)}$ sont les modules de Young, coefficients de Poisson, et de cisaillement de l'alumine dense, α^ϕ est identifié à l'aide du module de Phani et Niyogi (cf. chapitre 3, paragraphe 2.2), α^ϕ est identifié avec le modèle différentiel (annexe B), et α^{TV_M} avec calculé avec le modèle de Mori Tanaka (annexe B).

Application et évaluation des propriétés élastiques. Les graphes présentés pour dans ce paragraphe seront normés pour raison de confidentialité. L'évolution des propriétés élastiques de la matrice dans le plan du pli, en fonction de la densité de microfissures et du taux volumique de macroporosité matricielle est proposée en figure 4.1. La plage de valeurs étudiées pour la densité de fissures est de [0,0.06], c'est un dire le cas idéal d'une matrice non fissurée, ou au contraire une densité de fissures deux fois supérieures à celle qui a été mesurée lors de la caractérisation morphologique du chapitre 1. Il en va de même pour le taux volumique de macroporosité (entre 0% et 6%). Le module de cisaillement est très peu sensible à la présence de microfissures dans la matrice ou à la présence de macroporosité. Pour les couples $(\bar{\rho}_{micro}, TV_M)$ pris en compte, la baisse maximale de module de cisaillement est d'environ 10% par rapport au cas idéal. Pour les modules de traction, la fissuration initiale démontre un effet plus important que la macroporosité.

Une étude paramétrique similaire est proposée, cette fois à l'échelle du pli (figure 4.2). La faible sensibilité du module de cisaillement aux hétérogénéités de la microstructure est d'autant plus marquée à l'échelle du pli. Pour les modules de traction, la densité de fissures est le paramètre principal pouvant potentiellement dégrader les propriétés.

Enfin, la même étude paramétrique est réalisée à l'échelle du stratifié, dont le module longitudinal est calculé par la théorie des stratifiés (figure 4.3). Ne pas prendre en compte la densité de fissures et la présence de macropore revient à surestimer d'environ 10% le module du stratifié à $TV_f = 45\%$ et

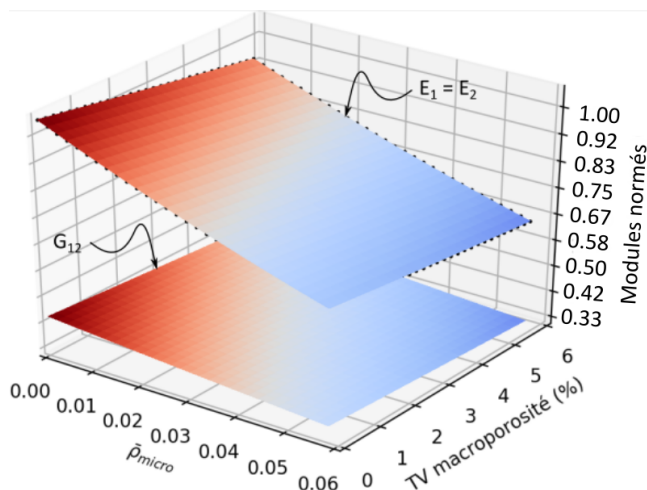


FIGURE 4.1 – Effet de la densité de fissures $\bar{\rho}_{micro}$ et du taux volumique de macroporosité sur les modules E_1 , E_2 , et G_{12} de la matrice, en considérant un taux volumique de microporosité matricielle $\phi=41\%$

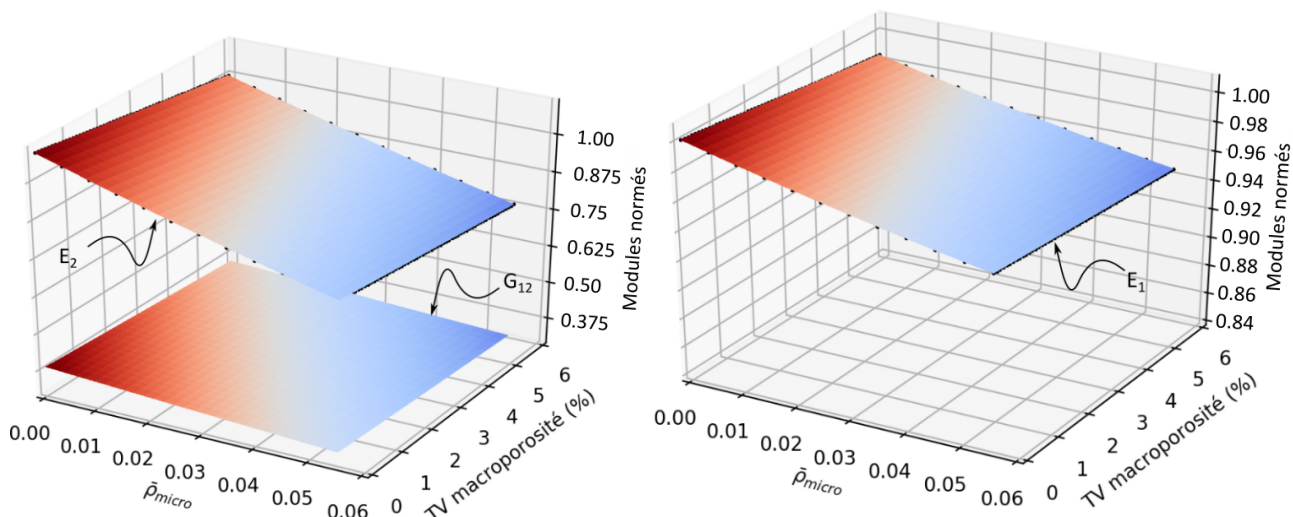


FIGURE 4.2 – Effet de la densité de fissures $\bar{\rho}_{micro}$ et du taux volumique de macroporosité sur les modules E_1 , E_2 , et G_{12} du pli élémentaire, en considérant un taux volumique de microporosité matricielle $\phi=41\%$ et un taux volumique de fibres de 45%

$\phi = 41\%$ (plaque 1147), et d'environ 9% pour un stratifié à $TV_f = 52\%$ et $\phi = 37\%$ (plaque 1201). A cette échelle, l'effet des hétérogénéités de la microstructure reste au second ordre face au taux volumique de fibre et de microporosité matricielle (figure 4.4).

Pour conclure, le tableau 4.2 résume les propriétés élastiques estimées pour la matrice à $\phi=41\%$, $\rho_{micro}=0.032$, et $TV_M=3\%$. Les propriétés du pli élémentaire et du stratifié sont ensuite estimées pour un taux volumique de fibre de 45%.

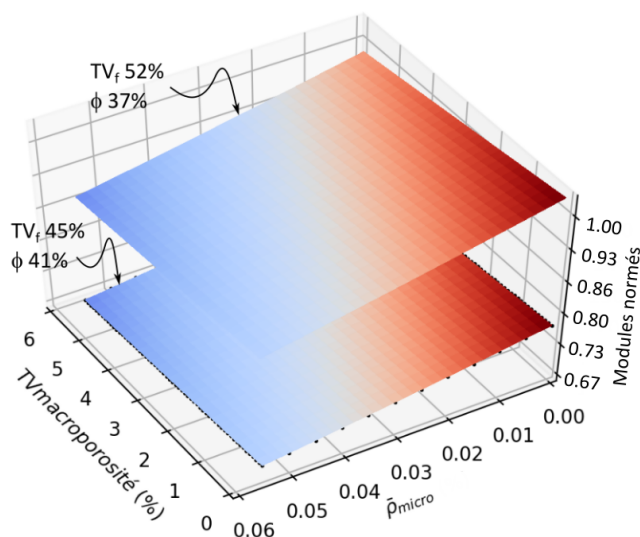


FIGURE 4.3 – Effet de la densité de fissures $\bar{\rho}_{micro}$ et du taux volumique de macroporosité sur le module longitudinal de deux stratifiés QI 8 plis (plaques 1147 et 1201)

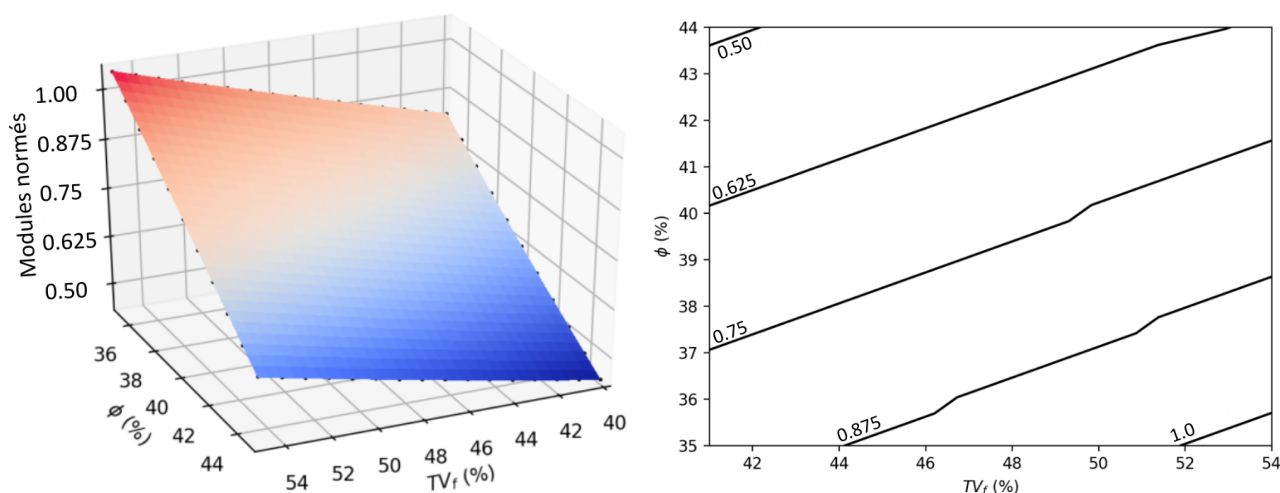


FIGURE 4.4 – Effet du taux volumique de fibre et du taux de microporosité matricielle sur le module du stratifié QI 8 plis (en considérant une densité de fissure de 0.032 et un taux volumique de macroporosité de 3.0%)

	E_1	E_2	E_3	G_{12}	G_{13}	G_{23}	ν_{12}	ν_{13}	ν_{23}
	GPa	GPa	GPa	GPa	GPa	GPa	-	-	-
Matrice	27	27	27	12	12	12	0.2	0.2	0.18
Pli UD	180	71	71	27	27	27	0.2	0.2	0.18
Stratifié	105	105	-	42	-	-	0.26	-	-

TABLE 4.2 – Propriétés effectives de la matrice, du pli UD, et du stratifié pour un taux volumique de microporosité matricielle $\phi=41\%$, une densité de fissure $\rho_{micro}=0.032$, et un taux volumique de macroporosité $TV_M=3\%$, et taux volumique de fibre $TV_f=45\%$

Identification inverse à partir des résultats expérimentaux. Une identification des propriétés du pli est proposée par une méthode inverse. L'objectif est de valider les propriétés déterminées avec le

modèle proposé, qui prend en compte seulement des informations issues de la microstructure. Cette méthode inverse est appliquée aux trois stratifiés ayant le même taux volumique de microporosité matricielle (plaques 1147, 1135, et 1129), et les valeurs de module mesurés expérimentalement sont normalisées pour un même taux volumique de fibre (45%) à partir de la théorie des stratifiés. Plusieurs jeux de modules d'élasticité sont testés, et le module de Young du stratifié obtenu par la théorie des stratifiés est comparé aux valeurs obtenues expérimentalement. Une étude de sensibilité est au préalable nécessaire pour identifier quels coefficients ont un effet suffisamment important sur le module de traction pour permettre une identification sans une incertitude trop importante (figure 4.5). La sensibilité est définie ici comme la variation du module longitudinal du stratifié lorsqu'un paramètre donné est "doublé" à partir de sa valeur initialement identifiée. Par exemple, pour le stratifié 8 plis, le module longitudinal augmente d'environ 50% si le module du pli élémentaire E_1 est deux fois plus important que celui initialement identifié.

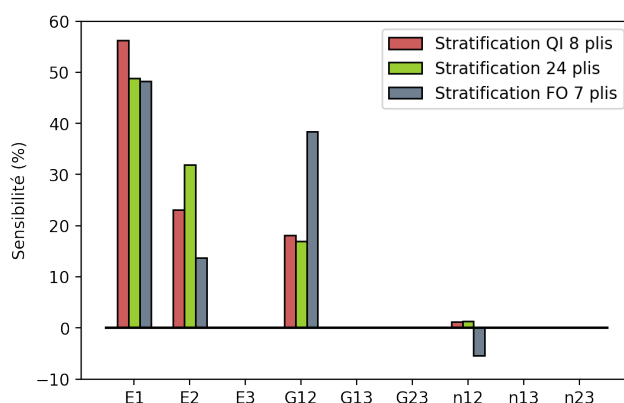


FIGURE 4.5 – Etude de sensibilité du module longitudinal aux neuf coefficients d'élasticité

Naturellement, le module longitudinal est insensible aux coefficients d'élasticité hors plan. Il en va également de même pour le coefficient de Poisson dans le plan du pli ν_{12} pour les stratifications QI 8 plis et 24 plis. La sensibilité est également limitée pour la stratification FO 7 plis. Les modules de Young déterminés par essais de traction permettent donc de déterminer, au mieux, le module de traction dans le sens fibre E_1 , le module de traction hors axe E_2 , et le module de cisaillement dans le plan G_{12} du pli élémentaire. La figure 4.6 illustre les valeurs des couples (E_1, E_2, G_{12}) permettant de retrouver les modules de traction du stratifié mesurés expérimentalement (vert pour la stratification FO 7 plis, gris pour la stratification 24 plis, et rose pour la stratification QI 8 plis). Un domaine commun entre ces trois domaines est identifié en noir, pour lequel les valeurs (E_1, E_2, G_{12}) permettent de retrouver le module de traction expérimental en traction à 5% près. Ce domaine reste cependant trop large ; l'évolution des trois modules (E_1, E_2, G_{12}) n'est pas décorrélée. Les domaines tracés en pointillés identifient en effet l'évolution de E_2 en fonction de E_1 (figure 4.6 a.) et de E_2 en fonction de G_{12} (figure 4.6 b.) lorsque la densité de fissure varie (en considérant un taux volumique de macroporosité compris entre 0% à 5%).

Finalement, en considérant une erreur de +/- 5% de sur le module de traction des trois stratifiés, cette identification inverse permet de déterminer pour le pli élémentaire un module d'élasticité de traction sens fibre E_1 de 179 ± 3 GPa, un module d'élasticité de traction hors axe E_2 de 65 ± 6 GPa, et un module de cisaillement dans le plan G_{12} de 25 ± 2 GPa. En supposant que, pour un stratifié donné, la densité de fissure est équivalente entre chaque pli, ces valeurs impliquent une densité de fissures de retrait comprise entre 0.03 et 0.065. Les valeurs déterminées sont donc tout à fait cohérentes avec

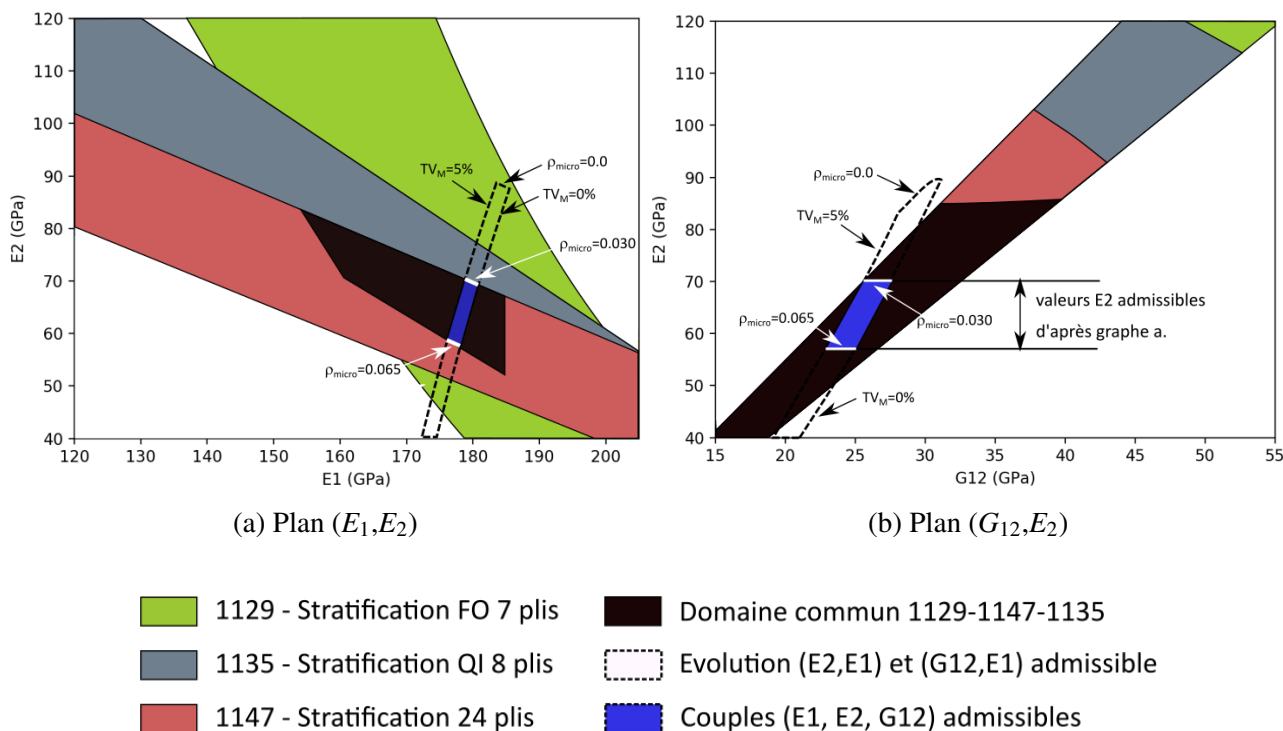


FIGURE 4.6 – Propriétés dans le plan du pli élémentaire permettant de retrouver le module des stratifiés mesurés expérimentalement en considérant une erreur de +/- 5%

les résultats de la première approche proposée en début de paragraphe, ce qui semble valider la démarche proposée. Plusieurs travaux complémentaires sont cependant nécessaires pour compléter cette approche. En particulier, il serait intéressant d'effectuer la même identification à partir de stratifications dont le module serait plus sensible au coefficient de Poisson ν_{12} . De même, il serait opportun de procéder à des essais mécaniques sollicitant le matériau dans une direction hors plan, de façon à valider l'approche pour la totalité du tenseur d'élasticité par une approche inverse. Une autre alternative aux essais mécaniques serait l'identification par résonance ultrasonore. Cette approche, non destructive et peu coûteuse, présente l'avantage de pouvoir identifier la totalité du tenseur d'élasticité. Cette technique a été testée dans le cas des matériaux UD étudiés. Cependant, l'atténuation importante liée à la forte porosité du matériau et la faible épaisseur des stratifiés n'ont pas permis d'identifier de façon précise le tenseur d'élasticité.

Enfin, rappelons que les estimations proposées découlent de l'hypothèse que la densité de fissure est indépendante de la stratification et de l'orientation du pli.

1.2 Comportement mécanique en traction : comparaison essai/calcul

Le tableau 4.3 compare les modules de Young calculés à partir des essais de traction, et les modules estimés par le modèle à partir de la connaissance de la stratification et de la microstructure : taux volumique de fibre, et taux volumique de microporosité matricielle. On considère que la densité de fissure initiale est similaire pour les quatre stratifiés ($\rho_{micro}=0.032$ identifiée lors du chapitre 1, et que le taux volumique de macroporosité est de 3%).

Les valeurs estimées sont cohérentes pour les quatre stratifiés. L'erreur la plus importante est obtenue pour la plaque 1201, avec un module surestimé d'environ 7%. Rappelons cependant que les modules estimés expérimentalement dépendent fortement de la convention utilisée (c'est à dire jus-

Référence	Stratification	TVf	TVp	TV μ	Module expérimental	Module estimé
1147	QI 8 plis	45%	27%	41%	[98.7;102.4] GPa	105 GPa
1201	QI 8 plis	52%	19%	37%	[132.0;136.0] GPa	144 GPa
1135	24 plis	49%	27%	41%	121.2 GPa	124 GPa
1129	FO	41%	28%	41%	[127.9;134.4] GPa	137 GPa

TABLE 4.3 – Comparaison entre modules de traction expérimentaux et estimés à partir pour les différents stratifiés étudiés (acronyme QI : stratification Quasi-Iso, acronyme FO : stratification dont les plis sont tous fortement orientés dans l'axe de chargement). La densité de fissure $\rho_{micro}=0.032$ est considérée similaire pour les quatre stratifiés, ainsi que le taux volumique de macroporosité de 3%.

qu'à quel niveau de déformation le module de Young est calculé - 0.015% pour ces travaux) puisque l'existence d'un domaine élastique pour les oxydes UD est discutable. En particulier pour les références 1147 et 1135, le module de Young initial peut être sous estimé puisqu'aucun domaine linéaire n'est clairement identifiable. Les différences peuvent également être dues au fait que l'on considère, pour le calcul, une densité de microfissures initiale identique pour chaque pli de chaque stratifié (c'est à dire indépendante du taux volumique de fibre, de l'orientation d'un pli donné, et de l'orientation des plis voisins). bien que la bonne cohérence entre les modules calculés et les modules mesurés tend à valider l'utilisation de cette approximation.

La figure 4.7 compare les résultats d'essais et la prédiction de l'évolution de la contrainte et du module sécant pour les quatre plaques étudiées. Les paramètres utilisés pour chacune des quatre plaques ont été identifiés grâce aux calculs à l'échelle micro (chapitre 3) à partir de la connaissance des caractéristiques morphologiques (tableau 4.3). Les paramètres du modèle sont disponibles en annexe C.

Nous analyserons la comparaison essai-calcul selon le taux volumique de microporosité matricielle et les stratifications. : dans un premier temps pour les stratifications 1147, 1135, et 1129 à $\phi=41\%$, puis pour la stratification QI 1201 à $\phi=37\%$..

Plaques 1147 (stratification QI 8 plis) et 1135 (stratification complexe 24 plis), $\phi = 41\%$. Pour ces deux stratifications, la comparaison essai calcul est similaire : entre 0.0% et 0.05% de déformation appliquée, le modèle surestime la contrainte puisqu'il existe un domaine linéaire dans le modèle difficilement identifiable expérimentalement. Cette différence peut être due à l'apparition précoce des décohésions fibre/matrice liées à la présence de fissures de retrait, et/ou à des décohésions entre grains de matrice (ce qui impliquerait de considérer un comportement non linéaire pour la matrice). Notons cependant que cette différence entre essai et calcul reste limitée au début d'essai, et surtout discernable sur le calcul de module sécant (peu observable sur l'évolution de la contrainte). Au delà de 0.05% de déformation, les non linéarités sont bien représentées pour les deux cas. Notons cependant que dans le cas de la plaque 1147 (étudiée expérimentalement au chapitre 2), le module sécant estimé est supérieur au module sécant expérimental au-delà de 0.16% de déformation. Cette différence peut s'expliquer entre autre par l'apparition de mécanismes d'endommagement non modélisés tels que le délaminage ou la rupture progressive de fibres.

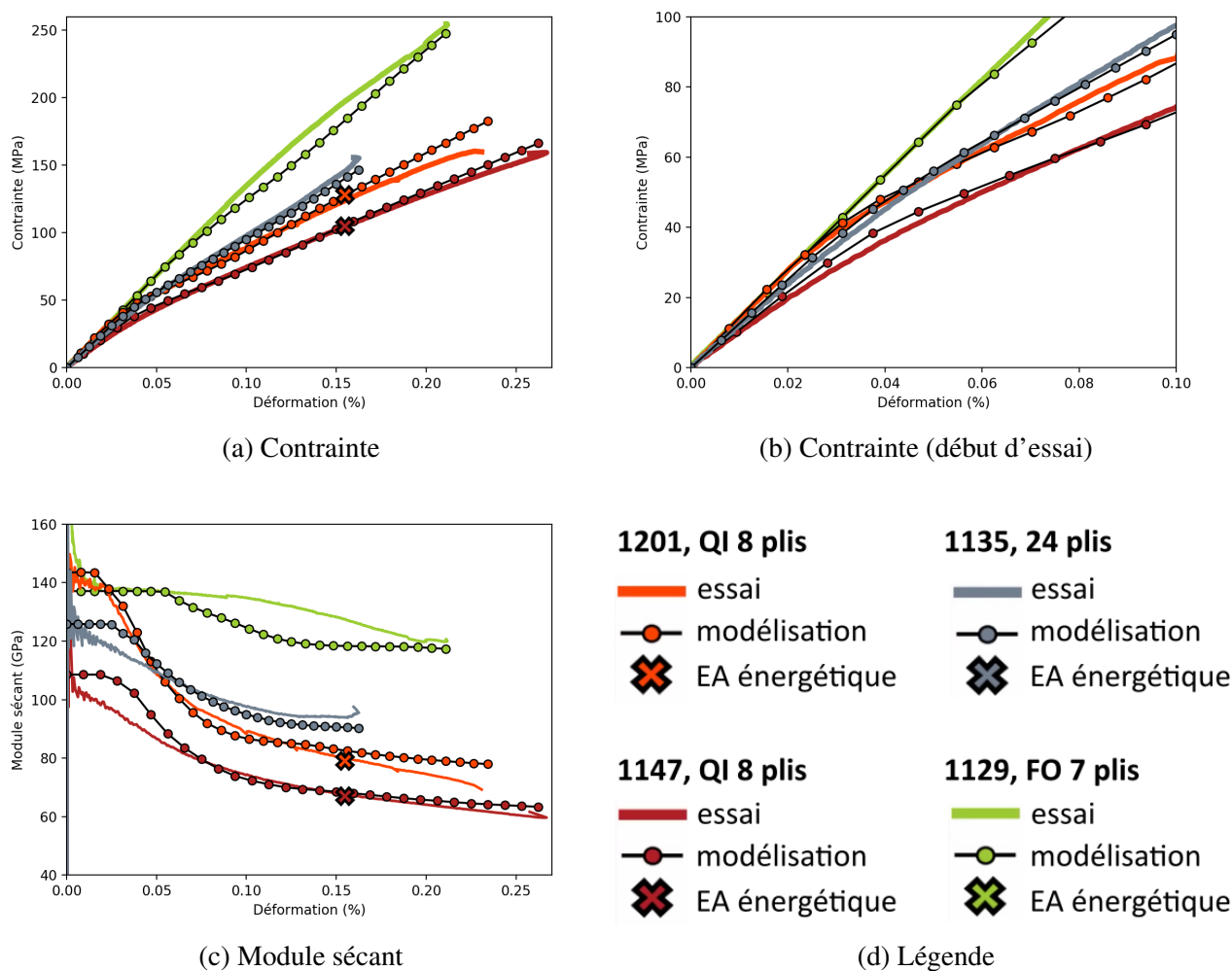


FIGURE 4.7 – Comparaison entre l'évolution de la contrainte (figure a. et b.) et du module sécant (figure c.) pour les quatre plaques étudiées

Plaque 1129 (stratification FO 7 plis), $\phi = 41\%$. L'apparition des premières fissures transverses dans les plis orientés à $\pm 30^\circ$ (variable $\bar{\rho}$) à 0.06% de déformation entraîne une baisse marquée du module, qui n'est pas observable sur la courbe expérimentale. Pour cette dernière, on distingue cependant une baisse de module à environ 0.1% de déformation. Trois hypothèses peuvent être proposées : i) l'apparition de la première fissure transverse est modélisée de façon anticipée, ii) les fissures transverses des plis à $\pm 30^\circ$ ne sont pas perpendiculaires au pli, et leur effet sur le tenseur de souplesse est donc surestimé, ou iii) la baisse de module expérimental à 0.1% est due à d'autres mécanismes d'endommagement et aucune fissure transverse n'est générée dans les plis à $\pm 30^\circ$. La similarité de la pente avec laquelle le module baisse dans les deux cas pourrait appuyer la première hypothèse, ce qui invite à repenser le critère de rupture transverse lorsque la sollicitation dans l'axe des fibre est importante. Dans tous les cas, des analyses expérimentales complémentaires semblent nécessaires pour mieux comprendre les cinétiques d'endommagement dans cette stratification, et améliorer le modèle proposé.

Plaque 1201 (stratification QI 8 plis), $\phi = 37\%$. Contrairement au cas de la plaque 1147 (stratification similaire, mais TV_f et TV_μ inférieurs à la plaque 1201), la comparaison essai-calcul semble plus satisfaisante au début de sollicitation. Cela semble confirmer, pour cette plaque, la présence d'un

court domaine linéaire en début d'essai et le comportement quasi-fragile de la matrice. Tout comme la plaque 1147, les non linéarités sont bien représentées, et le module sécant modélisé est supérieur au module sécant mesuré expérimentalement à cause de mécanismes d'endommagement non modélisés en fin de sollicitation.

Finalement, les différences observées invitent à repenser la modélisation de l'endommagement diffus en début de sollicitation. Pour les faibles taux volumiques de microporosité matricielle, aucun domaine linéaire n'est observé expérimentalement. Une nouvelle identification des paramètres y_2^0 , y_2^c , d_2^c , et p_2 pilotant la variable d'endommagement δ_2 est proposée en figure 4.8. En particulier, on considèrera que l'endommagement diffus démarre dès le début d'essai, avec $y_2^0=0\text{MPa}$. La nouvelle comparaison essai-calcul des quatre plaques étudiées est proposée en figure 4.9. Dans ce cas, l'évolution du module pour les plaques 1135 et 1147 ($\phi = 41\%$) est plus cohérente, mais la comparaison est moins bonne pour la plaque 1201 ($\phi = 37\%$). Ceci invite à poser deux hypothèses : i) le comportement de la matrice dépend de son niveau de porosité (comportement non linéaire lorsque la microporosité est suffisamment importante et comportement quasi-fragile pour une microporosité plus faible) et/ou ii) la densité de fissures est plus importante lorsque le taux volumique de microporosité est faible, générant l'apparition précoce des décohésions fibre/matrice.

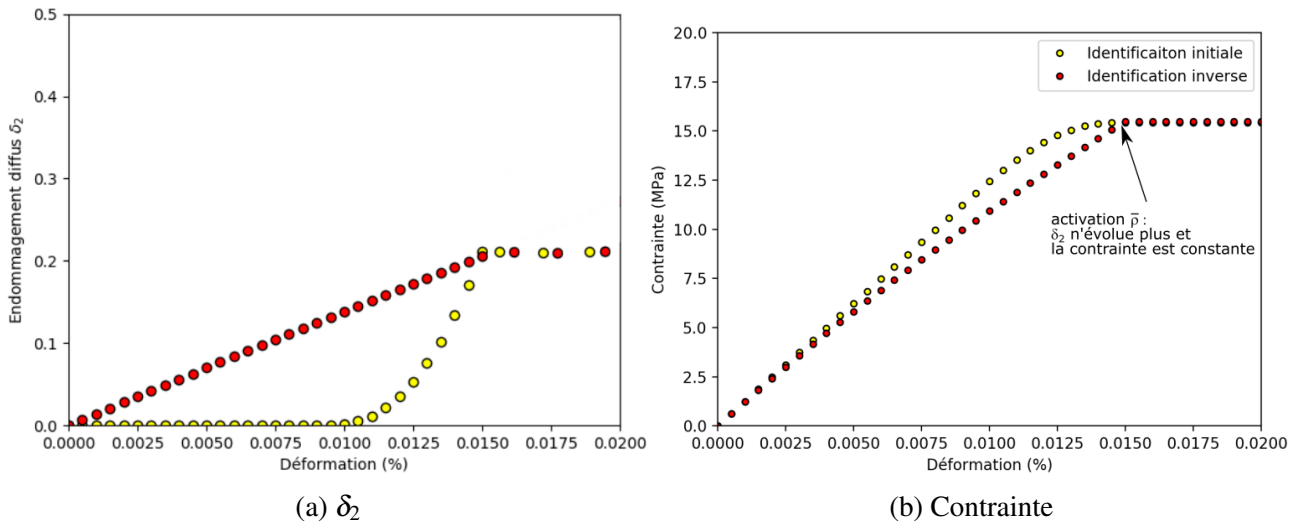


FIGURE 4.8 – Comparaison du jeu de paramètres pilotant l'endommagement diffus initial (identification virtuelle sur cellule micro : $y_2^0=5.3e-4\text{MPa}$, $y_2^c=1.2e-2\text{MPa}$, $d_2^c=2.0$, et $p_2=4.5$), et par méthode inverse à partir des essais ($y_2^0=0\text{MPa}$, $y_2^c=0.5\text{MPa}$, $d_2^c=4.0$, et $p_2=1.0$). La comparaison est proposée pour une sollicitation traction hors axe (sens 22) : a. Evolution de la variable d'endommagement δ_2 , b. Evolution de la contrainte

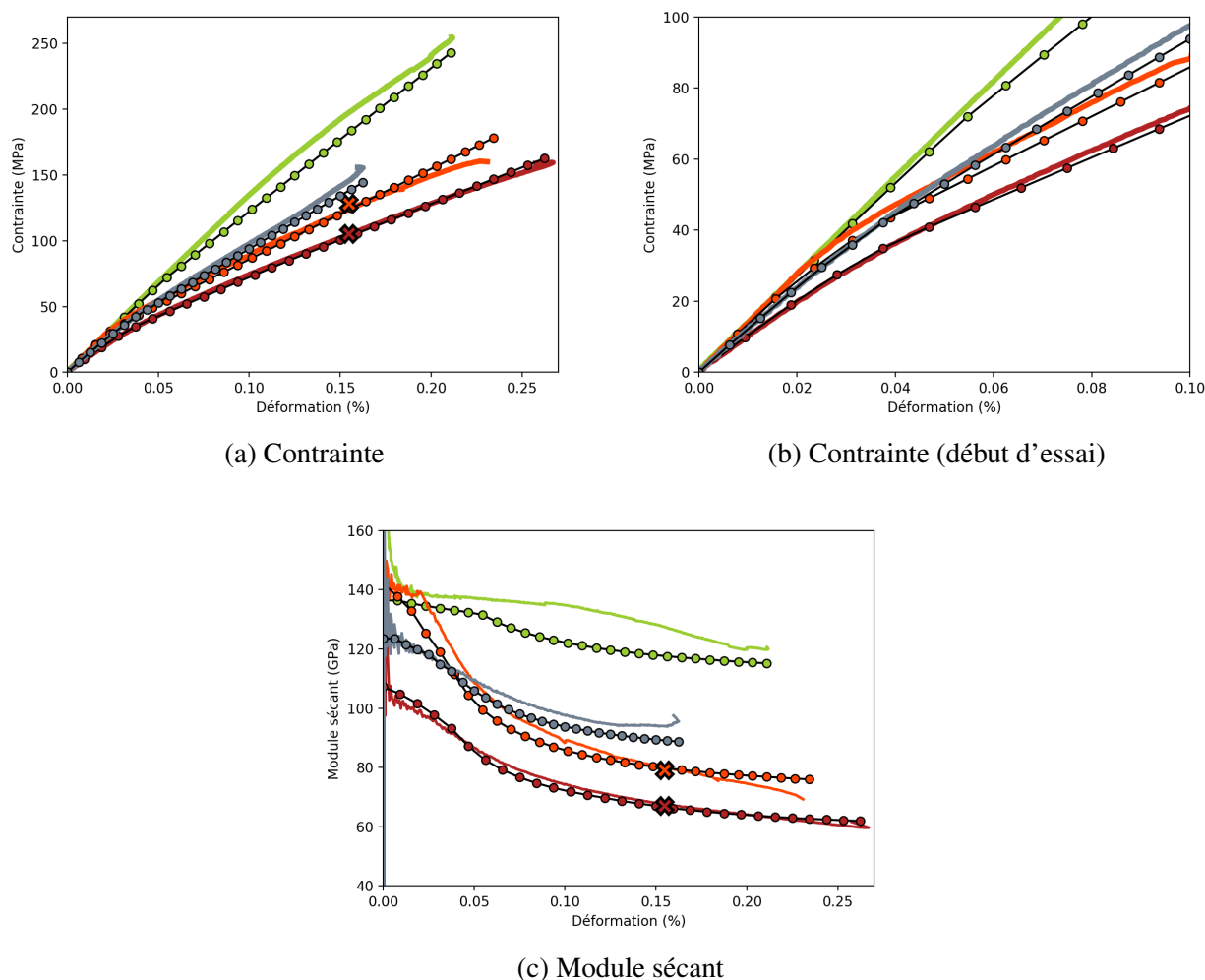


FIGURE 4.9 – Comparaison entre l'évolution de la contrainte (figure a. et b.) et du module sécant (figure c.) pour les quatre plaques étudiées, avec identification inverse des paramètres pilotant l'endommagement diffus δ_2

La figure 4.10 illustre l'évolution des variables d'endommagement δ_2 et $\bar{\rho}$ pour les six plis de la plaque 1147 (étudiée lors du chapitre 2) sollicités hors axe. En particulier, une comparaison est proposée entre la densité de fissures normalisée à rupture $\bar{\rho}$ identifiée par le modèle, et la densité de fissures à rupture mesurée par observation post-mortem (figure 4.11). Pour les plis sollicités à 90° (figure 4.10 a.), on remarque que la densité de fissures normalisée prédite au moment d'apparition de macrodélaminage est proche de celle mesurée expérimentalement à rupture (environ 0.75 contre 0.82). Cela tend à montrer que les fissures de délaminage se propagent suffisamment rapidement pour décharger les plis à 90° , avec une densité de fissures qui n'évolue plus. Pour les plis sollicités à $\pm 45^\circ$ (figure 4.10 b.), on remarque que la densité de fissure normalisée prédite atteint la densité de fissure mesurée post-mortem en fin d'essai (entre 0.21% et 0.25% de déformation, proche de la rupture du stratifié à 0.26%). Le délaminage des derniers plis hors axe entrainerait la reprise de l'effort appliqué au stratifié uniquement par les plis 0° , puis la rupture macroscopique. Contrairement aux analyses suggérées par les essais in-situ sous MEB où des longueurs de délaminage importantes sont observées à toutes les interfaces de plis relativement rapidement dans la sollicitation, la comparaison proposée ici semble montrer que le délaminage des différents plis s'effectue de façon progressive : premièrement les plis extérieurs (90°), puis les plis centraux ($\pm 45^\circ$).

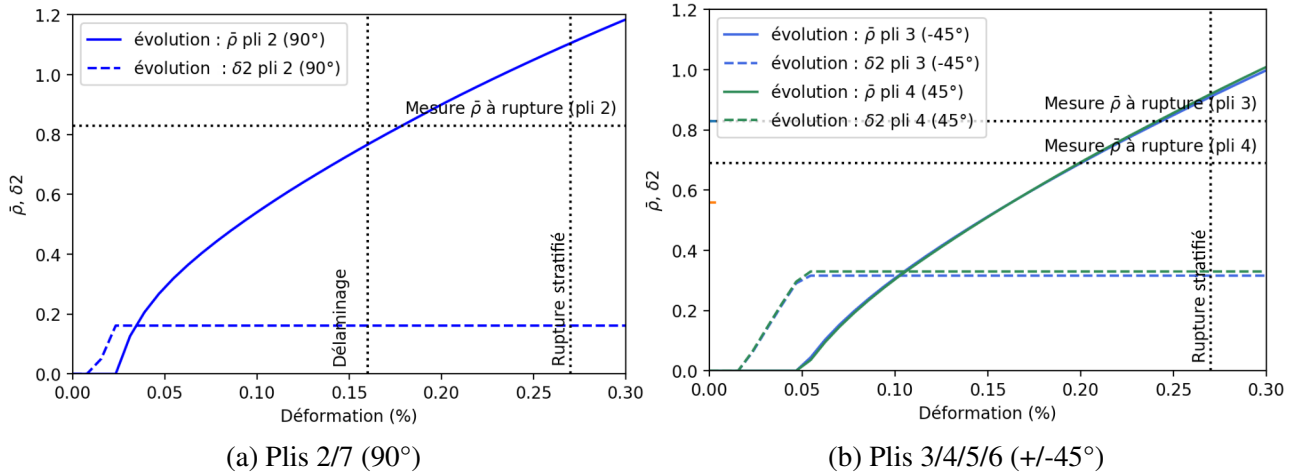


FIGURE 4.10 – Evolution de la variable d’endommagement diffus δ_2 et de la densité de fissures normalisée $\bar{\rho}$ pour les six plis sollicités hors axe - plaque 1147 (QI 8 plis)

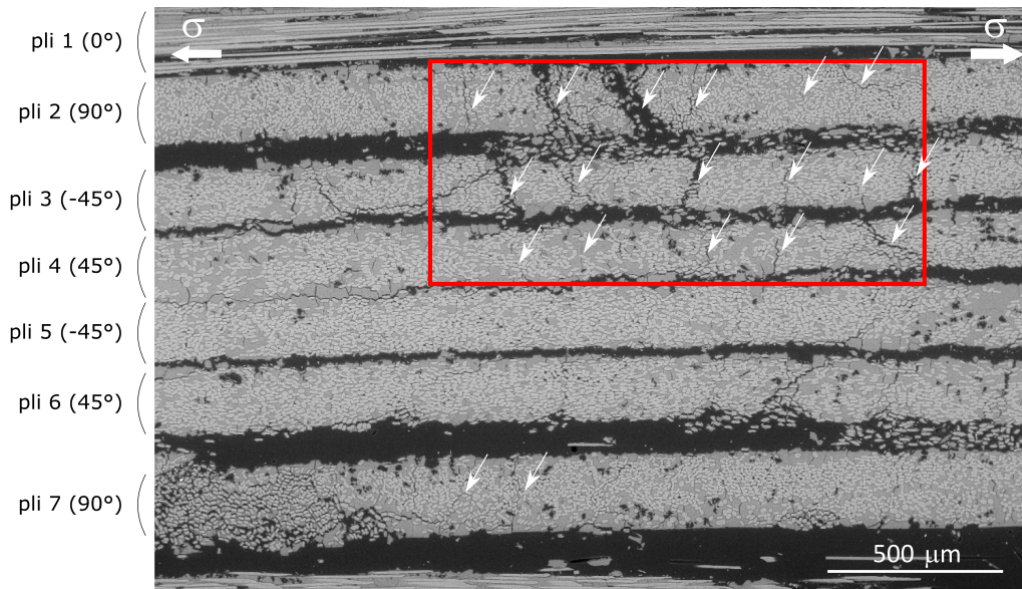


FIGURE 4.11 – Mesure de la densité de fissures transverses après rupture, pour les plis sollicités hors axe (observation au MEB après découpe et polissage)

Finalement, la comparaison essai - calcul avec les paramètres identifiés virtuellement à l’échelle micro reste globalement satisfaisante d’un point de vue macroscopique (figure 4.7 a). L’analyse présentée dans ce paragraphe a cependant mis en lumière un changement possible de la nature du comportement de la matrice (quasi fragile pour un taux de microporosité suffisamment faible, et non-linéaire pour un taux de microporosité suffisamment élevé). La bonne comparaison essai-calcul pour les plaques 1147 et 1201 semblent confirmer le scénario d’endommagement proposé au chapitre 2. Le modèle pourrait donc permettre de prédire le comportement d’un stratifié aléatoire exclusivement à partir d’informations sur la microstructure. Des investigations expérimentales complémentaires semblent cependant nécessaires pour confirmer que les modes d’endommagement modélisés pour la stratification FO 1201 sont cohérents. Il serait également intéressant de comparer le modèle à une stratification où tous les plis sont fortement désorientés par rapport à l’axe de charge (telle qu’une stratification [+/-45°]).

Par la suite, le modèle d'endommagement sera utilisé pour analyser numériquement les essais présentés lors du chapitre 2, afin de lever les interrogations liées à l'étude des déformations hors plan de la tranche des éprouvettes.

1.3 Etude des déformations hors plan et des effets de bord

L'instrumentation par corrélation d'image sur la tranche lors de l'étude expérimentale de la stratification 1147, QI 8 plis, a initialement été utilisée pour tenter d'analyser les cinétiques de délaminage (chapitre 2, paragraphe 1.4). L'analyse de ces déformations hors plan, développée dans le paragraphe 1.4 du chapitre 2, a cependant soulevé des interrogations. Pour les plis centraux, les déformations hors plan mesurées sont négatives en début d'essai (comme attendu par l'effet Poisson), puis cette tendance s'inverse en milieu d'essai, proche du moment où des signaux acoustiques de forte énergie apparaissent. Cette inversion de l'effet Poisson a donc été analysée comme le marqueur de l'initiation du délaminage. En revanche, le fait que les déformations hors plan débutent dès le début de sollicitation pour les plis extérieurs est une question ouverte. De même, l'observation post-mortem d'une fissure hors plan dans les deux plis 90° (plis 2 et plis 7) pour tous les essais n'a pas pu être expliquée.

Un maillage adapté à l'étude des déformations en bord d'éprouvette a été utilisé (figure 4.12). Préalablement, une étude de convergence au maillage a été effectuée de façon à suffisamment capter les gradients de déformations existant au sein d'un pli. Ainsi, chaque pli est divisé en huit éléments dans l'épaisseur, avec une largeur suffisamment faible pour les éléments localisés en bord (environ 0.02mm). La largeur totale du volume étudié est de 8mm, soit la moitié de la largeur de la zone utile des éprouvettes haltères testées. Les propriétés considérées et la stratification utilisée sont les mêmes que la stratification 1147 (QI 8 plis) pour comparer les résultats expérimentaux et le modèle.

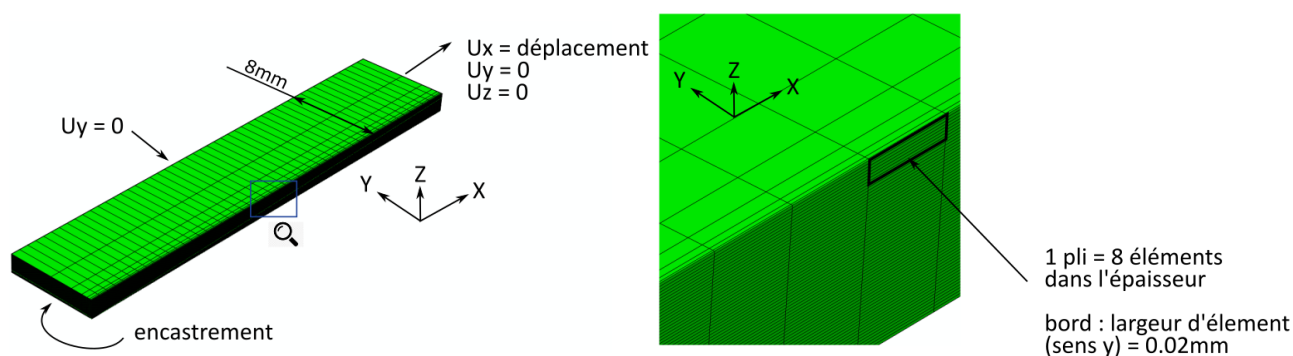


FIGURE 4.12 – Maillage pour l'étude des déformations hors plan en bord d'éprouvette

La figure 4.13 compare les déformations d'ouverture hors plan ε_{zz} en bord d'éprouvette entre essai (calcul par corrélation d'image) et modélisation. Ces déformations sont moyennées sur différentes parties d'éprouvette. Les deux graphes de cette figure sont identiques ; le graphe a. s'intéresse aux déformations des plis extérieurs, tandis que le graphe b. s'intéresse aux déformations des plis centraux. Précisons qu'il existe un biais pour la comparaison, puisque les déformations mesurées par corrélation d'image sont divisées en trois zones différentes (bord 1 - centre - bord 2) faisant chacune un tiers de l'épaisseur totale. Par exemple, les zones appelées "bord 1" ne captent pas exclusivement les déformations du pli 2. Au contraire, les mesures par calcul sont des moyennes pour un ou deux

plis donnés(s).

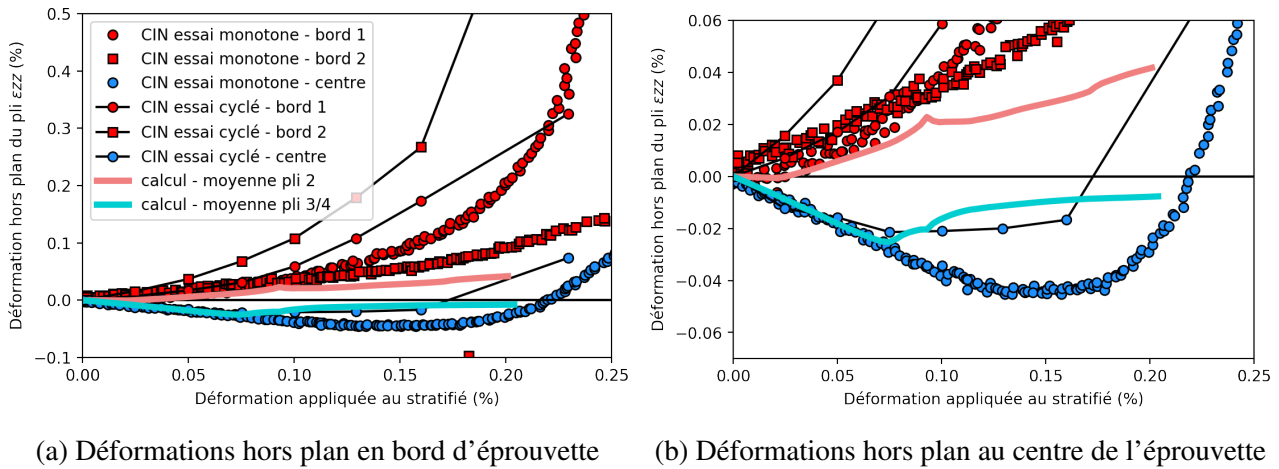


FIGURE 4.13 – a. Champs de déformation d'ouverture hors plan ε_{zz} au premier incrément de charge, b. Observation des zones où la variable d'endommagement hors plan D3 est activée pour une déformation ε_{xx} dans l'axe de chargement de 0.23% (sur la totalité sur stratifié, et zoom sur le pli n°2)

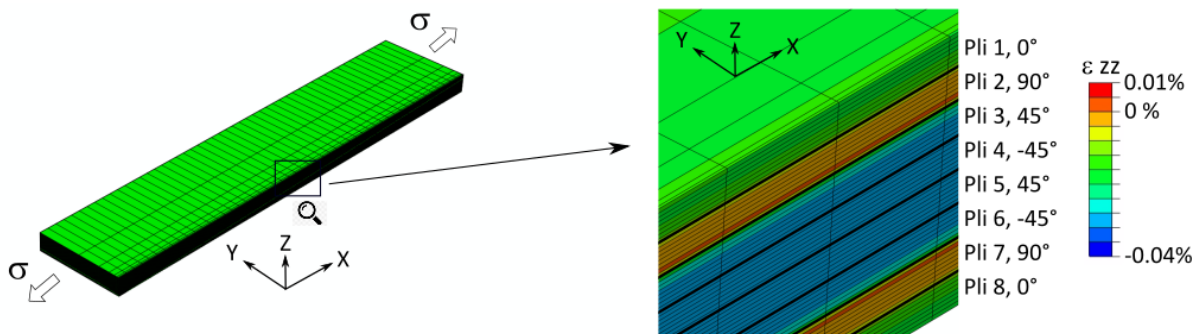


FIGURE 4.14 – Champs de déformations hors plan ε_{zz} en bord d'éprouvette, au premier incrément de charge

Pour les déformations des plis extérieurs en bord d'éprouvette (figure 4.13 a.), on observe par le calcul que dès le premier incrément de charge, avant activation de tout endommagement, les déformations hors plan dans les plis 2 et 7 (orientées à 90° par rapport à l'axe de charge) sont quasi-nulles (figure 4.14). Cet effet est dû aux effets contraignants des plis les un par rapport aux autres, qui empêchent la rétraction normale de chaque pli dans le sens Y, dû à l'effet Poisson. Cela se traduit par des contraintes d'ouverture en bord dans le cas d'un stratifié $[0/90]$, et des contraintes de cisaillement dans le cas d'un stratifié $[+/45]$ [Mit07]. A environ 0.07% de déformation appliqué dans le sens x, la variable d'endommagement hors plan D3 s'active dans les plis 2 et 7, ce qui explique l'augmentation progressive des déformations hors plan. L'augmentation modélisée n'est pas aussi importante que celle mesurée, mais les effets de bords liés à la stratification semblent constituer une bonne explication aux déformations hors plan mesurées sur cette zone de l'éprouvette.

Pour les déformation des plis centraux (figure 4.13 b.), la pente initiale de la courbe $\varepsilon_{zz} = f(\varepsilon_{xx})$ due à l'effet Poisson obtenue par calcul est identique aux mesures expérimentales. On observe bien une inversion de l'effet Poisson à environ 0.075% de déformation dans l'axe de chargement par modélisation, due à l'activation de l'endommagement hors plan (généralisé par les fortes déformations de

cisaillement en bord d'éprouvette, pour les plis à $\pm 45^\circ$ au centre de l'éprouvette [Mit07]). Ce moment d'inversion est légèrement anticipé par rapport à l'essai 1147 monotone, mais cohérent avec l'essai 1147 cyclé. On observe cependant que l'inversion modélisée est moins progressive que celle observée expérimentalement, et semble tendre vers une valeur nulle (contrairement à l'observation expérimentale, où une fois l'inversion débutée, la déformation hors plan ne cesse d'augmenter). L'expression du coefficient de Poisson ν_{31} en fonction du tenseurs de souplesse ($\nu_{31} = S_{13}/S_{33}$) permet d'expliquer ce constat. Le terme de souplesse S_{33} tend vers l'infini lorsque l'endommagement $D3$ augmente, mais le terme S_{13} n'est pas modifié par l'endommagement. Ceci explique le fait que la déformation hors plan soit bornée à 0 lorsque l'endommagement hors plan augmente. La prise en compte de l'endommagement pour les termes hors diagonaux du tenseur de souplesse peut constituer une perspective d'amélioration du modèle.

La figure 4.15 illustre la localisation de l'endommagement hors plan en bord d'éprouvette. A $\epsilon_{xx} = 0.15\%$, on observe que la rupture hors plan est activée à presque toutes les interfaces de plis. A l'exception du pli 3 pour lequel la rupture hors plan se propage à environ 25% de la largeur de l'éprouvette, ce mode de rupture reste localisé en bord d'éprouvette (figure 4.16). A rupture du stratifié (figure 4.15), on observe que la variable d'endommagement hors plan est activée dans la quasi-totalité de l'épaisseur des plis à 90° . Les effets de bord permettent donc d'expliquer la fissuration hors plan des plis à 90° observée systématiquement après essai, et propagée sur tout la longueur d'éprouvette (sens x). Ces analyses tendent finalement à démontrer l'intérêt limité de la mesure des déformations hors plan sur la tranche de l'éprouvette, puisque celles-ci semblent principalement liées aux effets de bord.

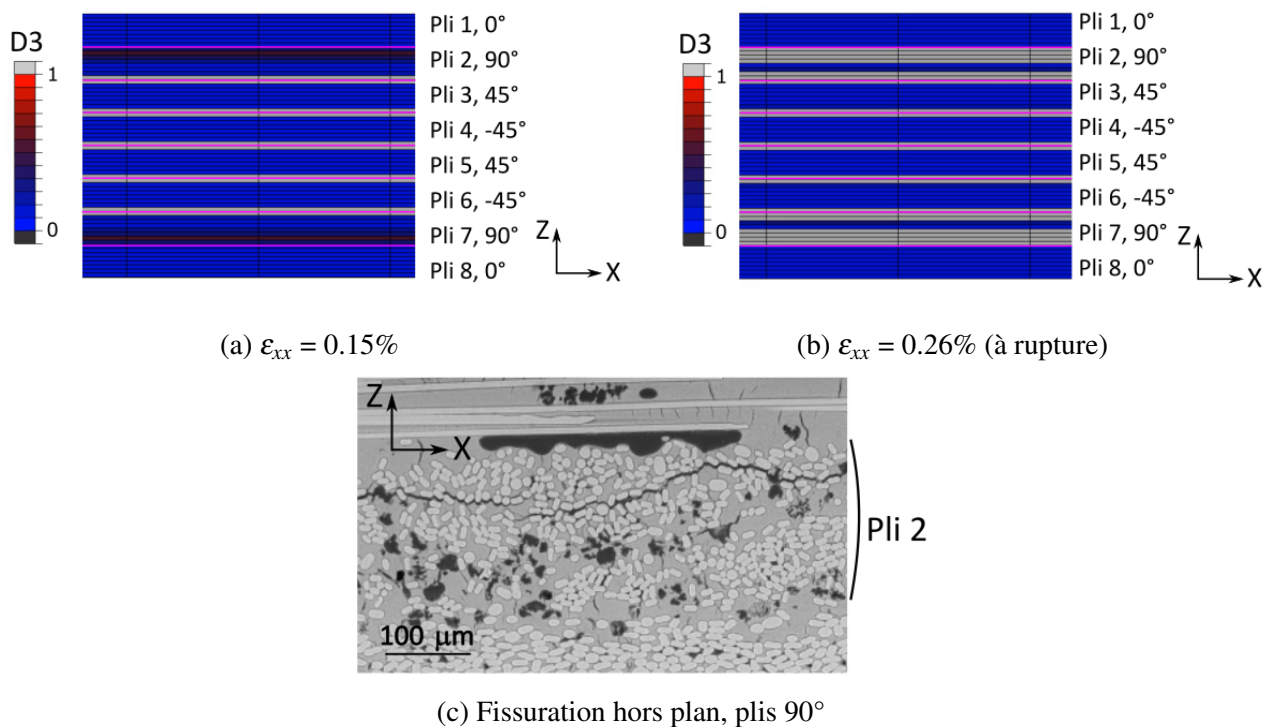


FIGURE 4.15 – Localisation de l'endommagement hors plan $D3$ en bord d'éprouvette : a. au niveau de chargement auquel l'émission acoustique énergétique débute b. au niveau de chargement auquel la rupture du stratifié intervient c. comparaison avec les observations expérimentales de rupture hors plan

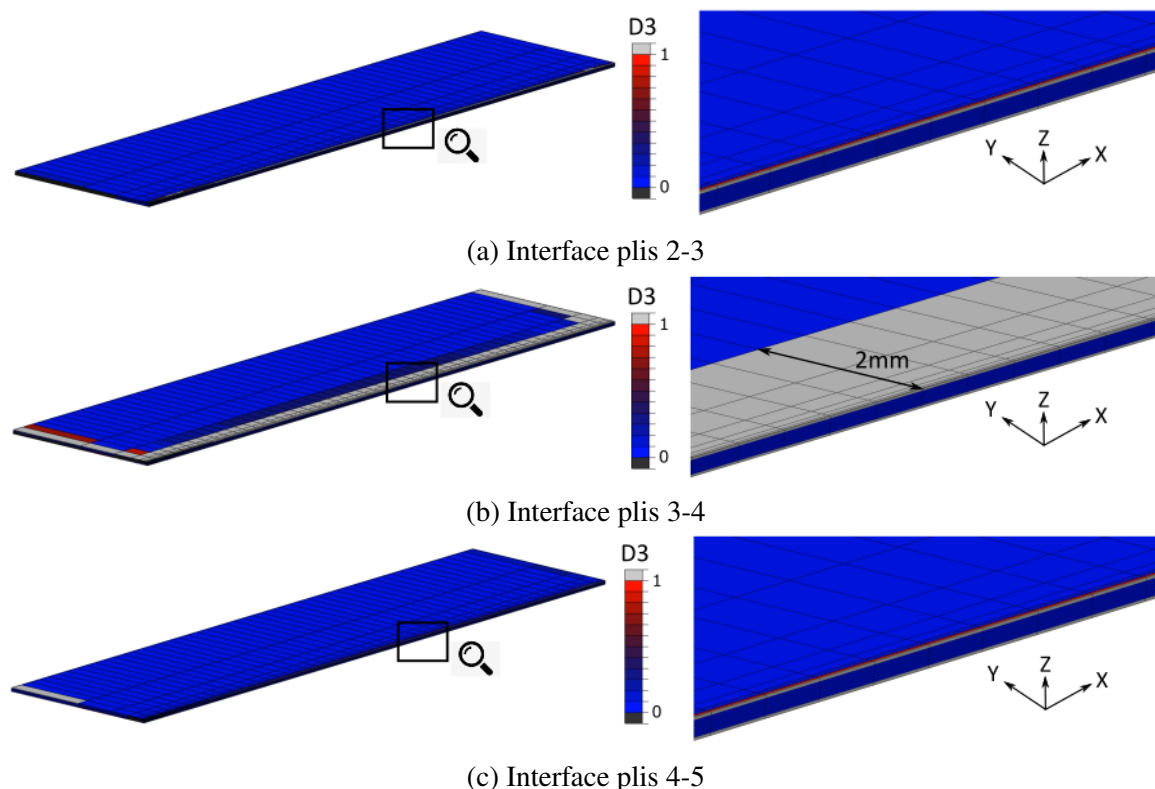


FIGURE 4.16 – Analyse de la propagation de l’endommagement hors plan depuis les bords d’éprouvette pour différentes interfaces de plis, à $\epsilon_{xx} = 0.15\%$

Finalement, cette étude permet de mieux comprendre les mesures expérimentales liées aux déformations de la tranche, ainsi que certains des modes de rupture observés après essai. La bonne corrélation entre essai et calcul tend à montrer que les différents régimes observés dans l’évolution des déformations hors plan sont fortement liés aux effets de bords. Cela tend à remettre en cause la pertinence des mesures de déformations hors plan pour étudier les cinétiques de délaminage, au moins pour la stratification étudiée. Une méthode plus adaptée pourrait être de mesurer les déformation hors plan au centre de l’éprouvette, par exemple à l’aide d’un extensomètre.

A ce stade, le modèle méso permet donc une analyse plus complète des essais effectués et présentés lors du chapitre 2, et d’améliorer la compréhension des mécanismes d’endommagement. Nous tenterons de montrer par la suite en quoi le modèle proposé peut être un outil intéressant pour étudier l’effet de la microporosité matricielle sur le délaminage.

1.4 Etude du délaminage et perspectives du modèle

Nous proposerons dans ce paragraphe une perspective pour l’utilisation du modèle de virtual testing mis en place. Il s’agit d’étudier dans quelle mesure le modèle pourrait permettre de prendre en compte l’effet de la microporosité matricielle sur le délaminage. Nous nous intéresserons en particulier à l’initiation de ce mode d’endommagement, souvent critique dans les structures stratifiées. Le critère de rupture proposé par Zubillaga et al. [Zub14] évoqué lors du chapitre 3 et détaillé en annexe A, appelé MCID (*Matrix Crack Induced Delamination*), est utilisé en post-calcul pour prédire l’apparition de macrodélaminages. L’énergie de rupture G_c^{pli} est le seul paramètre à identifier pour ce critère. Nous identifierons cette énergie de rupture dans un premier temps, avant d’appliquer le critère aux stratifiés étudiés.

Détermination de l'énergie de rupture G_c^{pli} . L'énergie de rupture est évaluée pour les deux stratifiés étudiés lors du chapitre 2, pour lesquels le moment d'apparition de macrodé laminages a été identifié à l'aide de l'évolution de l'énergie acoustique. Les caractéristiques principales des deux plaques sont rappelées dans le tableau 4.4, et les courbes ayant permis d'identifier l'apparition de macrodé laminages sont rappelés en figure 4.17.

Plaque	Stratification	TV _f	TV _μ
1147	QI 8 plis 0/90/45/-45/45/-45/90/0	45%	41%
1201	QI 8 plis 0/90/45/-45/45/-45/90/0	52%	37%

TABLE 4.4 – Rappel des caractéristiques des deux plaques étudiées lors du chapitre 2

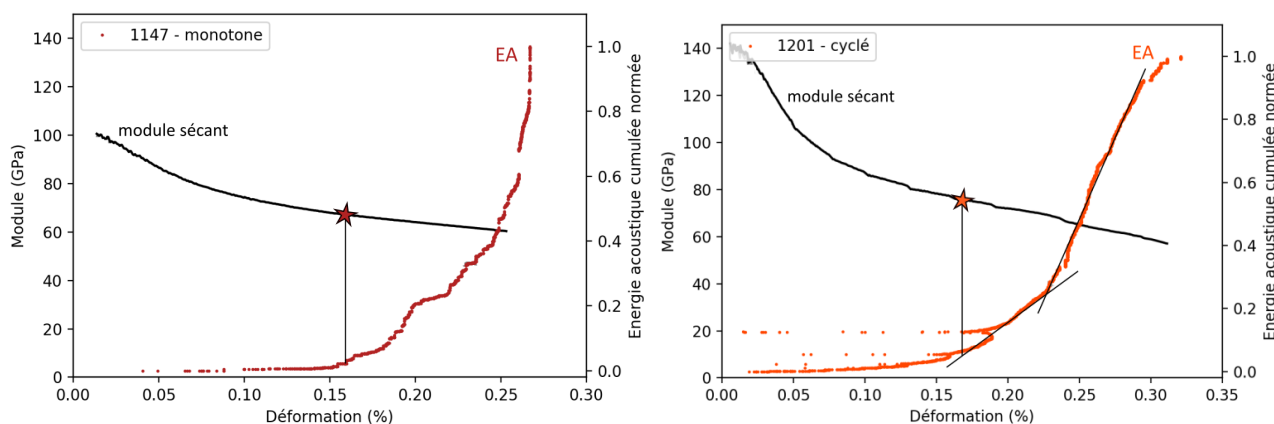


FIGURE 4.17 – Identification de l'apparition de macrodé laminage à l'aide de l'évolution de l'énergie acoustique (rappel chapitre 2)

La figure 4.18 illustre l'énergie de rupture nécessaire pour le délamination des plis à 90°, 45°, et -45° à un niveau de déformation donné. Pour toutes les valeurs tracées de G_c^{pli} , le délamination des plis 90° intervient toujours avant les plis à +/-45°, ce qui est cohérent avec l'analyse du paragraphe 1.2 de ce chapitre. Le niveau de déformation à apparition de macrodé laminage identifié expérimentalement est similaire pour les deux plaques ($\epsilon=0.16\%$), ce qui permet d'identifier le paramètre G_c^{pli} à 22 J/m² pour la plaque 1147, et à 32 J/m² pour la plaque 1201. Ce niveau d'énergie de rupture est environ deux à trois fois plus élevé que l'énergie de rupture de la matrice.

L'identification expérimentale du moment auquel les premiers dé laminages apparaissent peut cependant être remise en question, en particulier pour la stratification 1201 pour laquelle il est difficile d'identifier une transition claire sur la courbe d'énergie acoustique cumulée (figure 4.17 b). Une autre façon de déterminer l'apparition de dé laminage serait d'identifier un niveau de chargement à partir duquel il existe une différence importante entre essai et calcul dans les courbes contrainte-déformation (figure 4.19). En effet, le dé laminage n'étant pas un mode d'endommagement pris en compte dans le modèle, on peut supposer qu'il existera un écart marqué entre calcul et essai lorsque ce mode d'endommagement s'initie puis se propage. Avec cette hypothèse, le niveau de déformation identifié pour lequel le dé laminage apparaît n'est pas modifié pour la plaque 1147 (0.16%), bien qu'il soit difficile

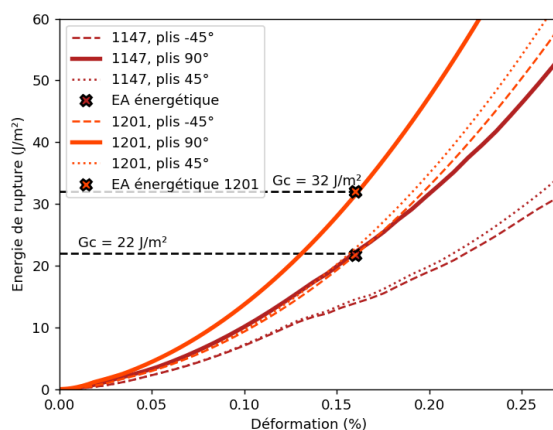


FIGURE 4.18 – Identification de G_c^{pli} pour les deux stratifications QI 1147 et 1201, lorsque l'apparition de macrodélaminages est identifiée à l'aide de l'émission acoustique (cf. chapitre 2)

d'observer un écart marqué entre essai et calcul. En revanche, le niveau de déformation identifié est plus faible pour la plaque 1201 (0.13%). Cette nouvelle identification semble amener une valeur de G_c^{pli} de 22 J/m² commune pour les deux plaques (figure 4.18).

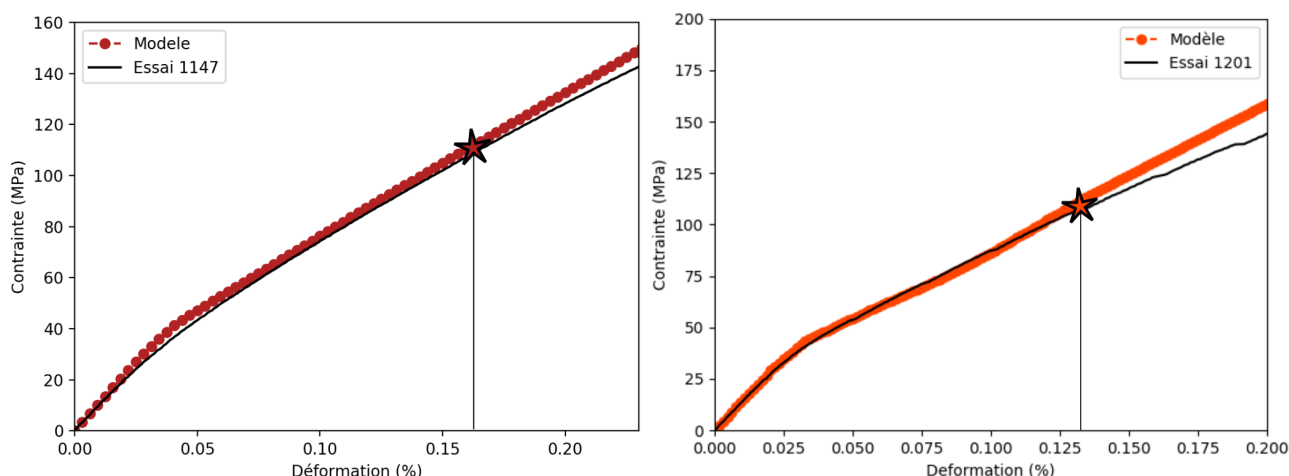


FIGURE 4.19 – Identification de G_c^{pli} par comparaison des courbes contrainte-déformation entre essai et calcul (cf. partie 1.2 de ce chapitre)

Finalement, une forte incertitude existe dans l'identification expérimentale du moment d'apparition de macrodélaminages. Cette incertitude amène à considérer deux cas : i) l'énergie de rupture dépend du taux volumique de fibre et/ou du taux volumique de microporosité matricielle et ii) l'énergie de rupture est indépendante de TV_f et TV_μ (22 J/m²).

Cas 1 : G_c^{pli} fonction de TV_f et TV_μ . Nous considérerons dans ce premier cas que l'énergie de rupture G_c^{pli} dépend du taux volumique de fibre et de la microporosité matricielle. Pour la stratification QI 8 plis, deux stratifiés à taux volumique de fibre et taux de microporosité matricielle différents sont étudiés (1147 : $TV_f=45\%$ et $TV_\mu=41\%$, et 1129 : $TV_f=52\%$ et $TV_\mu=37\%$). Nous supposons donc, afin de pouvoir identifier $G_c^{pli} = f(TV_f, TV_\mu)$, que G_c^{pli} évolue linéairement en fonction de ces deux paramètres, et que ceux-ci sont découplés ($G_c^{pli} = \alpha TV_f + \beta TV_\mu$). Le paramètre G_c^{pli} ayant été déterminé pour les deux stratifiés 1147 et 1201, les coefficients $\alpha=37.8$ et $\beta=-12.2$ sont identifiés.

L'énergie de rupture G_c^{pli} peut donc être calculée pour un taux de microporosité matricielle et taux volumique de fibre aléatoire. Ainsi, la figure 4.20 illustre l'évolution de la déformation appliquée au stratifié à apparition de macrodé laminage calculée avec le critère MCID, ainsi que l'évolution de l'énergie de rupture, en fonction du taux volumique de microporosité matricielle. L'évolution du module du stratifié en fonction des mêmes paramètres est présenté en figure 4.21.

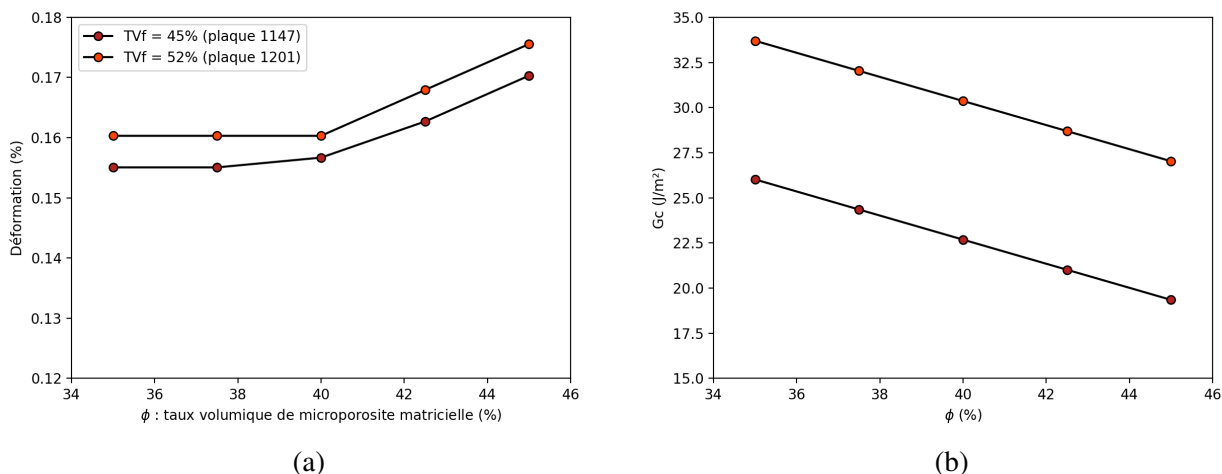


FIGURE 4.20 – a. Evolution de la déformation appliquée au stratifié à apparition de macrodé laminage calculée avec le modèle MCID en fonction du taux volumique de microporosité matricielle ϕ b. Evolution de l'énergie de rupture G_c^{pli}

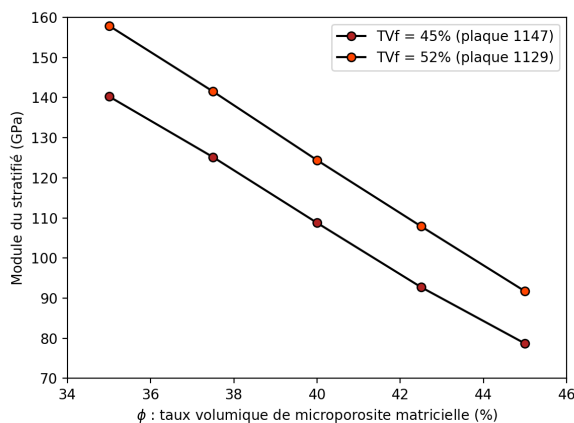


FIGURE 4.21 – Evolution du module du stratifié en fonction de la microporosité matricielle

Pour les deux cas étudiés, la déformation à apparition de macrodé laminage semble ne plus dépendre de la microporosité matricielle pour $\phi \leq 40\%$ environ. L'augmentation de la microporosité matricielle au-delà de 40% permettrait cependant de retarder l'apparition de macrodé laminage, au détriment de la rigidité du stratifié. Le fait que l'apparition de macrodé laminage soit retardée avec l'augmentation de ϕ tandis que l'énergie de rupture G_c^{pli} diminue peut sembler contradictoire. Cette observation est due au fait que la rigidité du pli (et donc l'énergie de déformation du pli) diminue également lorsque le taux volumique de microporosité matricielle ϕ est plus important.

Il est important de préciser que le modèle se base sur un scénario d'endommagement défini à l'aide de l'étude expérimentale du chapitre 2, et qu'il convient de confirmer que la variation du taux volumique

de microporosité matricielle sur la plage étudiée (entre 35% et 45%) ne modifie pas les mécanismes d'endommagement du stratifié.

Cas 2 : $G_c^{pli} = 22 \text{ J/m}^2$ indépendant de TV_f et TV_μ .

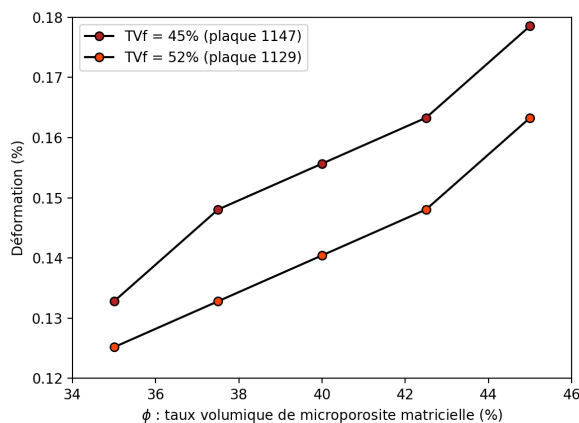


FIGURE 4.22 – Déformation à apparition de macrodé laminages pour différents taux volumiques de microporosité matricielle en considérant une énergie de rupture G_c^{pli} constante (22 J/m^2)

Dans ce cas, la figure 4.22 tend à montrer que la déformation à apparition de macrodé laminage évolue avec une tendance linéaire en fonction du taux volumique de microporosité matricielle. Il est difficile à partir de cette étude de proposer un taux volumique de microporosité matricielle optimal (tout comme le cas 1 considéré, où G_c^{pli} n'est pas constant). En revanche, le modèle mis en place permet d'estimer et quantifier le compromis nécessaire entre i) augmentation du taux volumique de fibre et/ou du taux volumique de microporosité (par exemple en ajustant les paramètres de frittage) permettant d'augmenter la rigidité du stratifié et ii) l'apparition précoce de macrodé laminages. Les travaux de O'Brien et Forghani [O'B82 ; For13] ayant montré que l'énergie de rupture interpli est indépendante de la stratification, le modèle MCID a finalement été appliqué aux stratifications non QI en considérant $G_c^{pli} = 22 \text{ J/m}^2$.

Application aux stratifications non QI. En considérant le même niveau d'énergie de rupture $G_c^{pli} = 22 \text{ J/m}^2$, la figure 4.23 compare la prédiction de l'apparition de dé laminage pour les plaques 1135 et 1129, qui ont un taux volumique de microporosité matricielle identique à la plaque 1147 (41%). Dans le cas du stratifié 1135, le modèle MCID prévoit que les plis orientés à 45° sont les premiers plis dé laminés. Ce mode d'endommagement s'initierait lorsque la déformation appliquée au stratifié est de 0.13%, c'est à dire en fin de sollicitation. Cela serait cohérent avec le niveau pour lequel une augmentation importante de l'énergie acoustique est observée, ainsi qu'avec la comparaison essai/calcul des courbes contrainte-déformation. Pour la stratification 1129, le modèle prévoit l'apparition de macrodé laminage pour une déformation appliquée au stratifié de 0.06%. Ce niveau de déformation correspond au moment d'apparition de la première fissure transverse dans les plis à $\pm 30^\circ$, et semble donc particulièrement bas. Il est également inférieur au niveau de déformation pour lequel on observe une augmentation de l'énergie acoustique (environ 0.10%). Cette comparaison confirme les conclusions du paragraphe 1.2 de ce chapitre : une analyse expérimentale est nécessaire afin de confirmer que les mécanismes d'endommagement modélisés sont réalistes pour une stratification FO.

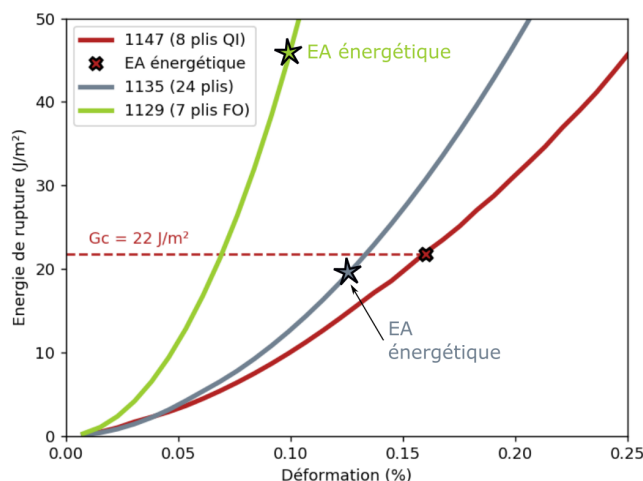


FIGURE 4.23 – Prédiction du délaminage pour les plaques 1135 et 1129

Finalement, ce paragraphe a permis d'étudier des perspectives d'utilisation du modèle à travers la prédiction d'initiation de macrodélaminages en fonction du taux volumique de microporosité matricielle ϕ . Il convient cependant de confirmer que les mécanismes d'endommagement ne sont pas modifiés et que le scénario d'endommagement reste valide pour la plage de valeurs de ϕ considérée (entre 35% et 45%). Plusieurs cas ont été considérés, et l'apparition de ce mode d'endommagement semble correctement prédit par la critère MCID en considérant $G_c^{pli} = 22 \text{ J/m}^2$ pour les plaques 1147, 1201, et 1135. Une forte incertitude existe cependant sur l'identification de cette énergie de rupture. Il serait surprenant que G_c^{pli} soit indépendant du taux volumique de microporosité matricielle, et d'autres analyses (expérimentales ou numériques) sont nécessaires pour confirmer cette observation. De plus, bien que les travaux de O'Brien et Forghani [O'B82; For13] observent pour les CMO une indépendance entre énergie de rupture inter-ply et stratification, des analyses supplémentaires sont nécessaires pour confirmer qu'un changement de mixité des modes I, II, et III aux interfaces de plis n'affecte pas le moment d'apparition de macrodélaminages. Enfin, une méthode "systématique" reste à définir afin d'identifier expérimentalement le niveau de déformation auquel les macrodélaminages apparaissent. L'étude de l'énergie acoustique mène dans certains cas à une forte incertitude sur ce niveau de déformation.

Pour conclure sur la partie dédiée au matériau UD, l'étude numérique du comportement mécanique à l'aide du modèle méso mis en place a permis d'améliorer la compréhension des essais effectués lors du chapitre 2. Ce modèle semble également être intéressant pour prédire le comportement d'un stratifié quelconque à partir d'informations sur la microstructure, et pourrait être un bon outil pour alimenter les calculs aux échelles supérieures. Une seconde perspective du modèle serait d'orienter les choix de paramètres pour l'optimisation du procédé d'élaboration, en particulier ceux liés à la microporosité de la matrice. Certaines améliorations à apporter pourraient être intéressantes, comme l'intégration d'un critère de délaminage directement dans le modèle avec une dégradation des propriétés du pli adaptées. Cela permettrait de reproduire correctement les reports de charge au sein des différents plis, ainsi que prédire de façon plus adaptée l'évolution de la contrainte en fin de sollicitation. Dans la partie suivante, nous tenterons d'adapter le modèle méso au cas d'un stratifié de plis tissés.

2. Application au matériau 2D

Nous nous intéresserons dans cette partie au matériau 2D étudié lors du chapitre 2. De manière similaire au matériau UD, nous tenterons de valider la caractérisation expérimentale par une étude numérique. Rappelons la définition de trois domaines d'endommagement à partir de l'étude expérimentale :

- Domaine 0 [0.00%, 0.04%] : élasticité jusqu'à environ 0.04% de déformation.
- Domaine 1 [0.04%, 0.10%] : propagations des délaminages initiaux sur les deux plis extérieurs, et saturation de l'endommagement matriciel des plis.
- Domaine 2 [0.10%, 0.18%] : initiation de fissures hors plan telles que des décohésions fils/fils ou fils/matrice sur toute l'épaisseur.
- Domaine 3 [0.18%, rupture] : délaminage généralisé et rupture progressive de fibres

Pour cette étude numérique, nous choisirons de nous placer à l'échelle du motif tissé. L'architecture textile particulière ainsi que la différence de microstructure générée par les fissures de retrait imposent des modifications par rapport à la loi de comportement initialement proposée pour le pli UD. Nous aborderons donc un premier temps les motifs tissés étudiés, ainsi que la modélisation du comportement des constituants.

2.1 Modèle élément fini et comportement des constituants

Géométrie des architectures textiles. Contrairement au matériau UD, une échelle intermédiaire entre l'échelle micro et l'échelle méso du pli élémentaire existe pour le matériau, due à l'architecture textile du pli. Afin d'étudier le comportement du pli élémentaire, des calculs sur VER textile ont été effectués. Les modèles éléments finis ont été générés à l'aide l'outil open-source TexGen [Lon11]. Les VER obtenus sont des VER idéaux, qui ne prennent pas en compte l'ondulation effective et les éventuels chevauchements entre fils voins. La figure 4.24 et le tableau 4.5 comparent la géométrie "réelle" des fils mesurée sur coupe micro, à la géométrie idéale des fils dans le VER modélisé. Nous considérerons pas ailleurs trois cas : i) VER orienté dans l'axe de charge, ii) VER orienté à 45° par rapport à l'axe de charge, et iii) empilement de deux pli $0^\circ/45^\circ$ (figure 4.25). Pour les deux premiers cas, les résultats de calculs seront comparées à des données fournies par Safran Ceramics sur stratifications [0/90] et [+/-45]. Le troisième cas est considéré comme représentatif du matériau 2D quasi-iso étudié dans le chapitre 2.

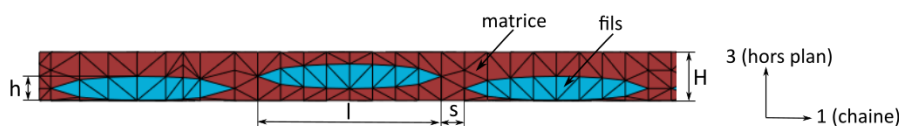


FIGURE 4.24 – Schéma des longueurs géométriques considérées pour la génération de VER

VER			Mesures		Modèle EF		
Architecture textile	L mm	H mm	l mm	h mm	l mm	h mm	s mm
Satin 5	10.0	0.21	2.05	0.11	1.9	0.11	0.1

TABLE 4.5 – Caractéristiques géométrique du VER

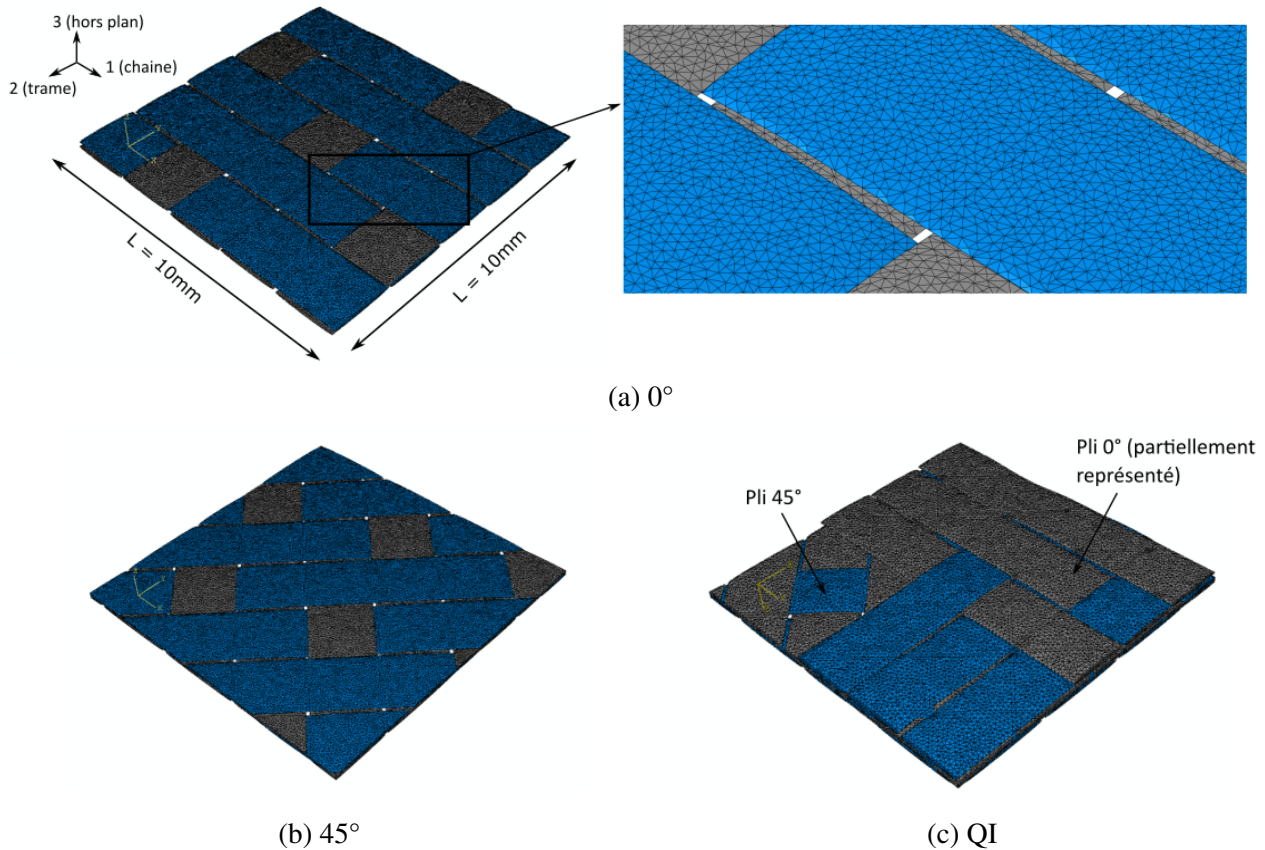


FIGURE 4.25 – Illustration des trois VER considérés. Les éléments d'embuage ont été retirés sur la figure pour l'observation des fils de chaîne et de trame

Modélisation du comportement des fils. Nous reprendrons le même modèle d'endommagement que celui développé pour le pli UD pour décrire le comportement des fils du matériau 2D. Pour le comportement élastique, la porosité intrafil est prise en compte de la même manière que pour le pli UD (par le modèle de Mori-Tanaka). Certaines modifications doivent cependant être apportées du fait de la différence de géométrie des fissures de retrait entre les deux matériaux UD et 2D (cf. paragraphe 3.2 du chapitre 1). Pour le matériau UD, les fissures de retrait sont de faible dimension et réparties de façon diffuse dans la matrice pour le matériau UD. Au contraire, pour le matériau 2D, la longueur des fissures de retrait est d'environ une demi épaisseur de pli en moyenne et les fissures sont orientées quasi-perpendiculairement au plan de stratification, ce qui impose de traiter l'effet des fissures de retrait à l'échelle du pli tissé. Nous choisirons alors de modéliser la présence de fissures de retrait comme un endommagement initial pour les fils, et pour la matrice. Nous distinguerons deux types de densité de fissures : i) la densité de fissures initiale $\bar{\rho}_{ini}$ et ii) la densité de fissures liée à la sollicitation mécanique $\bar{\rho}_{meca}$, où la densité de fissures totale est la somme de $\bar{\rho}_{ini}$ et $\bar{\rho}_{meca}$ (rappelons que la densité de fissures totale est définie comme le nombre de fissures transverses sur une longueur

donnée, normalisée par l'épaisseur du pli $\bar{\rho} = \frac{n}{L}h$.

Pour le comportement élastique, le tenseur de souplesse initial est évalué tel que :

$$S_0 = S_{f/m} + \bar{\rho}_{ini}H_1^{\bar{\rho}} + \bar{\rho}_{ini}^2H_2^{\bar{\rho}} \quad (4.3)$$

où ρ_{ini} est la densité de fissures initiale, $S_{f/m}$ le tenseur de souplesse identifié pour un composite "idéal" (cf. chapitre 3), et $H_1^{\bar{\rho}}$ et $H_2^{\bar{\rho}}$ sont les tenseurs d'effet de la fissuration transverse pour un fil. Pour le comportement endommageable, cela implique deux changements principaux : i) la variable d'endommagement diffus δ_2 est désactivée, puisque l'on considère que lorsque l'endommagement mésoscopique décrit par la variable $\bar{\rho}$ débute, l'endommagement diffus n'évolue plus et ii) l'activation de la fissuration transverse générée par la sollicitation mécanique $\bar{\rho}_{meca}$ est "retardée". Le comportement d'un fil sollicité en traction sens 22 et/ou cisaillement 12 est schématisé par la figure 4.26. En pratique, les déformations à rupture X_2 et Z_{12} sont réévaluées à partir de la connaissance de la rigidité initiale (due à la présence de fissures) et la contrainte équivalente constante (figure 4.26 a). Pour une sollicitation dans le sens fibre, on considèrera un comportement linéaire élastique, tout comme pour le pli UD.

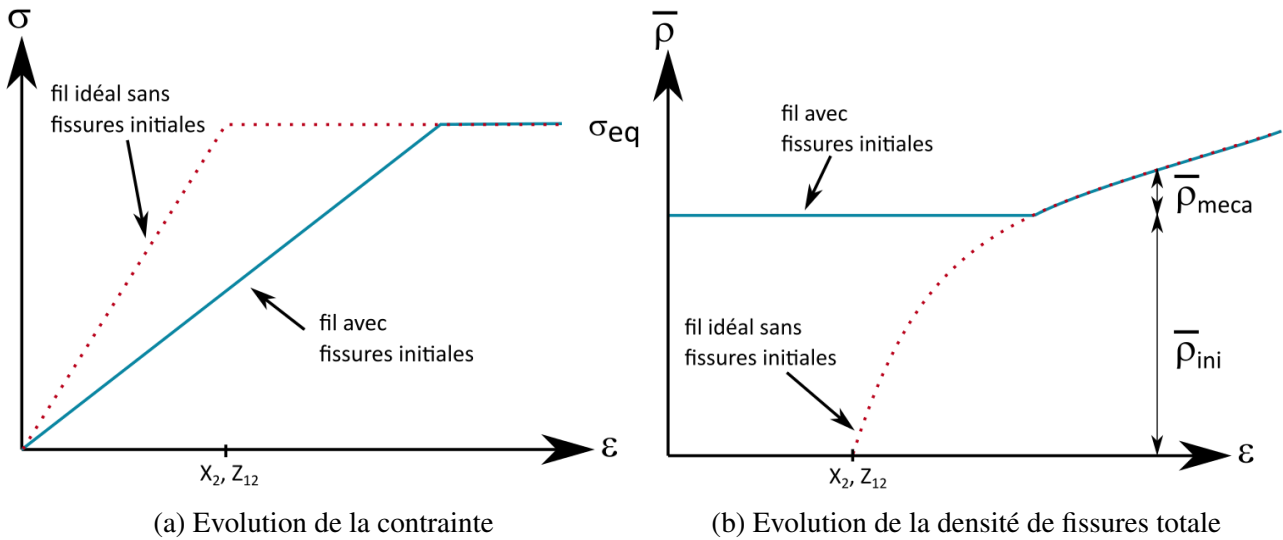


FIGURE 4.26 – Schématisation du comportement d'un fil sollicité hors axe : évolution de la contrainte et de la densité de fissure

La souplesse effective des fils est alors écrite de la façon suivante :

$$\tilde{S} = S_0 + \Delta\tilde{S}(\delta_3) + \Delta\tilde{S}(\bar{\rho}_{meca}) + \Delta\tilde{S}(D_3) \quad (4.4)$$

où δ_3 modélise l'endommagement diffus hors plan, D_3 la rupture hors plan, $\bar{\rho}_{meca}$ la densité de fissures transverses générées par la sollicitation mécanique.

Modélisation du comportement de la matrice. Le modèle d'endommagement de la matrice est similaire. On considère en particulier que la matrice est homogène, et deux modes d'endommagement sont modélisés :

- Endommagement dans le plan du à la multiplication des fissures transverses. Tout comme pour

les fils, on considère que les reports de charge entraîne la multiplication des fissures transverses, qui s'effectuent à contrainte constante.

- Endommagement hors plan (décohésions entre fils et matrice) : l'initiation de cet endommagement est modélisé par un critère quadratique en déformation (cf. chapitre 3), identique à celui déjà utilisé pour les fils. La dégradation des propriétés est également modélisée de la même façon.

On considère cependant un comportement fragile (pas d'endommagement diffus), l'orthotropie de la matrice liée à la fissuration initiale est également prise par une densité de fissures initiale $\bar{\rho}_{ini}$.

$$\tilde{S} = S_0 + \Delta\tilde{S}(\bar{\rho}_{ini}) + \Delta\tilde{S}(\bar{\rho}_{meca}) + \Delta\tilde{S}(D_3) \quad (4.5)$$

où S_0 est le tenseur de souplesse de la matrice microporeuse.

2.2 Rigidité et endommagement initial

La figure 4.27 illustre l'évolution attendue des modules de Young pour une traction dans l'axe des fibres (graphe a.) et une traction à 45° par rapport à l'axe des fibres (graphe b). Pour chacun des deux graphes, deux surfaces de réponse sont données : i) en fonction de la densité de fissure et du taux volumique de macroporosité dans la zone d'embuvage (on considère les fils sans macroporosité ni fissures) et ii) en fonction de la densité de fissure et du taux volumique de macroporosité dans les fils pour la seconde surface de réponse (on considère la zone d'embuvage "idéale"). La densité de fissures est le facteur impactant le plus fortement le module du pli dans les deux sens de sollicitation. L'effet est plus important lorsque les fils sont fissurés, par rapport à l'effet des fissures dans la zone matricielle puisque une faible partie de la charge est supportée par les zones d'embuvage. Cet effet est d'autant plus important lorsque le pli est sous sollicitation hors axe : pour une densité de fissure de 0.5, on mesure une perte de module d'environ 17% pour une sollicitation dans l'axe des fibres, contre environ 42% pour une sollicitation à 45°. En revanche, le taux volumique de macroporosité a un effet modeste sur la plage considérée (entre 0% et 5%).

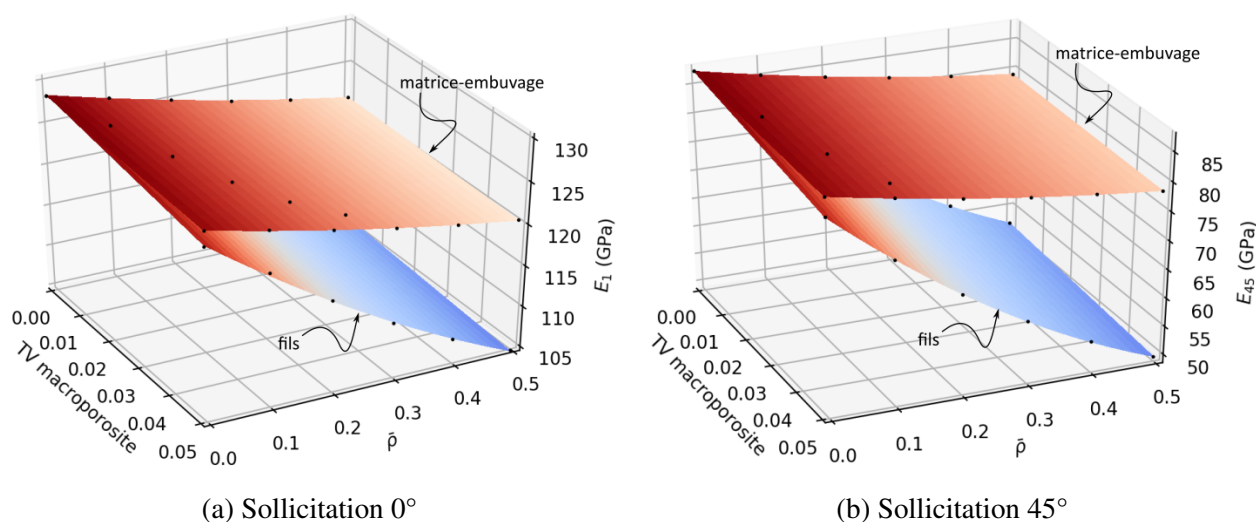


FIGURE 4.27 – Prédiction du module d'un pli tissé à $TV_f=42\%$ pour une sollicitation : a. dans l'axe des fibres et b. à 45° par rapport à l'axe des fibres, en fonction du taux volumique de macroporosité et de la densité de fissures de retrait.

Cette étude paramétrique est intéressante lorsque la fissuration initiale est différente entre fils et zone d'embuvage, tel que pour les matériaux étudiés par Guel [Gue18]. L'étude morphologique du chapitre 1 (paragraphe 3.2) a cependant montré que les fissures de retrait du matériau 2D traversent à la fois la matrice dans la zone d'embuvage, et les fils. Le graphe 4.28 a. illustre l'évolution du module pour une stratification quasi iso (plis à 0 et 45°) en fonction de la densité de fissure dans la zone d'embuvage et dans les fils. Le graphe 4.28 b. trace les couples $(\bar{\rho}_{fils}, \bar{\rho}_{matrice})$ permettant de retrouver les modules mesurés par essai pour une sollicitation dans l'axe des fibres (rouge), à 45° (jaune), et pour une stratification quasi-iso (bleu). Dans les trois cas, les bornes maximales et minimales des valeurs mesurées lors des essais sont tracées. En considérant que la densité de fissures dans les fils et dans la matrice sont égales, les valeurs moyennes de $\bar{\rho}$ sont données pour les trois stratifications. Un écart notable est identifié pour les stratifications 45°, par rapport aux cas 0° et QI. Cependant, la plage de valeurs admissibles pour une stratification 0° ($\bar{\rho}$ entre 0.25 et 0.4) semble attester d'une variabilité importante de la densité de fissures parmi les éprouvettes testées.

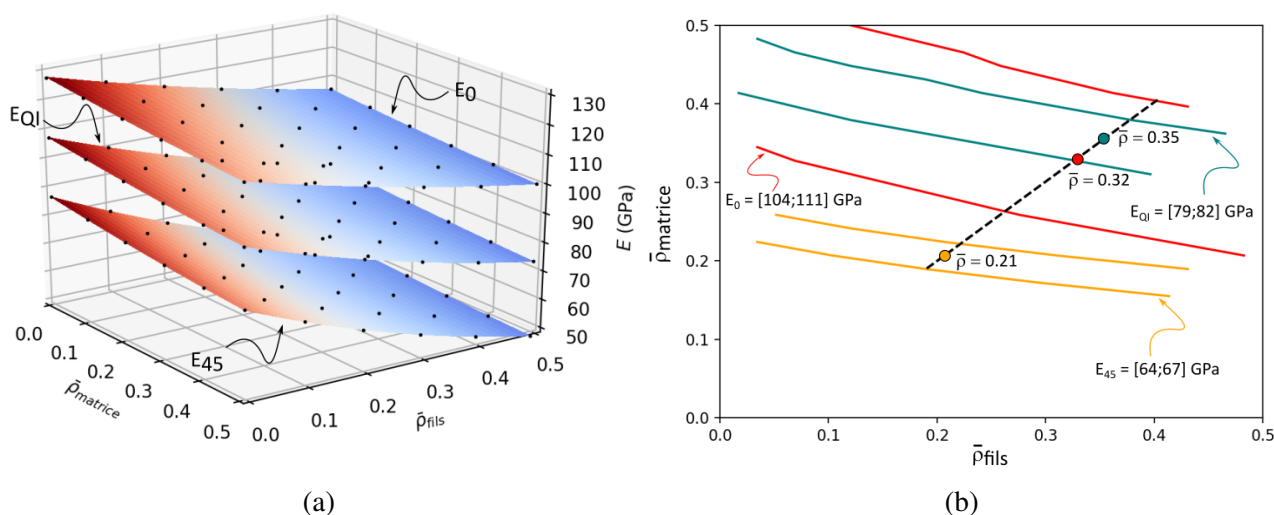
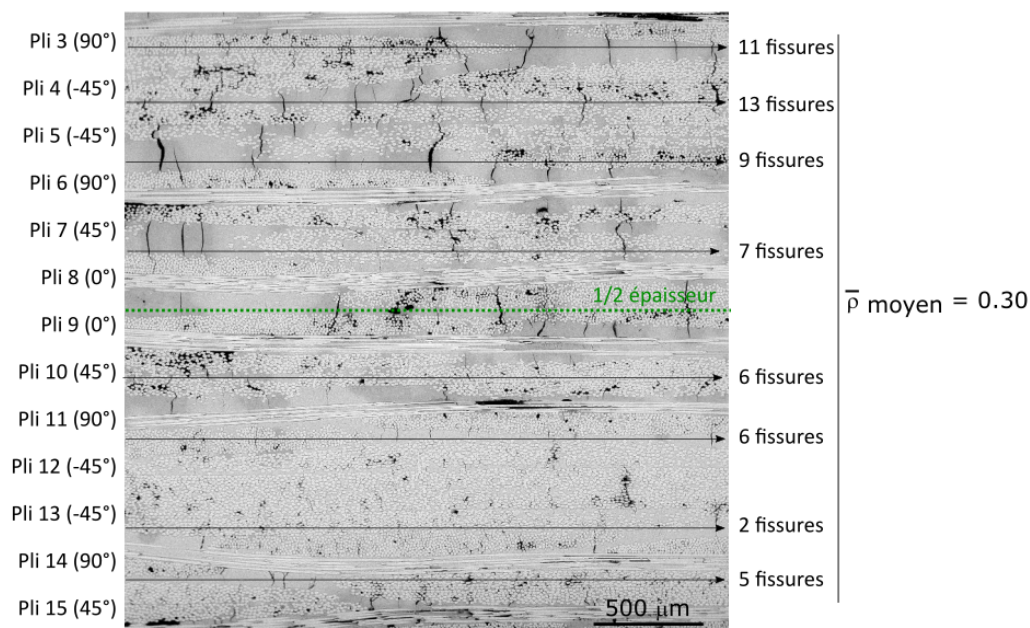


FIGURE 4.28 – Etude paramétrique de l'effet du volume de macroporosité et de la densité de fissures de retrait sur le module d'un pli tissé

La valeur de $\bar{\rho}=0.35$ identifiée pour la stratification quasi-iso est cohérente avec la densité de fissures moyenne observée de 0.3 sur la plaque 4005 étudiée expérimentalement (figure 4.29). La densité de fissure des plis n'est cependant pas homogène et dépend de la position du pli dans l'épaisseur.



(a)

FIGURE 4.29 – Quantification de la densité de fissures initiale dans le matériau 2D, dans différentes zones de l'épaisseur par observations sous MEB (12 plis observés sur les 16 plis totaux)

2.3 Evolution de l'endommagement : comparaison essai/calcul

Les trois cas étudiés, ie. 0°, 45°, et QI sont présentés par la suite, par une comparaison entre résultats d'essai et calcul sur VER. Une analyse des résultats de ces trois types de stratification sera proposée en fin de paragraphe.

Cas 1 : Sollicitation dans l'axe des fibres. La figure 4.30 compare les résultats entre un essai pour lequel tous les fils sont orientés à 0°/90° par rapport à l'axe de charge, à un calcul sur VER. La variable δ_2 étant désactivée et l'endommagement hors plan ne se produisant qu'en fin de sollicitation, la baisse du module est exclusivement liée à l'apparition de fissures transverses dans les fils sollicités à 90° par rapport à l'axe de charge. L'évolution du module est cohérente, bien qu'une baisse relativement soutenue soit observée lorsque $\bar{\rho}$ s'active, ce qui n'est pas observable expérimentalement.

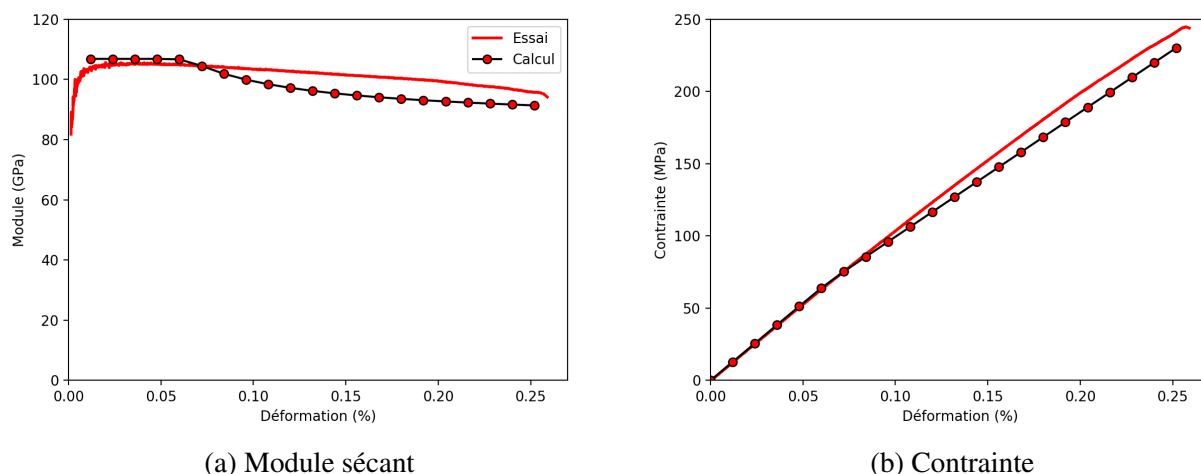


FIGURE 4.30 – Comparaison des résultats d’essai pour lequel tous les fils sont orientés à $0^\circ/90^\circ$ par rapport à l’axe de charge, à un calcul sur VER

La figure 4.31 illustre l’évolution du nombre d’éléments pour lesquels la variable d’endommagement D3 (rupture hors plan) est activée. Une cartographie des éléments rompus à deux instants différents de la sollicitation est également présentée. A environ 0.18% de déformation appliquée, les déformations hors plan générées par l’ondulation des fibres sont suffisamment importantes pour générer localement l’apparition de la rupture hors plan. Ces zones sont surtout situées dans les fils sollicités hors axe, et pourraient signifier l’apparition des décohésions de fils.

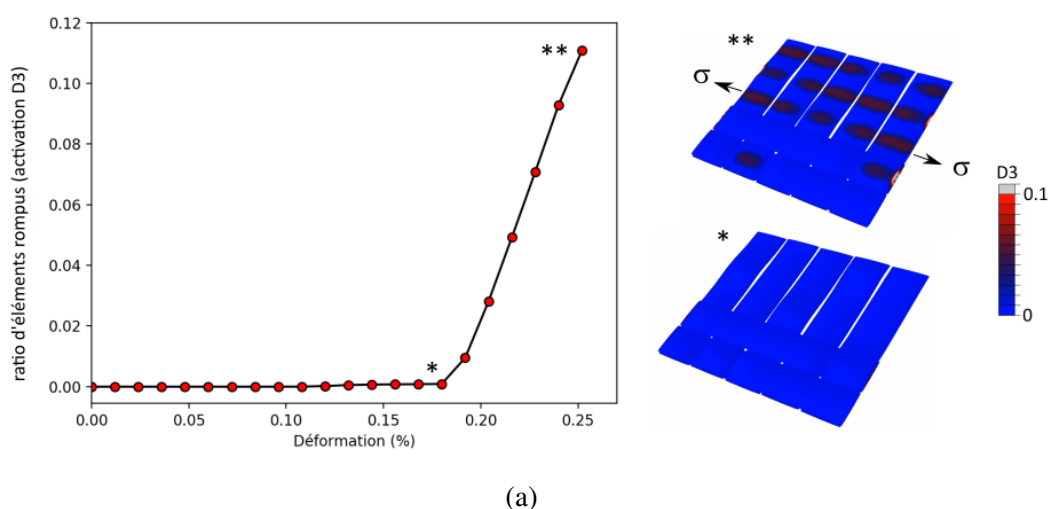


FIGURE 4.31 – Sollicitation dans l’axe des fibres : Evolution du nombre d’éléments pour lesquels la rupture hors est activée, et cartographies des zones pour lesquelles ce mode de rupture est satisfait ($D3 > 0$)

Remarquons également que ce moment d’apparition de décohésion de fils est cohérent avec la transition entre les domaines d’endommagement 2 et 3 identifiés lors de l’étude expérimentale. Il convient cependant de prendre en compte l’effet des plis orientés à 45° pour extrapoler les résultats de calcul aux résultats d’essais sur stratification quasi-iso.

Cas 2 : Sollicitations à 45° par rapport à l’axe des fibres. La figure 4.32 compare les résultats

entre un essai pour lequel tous les fils sont orientés à $\pm 45^\circ$ par rapport à l'axe de charge, à un calcul sur VER. Tout comme pour le cas $1\ 0^\circ/90^\circ$, la perte de module est uniquement due à la fissuration transverse des fils modélisée par la variable d'endommagement $\bar{\rho}$. Contrairement au premier cas, les déformations hors plan se sont pas suffisantes pour activer la rupture hors plan dans ce cas (hormis au niveau des bords). Ce constat est surprenant, puisque l'apparition de décohésions de fils apparaît plus tôt pour ce type de stratification que pour une stratification $0^\circ/90^\circ$ [Gue18]. La cinétique de dégradation du module prédite par calcul sur VER est cependant cohérente avec les essais, même si un écart important s'observe en fin d'essai. Cet écart est attribué au déchargement de fils décohérés, qui n'est pas modélisé. Cette comparaison tend cependant à montrer que le modèle d'endommagement proposé pourrait être satisfaisant pour modéliser le cas de stratifications de plis UD $\pm 45^\circ$, qui n'ont pas pu être caractérisés.

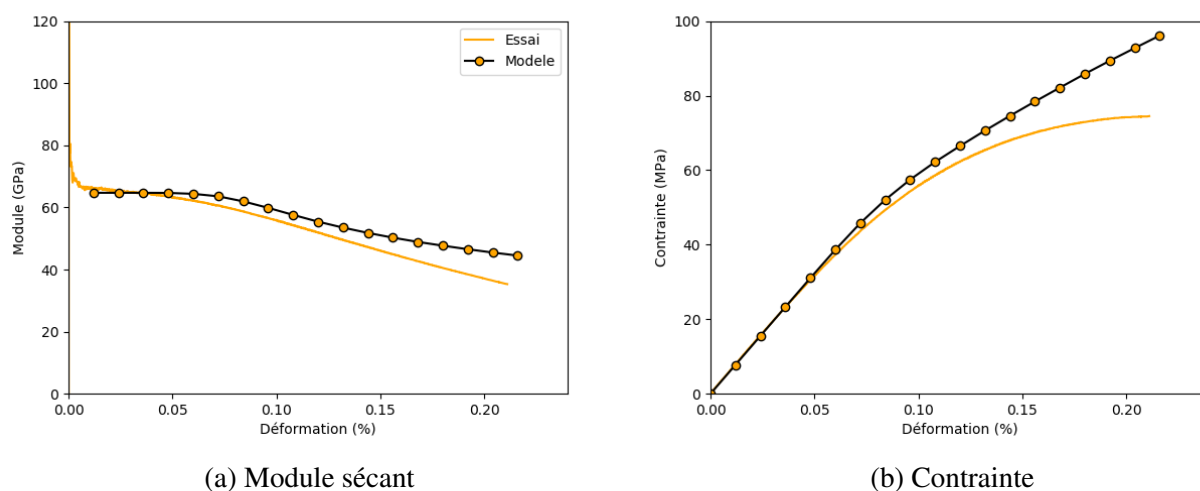


FIGURE 4.32 – Comparaison des résultats d'essai pour lequel tous les fils sont orientés à $\pm 45^\circ$ par rapport à l'axe de charge, à un calcul sur VER

Cas 3 : Empilement QI. Pour finir, un empilement $0^\circ/45^\circ$ a été étudié. La figure 4.33 compare les résultats entre un essai pour une stratification quasi-iso, à un calcul sur VER contenant deux plis (à 0° et à 45°).

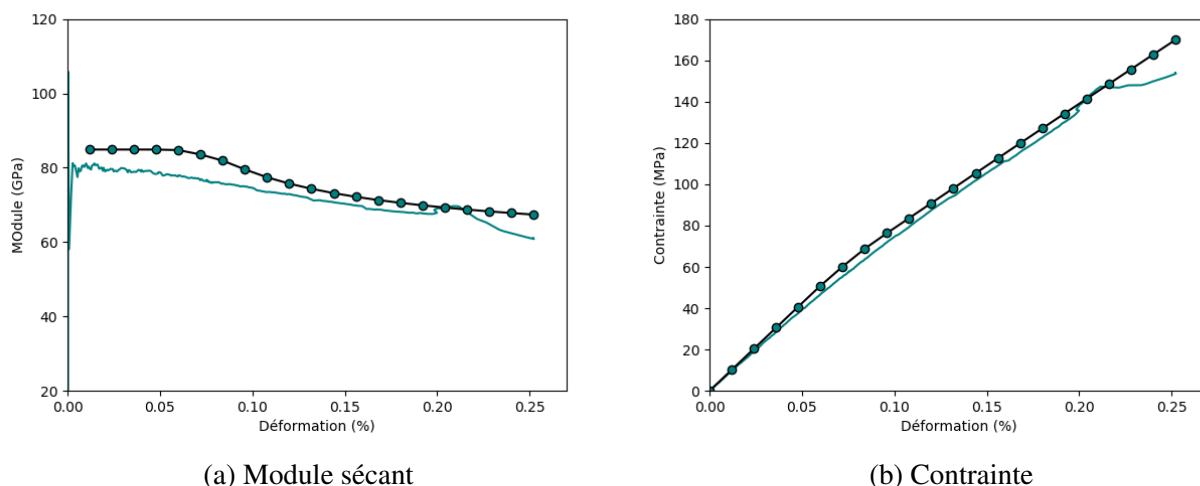


FIGURE 4.33 – Comparaison des résultats d’essai pour une stratification quasi-iso, à un calcul sur VER

La figure 4.34 illustre l’évolution du nombre d’éléments pour lesquels la variable d’endommagement D_3 est activée, ainsi qu’une cartographie des éléments rompus à différents instants de la sollicitation, pour le pli 0° . Jusqu’à environ 0.11%, la courbe n’est pas constante et nulle à cause de la rupture de certains éléments en bord. En revanche, Dès 0.11%, des ruptures hors plan apparaissent dans les zones d’ondulation des fils de trame. Les sites d’initiation se multiplient ensuite progressivement au fur et à mesure du chargement, puis s’accroissent à 0.20%. On remarque donc que, pour les fils hors axe, l’activation de la rupture de façon anticipée dans ce cas, par rapport au cas où tous les plis sont orientés à 0° (0.11 % ici, contre 0.18% pour le cas 1). Ce niveau de déformation est cohérent entre la transition des domaines d’endommagement 2 et 3 identifiés lors de l’étude expérimentale. Cela marque également l’effet important de la stratification et de la différence d’orientation entre deux plis.

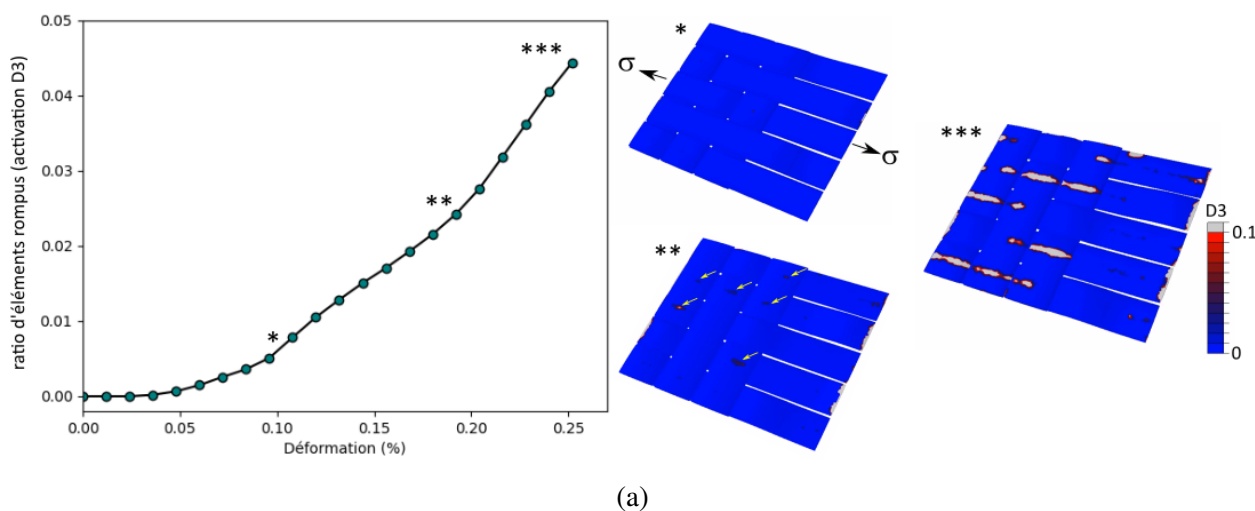


FIGURE 4.34 – Sollicitation d’un empilement $0^\circ/45^\circ$: Evolution du nombre d’éléments pour lesquels la rupture hors est activée, et cartographies des zones pour lesquelles ce mode de rupture est satisfait ($D_3 > 0$) pour le pli 0°

Discussion. Une des hypothèses proposée pour justifier le comportement fortement linéaire du matériau 2D étudié lors du chapitre 2 (stratification QI) était liée à la densité de fissures initiale élevée. La saturation quasi-initiale de l'endommagement matriciel permettait d'expliquer la baisse linéaire et limitée du module sécant. Les résultats de calculs tendent à nuancer ce propos. Il semblerait que la baisse limitée de module soit en effet liée au "pré-endommagement" initial. En revanche, le fait que le module baisse de façon linéaire pourrait être plutôt attribuée à la nature de la matrice. Cette hypothèse est renforcée par les travaux de Guel [Gue18]. La modélisation de la multiplication des fissures transverses à contrainte constante ne semble pas être adaptée dans le cas d'une matrice aluminosilicate. L'origine de cette différence de comportement reste à établir, et la perspective du travail de modélisation à l'échelle de la matrice (cf. bilan chapitre 3) démontre une nouvelle fois son intérêt.

Malgré cela, la comparaison essais calcul reste cohérente. Il est cependant important de discuter de la pertinence d'une comparaison entre un calcul effectué sur une éprouvette constituée de plusieurs plis tissés et présentant une variabilité de la microstructure (en particulier la fissuration), avec un calcul sur VER dont les propriétés mécaniques sont toutes moyennées et égales pour un constituants donné. Cette modélisation déterministe ne permet pas de représenter fidèlement les reports de charge pouvant se produire à l'échelle d'une éprouvette, ni de retranscrire l'effet de la microstructure [Maz18].

Concernant les cinétiques d'endommagement, les comparaisons des calculs entre cas 1 (tous les plis orientés à 0/90 par rapport à l'axe de charge) et cas 3 (stratification QI) montrent que l'initiation d'endommagements hors plan dans les fils orientés à 90° par rapport à l'axe de charge sont anticipés dans le cas d'une stratification QI. Cette observation est attribuée à l'effet du pli voisin à 45°, dont la différence d'orientation accentue les déformations hors plan au sein du pli 0°. Dans le cas de la stratification QI, l'activation de l'endommagement hors plan dans les fils à 90° semble traduire l'apparition de décohésions interfils. Ce mécanisme d'endommagement, qui s'active à environ 0.11% de déformation par calcul, confirme le scénario d'endommagement proposée à l'issue du chapitre 2 pour lequel la transition entre les domaines d'endommagement 1 et 2 (à 0.1%) est attribuée à l'apparition de mécanismes d'endommagement hors plan. Il faut noter qu'aucune activation de la rupture hors plan n'est observée pour les plis à +/-45° (pour le cas 2 ou le cas 3). Ce résultat est surprenant, puisqu'il avait été observé expérimentalement que les décohésions interfils apparaissent plus rapidement dans le cas d'une sollicitation à 45° que pour une sollicitation à 0° [Gue18]. Le maillage de fils pourrait ne pas être suffisamment fin pour capter les gradients de déformations hors plan dans ce cas. Précisons également qu'un critère en contrainte (ou ici en déformation) pour prédire l'apparition de fissures de type délaminage est une condition nécessaire mais non suffisante. Une perspective de travail pourrait donc consister à utiliser des modèles couplés contrainte/énergie pour prédire de façon plus fine l'initiation des décohésions de fils [Fou19].

Finalement, cette partie aura permis d'étudier le scénario d'endommagement du matériau 2D QI d'un point de vue numérique, et aura permis de discuter les hypothèses formulées à l'issue de la caractérisation expérimentale.

3. Bilan

Finalement, une méthode de modélisation multi-échelle micro-méso a été proposée dans les chapitres 3 et 4. Cette méthode a dans un premier temps permis de mieux comprendre les informations

apportées par les essais de traction multi-instrumentés, et confirmer les scénarios d'endommagement établis pour les deux matériaux UD et 2D. Ainsi, plusieurs différences de comportement des deux matériaux ont pu être mis en lumière, notamment liées aux trois points suivants.

- **Microstructure.** L'organisation des fissures de retrait est la principale différence liée à la microstructure des deux matériaux. Le stratifié de plis UD génère la formation de fissures lors du procédé de mise en oeuvre dont les longueurs sont comparables à la section d'une fibre, et réparties de façon diffuse au sein du stratifié. La perte de module liée à cet effet est d'environ 10GPa pour un stratifié à taux volumique de fibres de 45%. Au contraire, les fissures de retrait générés par le procédé de mise en oeuvre dans un stratifié de plis tissés se caractérisent à l'échelle du pli (la longueur moyenne est d'environ une demi épaisseur de pli). Ces longueurs importantes associées à leur orientation quasi-perpendiculaires au plan de stratification ont un effet bien plus néfaste sur le module initial. Leur effet sur le module est donc plus important que les différences apportées par la nature de matrice ou d'architecture textile. La perte de module liée à ce schéma de fissuration est d'environ 24GPa pour le 2D. Cet état d'endommagement initial amène cependant une augmentation du domaine de linéarité lors de la sollicitation, contrairement au matériau UD pour lequel l'endommagement commence presque dès le début de la sollicitation.
- **Architecture textile.** Il semble que l'utilisation d'une stratification de plis UD permet de retarder l'initiation de mécanismes de fissures hors plan. Pour ce type de matériau, les macrodélaminages sont initiés par les singularités aux interfaces de plis, générés par les fissures transverses des plis sollicités hors axe. Au contraire, les décohésions interfils dans le cas du 2D semblent être liées aux chargements hors plan locaux générés par l'ondulation des fibres. L'endommagement hors plan s'initie donc plus rapidement dans le cas du 2D. Cet effet pourrait être limité par le choix de la stratification, si les différences d'orientation entre plis voisins sont suffisamment faibles. De plus, il n'a pas été mesuré expérimentalement de différence significative entre les matériaux UD et 2D pour les niveaux de déformation et contrainte à rupture. Il semble donc que les fissures hors plan générés plus tôt dans le matériau 2D se propagent de façon suffisamment stables pour ne pas altérer les propriétés à rupture dans le cas d'une traction, par rapport au matériau UD. Une étude numérique de la propagation des fissures de délaminage pourrait permettre de confirmer ce dernier point.
- **Nature de la matrice.** La nature de la matrice semble influencer principalement la cinétique d'endommagement en début de sollicitation. L'utilisation d'une matrice bimodale aluminosilicate (cas du 2D) semble permettre une dissipation d'énergie plus importante que dans le cas d'une matrice monomodale (cas de l'UD). Le choix de modéliser la multiplication des fissures transverses à contrainte constante est donc moins pertinent. Cet effet n'est pas attribué à l'architecture textile puisque cette même différence a été observée pour deux matériaux tissés à matrice alumine et aluminosilicate [Gue18]. L'influence sur les liaisons fibre/matrice lorsque la composition chimique des fibres et de la matrice est différente est également à étudier. Les prédictions du modèle d'endommagement restent cependant cohérentes. Il serait intéressant d'effectuer une étude expérimentale et/ou numérique de matrices seules pour identifier quels mécanismes sont à l'origine de la différence de comportement alumine et aluminosilicate.

La méthode de modélisation mise en place semble également intéressante pour prédire le module et le comportement endommageable d'un stratifié quelconque, sans donnée expérimentale nécessaire. Pour cela, les cinq données d'entrée nécessaires sont : i) la taux volumique de microporosité matricielle, ii) le taux volumique de fibre, iii) le taux volumique de macroporosité, iv) la stratification, et v) la densité de fissures initiale. Dans les hypothèses formulées, seul les points i) et v) sont nécessaires pour identifier le comportement à l'endommagement. Cet outil peut donc être intéressant à la fois pour des travaux de virtual testing, et également pour orienter le choix de paramètres procédés pilotant le degré de microporosité de la matrice. Plusieurs perspectives intéressantes se dessinent.

- **Modélisation des mécanismes de frittage.** Comprendre et pouvoir modéliser par exemple les mécanismes de jonction entre grain et/ou de générations de fissures lors du frittage permettraient de remplacer les points i) et v) qui nécessitent un travail de caractérisation morphologique, par des paramètres tels que les cycles temps/température de frittage. Cela pourrait également permettre de vérifier l'hypothèse posée dans ces travaux que la densité de fissure est homogène dans les plis, indépendamment de leur orientation ou de la géométrie du stratifié.
- **Extension de la chaîne multi-échelle à l'échelle macro.** Il pourrait être intéressant de poursuivre le travail multi-échelle en incluant l'échelle macro. En effet, il s'agirait d'identifier les paramètres d'un modèle macro tel que celui proposé par Sally [Sal20] à l'aide de sollicitations virtuelles de stratifiés et du modèle d'endommagement du pli proposé (à l'instar de l'identification des paramètres du modèle méso à l'aide de sollicitation virtuelles à l'échelle micro, dans le cas de ces travaux).
- **Identification des limites du modèle.** Pour terminer, il semble indispensable d'identifier les limites du modèle. Il est par exemple nécessaire d'identifier sur quelle plage de microporosité matricielle le scénario d'endommagement modélisé reste valide et le modèle prédictif. Il convient également de poursuivre le travail expérimental afin d'identifier la validité du modèle sur des stratification simples, par exemples $[0_n]$ (qui permettrait de valider l'hypothèse de comportement linéaire dans le sens fibre pour le pli élémentaire), $[0/90_{ns}]$ (par exemple pour étudier l'effet de l'épaisseur de pli), ou encore $[+45/-45]_{ns}$. Postérieurement, une étendue du modèle pourrait être proposé : prise en compte du délaminage, modélisation de sollicitations non monotones, ou encore le comportement en température.

Nous terminerons finalement la comparaison des deux matériaux d'étude oxyde/oxyde UD et 2D à travers l'effet d'entaille sur le comportement en traction. Cet aspect sera abordé dans le prochain chapitre.

Chapitre 5

COMPORTEMENT EN TRACTION D'ÉPROUVETTES ENTAILLÉES

Sommaire

1	Analyse expérimentale	170
1.1	Essais réalisés	170
1.2	Comportement mécanique	173
1.3	Etude des concentrations de déformations par corrélation d'image	174
1.4	Comparaison des domaines d'endommagement	179
2	Modélisation numérique	181
3	Prévision de la tenue en présence d'entaille	191
3.1	Critères considérés	191
3.2	Comparaison des prédictions aux résultats expérimentaux	194
4	Bilan	201

Une étude expérimentale sera d'abord effectuée afin d'identifier comment la présence d'entailles modifie le comportement mécanique en traction d'une éprouvette de matériaux 2D et UD. L'initiation et la propagation d'endommagements pour différentes géométries d'entailles seront identifiées. Le modèle d'endommagement du pli UD développé dans les chapitres 3 et 4 sera ensuite utilisé pour simuler le comportement mécanique d'éprouvettes entaillées. Les sollicitations multi-axiales générées par les variations de géométrie permettront de valider le caractère prédictif du modèle pour des cas complexes. Malgré une corrélation satisfaisante entre essais et calculs, la complexité du modèle d'endommagement amène à proposer d'autres méthodes pour prédire la rupture en présence d'entaille.

1. Analyse expérimentale

1.1 Essais réalisés

Deux géométries d'entailles ont été étudiées (figure 5.1). L'intérêt de ces deux géométries réside entre autres dans l'introduction d'un champ de contrainte multi-axial en bord d'entaille avec un coefficient de concentration de contrainte différent (environ 3 pour les trous, et 5.2 pour les entailles en V, en négligeant l'effet de la largeur d'éprouvette). Les entailles sont usinées dans des barreaux de longueur 150mm dans l'axe de chargement, et de largeur $w=24\text{mm}$. Cette largeur d'éprouvette sera conservée pour tous les essais réalisés. Les entailles sont centrées dans le sens de la longueur, et également centrées dans la largeur dans le cas des trous. Par la suite, nous ferons référence à la profondeur d'entaille par la dénomination "ratio a/w ", c'est à dire le ratio entre largeur d'entaille et largeur d'éprouvette.

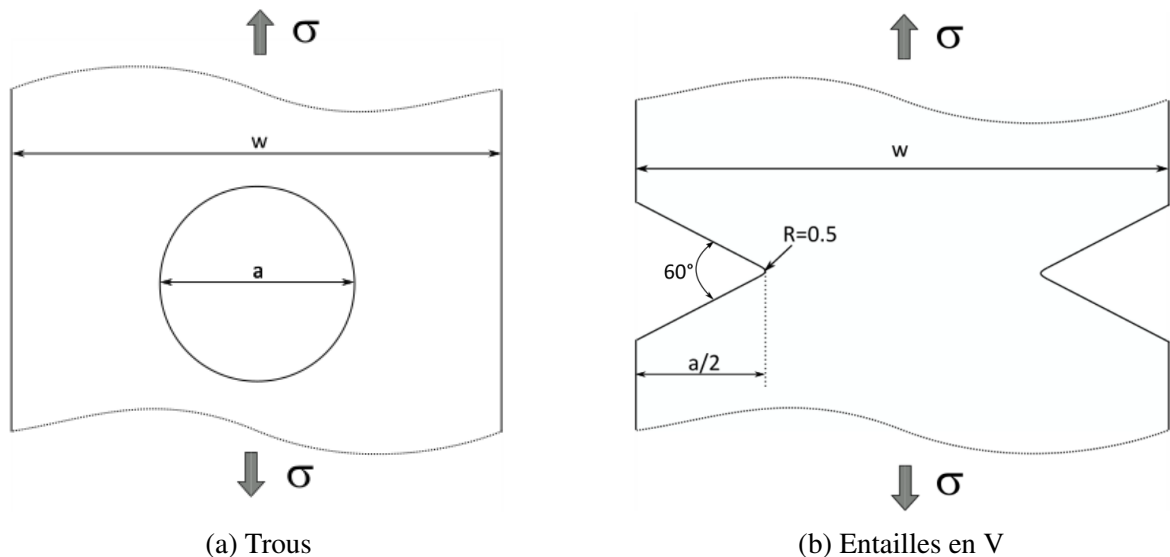


FIGURE 5.1 – Géométries d'entailles étudiées

Le protocole d'essais de traction pour les éprouvettes entaillées est identique à celui présenté au chapitre 2. En particulier, des talons en aluminium de longueur 30mm sont collés sur la zone d'ancrage des mors, laissant donc une longueur utile d'éprouvette de 90mm. Les éprouvettes sont sollicitées en déplacement imposé, à une vitesse de 0.05 mm/min. Pour l'instrumentation, des extensomètres à couteaux de longueur 25mm sont placés sur les deux tranches, afin de détecter un éventuel chargement non symétrique. Un mouchetis est appliqué en bord d'entaille afin de mesurer par CIN les champs de déformations. Enfin, des capteurs d'émission acoustique Nano30 sont placés de part et d'autre des entailles dans la longueur. Les réglages liés à l'acquisition de signaux acoustiques sont identiques à ceux évoqués lors du chapitre 2. La figure 5.2 illustre l'instrumentation utilisée.

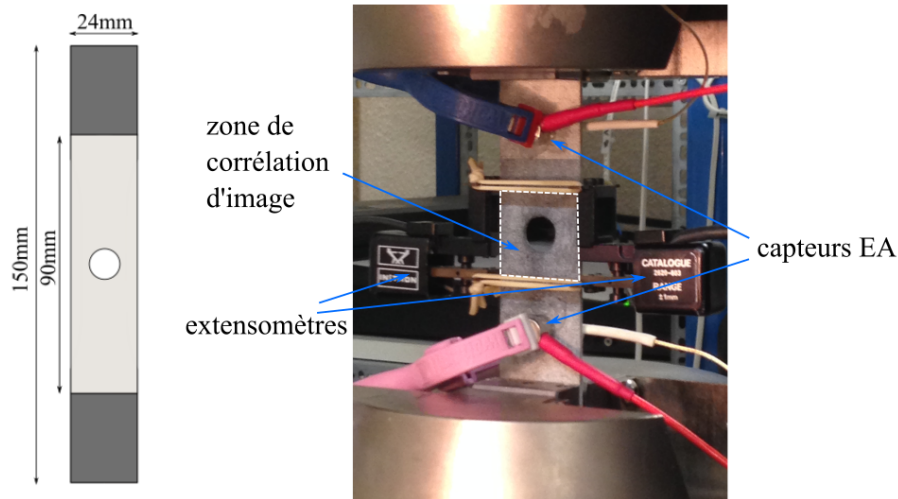


FIGURE 5.2 – Exemple de l'instrumentation d'un essai pour une éprouvette trouée

Les éprouvettes ont été usinées dans quatre plaques différentes. Les stratifications sont identiques à celles étudiées lors de l'étude expérimentale sans entaille du chapitre 2 ($[0^\circ/45^\circ/90^\circ/-45^\circ]_{2S}$ pour le 2D et $[0^\circ/90^\circ/45^\circ/-45^\circ/45^\circ/-45^\circ/90^\circ/0^\circ]$ pour l'UD). Pour chaque plaque, un essai sur éprouvette haltère est réalisé de façon à mesurer les propriétés mécaniques sans entaille. Ces propriétés, ainsi que le taux volumique de fibres et de porosité des éprouvettes sont résumés dans le tableau 5.1.

Plaque	TVf %	TVporo %	E GPa	σ_c MPa	ϵ_c %
6 (2D)	45.8	20.4	92.5	177.6	0.27%
4005 (2D)	42.0	19.1	81.0	148.4	0.23%
2002 (UD)	39.9	22.0	92.8	140.5	0.30%
2003 (UD)	37.0	23.1	99.6	146.1	0.25%

TABLE 5.1 – Synthèse des caractéristiques morphologiques des plaques étudiées et des propriétés mécaniques mesurées sur éprouvettes non entaillées (module de Young, contrainte à rupture, et déformation à rupture)

Deux répétitions sont réalisées pour chaque configuration d'entaille de chaque plaque. Au moins un contrôle par thermographie infrarouge et par tomographie X est effectué pour chaque répétition, afin d'évaluer l'éventuelle présence d'un endommagement lié à l'usinage des entailles. Pour chaque essai présenté dans ce chapitre, le contrôle non destructif avant essai n'a pas montré d'endommagement macroscopique initial lié à l'usinage.

La plupart des essais réalisés sont des essais monotones à rupture. Des essais cyclés ont cependant été réalisés pour chacune des configurations UD. Le tableau 5.2 et la figure 5.3 synthétisent les valeurs des contraintes maximales mesurées pour chaque essai. La contrainte est calculée à partir de la charge mesurée, divisée par la section totale de l'éprouvette (sans prendre en compte la présence d'entaille). Pour le graphe 5.3, la contrainte à rupture est normalisée par la contrainte à rupture mesurée sur éprouvette non entaillée. Cette normalisation est effectuée afin de pouvoir comparer les résultats issus de toutes les plaques, pour lesquelles une différence importante de contrainte à rupture est no-

tée. La courbe théorique d'un matériau "insensible" à l'entaille est également tracée. Dans ce cas, on considère que la rupture intervient lorsque la contrainte calculée par rapport à la section travaillante $\sigma = F/(w - a)$ est égale à la contrainte à rupture sans entaille.

Plaque	Matériau	Trous : ratios a/w					Entailles V : ratios a/w			
		0.2	0.25	0.3	0.4	0.5	0.2	0.3	0.4	0.5
6	2D	135.0	-	111.5	86.2	-	141.2	-	-	-
		138.3	-	95.1	85.4	-	131.9	-	-	-
4005	2D	-	99.2	95.6	79.1	66.4	-	99.8	94.4	-
		-	109.3	97.6	83.3	62.5	-	125.8	109.0	-
2002	UD	112.4	-	-	81.1	-	-	-	-	-
		99.9	-	-	83.4	-	-	-	-	-
2003	UD	-	-	-	-	-	127.2	-	105.9	-
		-	-	-	-	-	122.8	-	102.9	-

TABLE 5.2 – Contrainte à rupture (en MPa) mesurée pour chaque essai réalisé

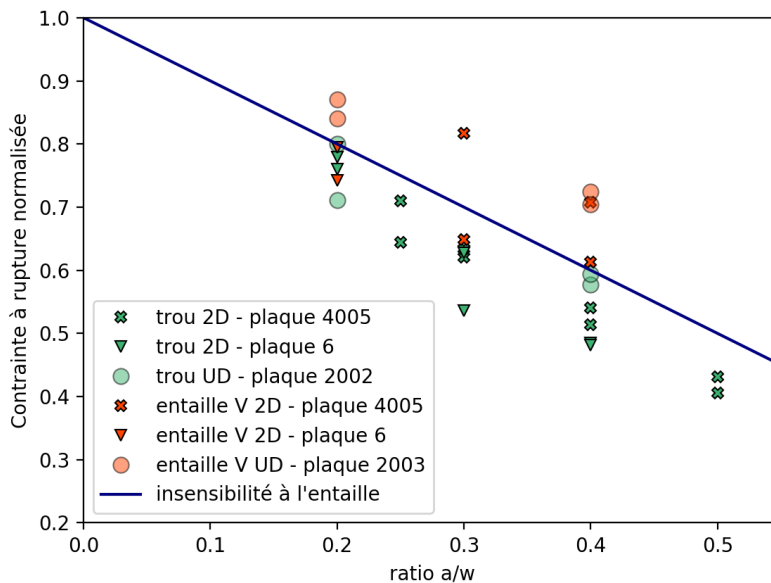


FIGURE 5.3 – Synthèse des contraintes à rupture mesurées pour chaque essai, en fonction du ratio a/w (largeur totale d'entaille sur largeur éprouvette). Les contraintes à rupture sont normalisées par rapport aux contraintes à rupture mesurées sur éprouvettes lisses.

Les deux matériaux semblent faiblement sensibles à l'entaille. On remarque également que les entailles en V ont un effet moins nocif que les trous sur les propriétés à rupture des deux composites oxyde/oxyde. Nous tenterons d'expliquer ces observations à travers l'analyse des essais dans un premier temps, puis une analyse numérique. Dans un premier temps, l'amorçage et la propagation d'endommagements macroscopiques seront identifiés pour les deux matériaux 2D et UD, en fonction de la géométrie d'entaille, et en fonction de la profondeur d'entaille. Etant donné le nombre d'essais et afin de faciliter la lecture, nous focaliserons l'étude du comportement 2D sur la plaque 4005 (qui démontre un taux volumique de fibre plus proche de l'UD étudié, ainsi qu'un niveau de contrainte

à rupture similaire sans entaille). De même, l'étude se concentrera sur les deux ratios "extrêmes" $a/w=0.2$ et 0.4 .

1.2 Comportement mécanique

La figure 5.4 illustre l'évolution de la contrainte appliquée à l'éprouvette en fonction du déplacement du mors mobile. Pour tous les essais, indépendamment du matériau ou de l'entaille, on observe une chute de charge brutale à la contrainte maximale, ce qui semble traduire que la rupture du stratifié est gouvernée par la rupture de fibres.

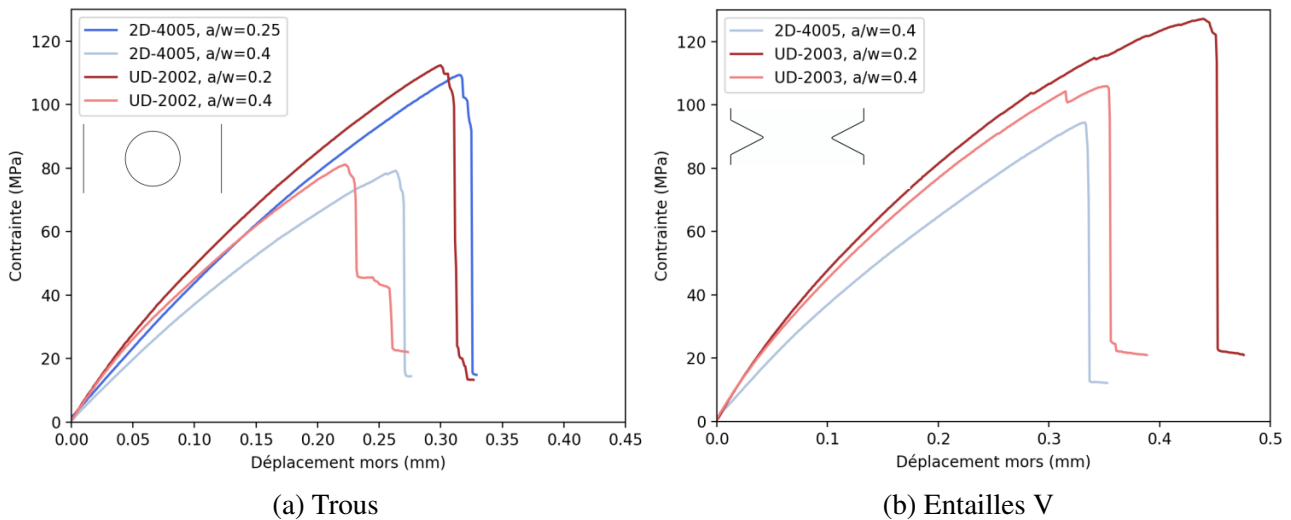


FIGURE 5.4 – Exemples d'évolution de la contrainte en fonction du déplacement du mors mobile, pour les deux géométries testées et pour les deux matériaux

En supposant que la raideur du montage est suffisamment grande face à la rigidité de l'éprouvette, le déplacement du mors mobile est considéré proportionnel à une déformation imposée de l'éprouvette. En faisant cette hypothèse, la tangente des courbes contrainte-déplacement est tracée en figure 5.5 de façon à mieux identifier les non-linéarités du comportement. Pour le matériau UD, tout comme pour les éprouvettes non entaillées, les non-linéarités sont les plus marquées en début d'essai. Une transition est observée à environ 40MPa pour les ratios $a/w=0.2$, et 35MPa pour les ratios $a/w=0.4$ (indépendamment de la géométrie d'entaille). La baisse de rigidité reste cependant marquée tout au long de l'essai. De façon analogue aux essais sur éprouvettes non entaillées, on retrouve un comportement plus linéaire pour le matériau 2D, avant la baisse progressive de rigidité. La perte de linéarité est mesurée à environ 30MPa pour les ratios $a/w=0.2$ et à 20MPa pour les ratios $a/w=0.4$.

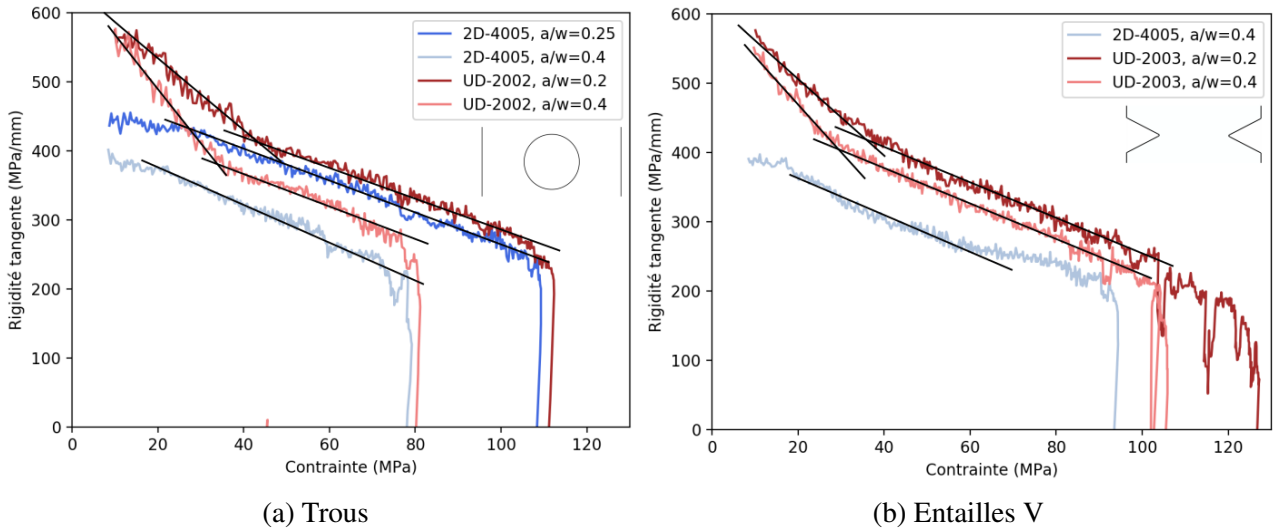


FIGURE 5.5 – Exemples d'évolution de la raideur tangente en fonction de la contrainte, pour les deux géométries testées et pour les deux matériaux

Ces courbes permettent une première analyse du comportement macroscopique. Cependant, les singularités générées par les entailles imposent l'étude locale du comportement mécanique. Cette étude a été effectuée à travers l'analyse des champs de déformations mesurés par corrélation d'image en surface d'éprouvette.

1.3 Étude des concentrations de déformations par corrélation d'image

Déformations résiduelles, UD. Des essais cyclés ont été réalisés pour le matériau UD. Les déformations résiduelles dans le sens de sollicitation en bord de concentration de contraintes ont en particulier été analysées après chaque cycle. On cherchera à identifier un moment pour lequel les déformations résiduelles ne sont plus homogènes au voisinage des concentrations de contraintes, censés révéler l'apparition d'un endommagement localisé. La figure 5.6 illustre les positions pour lesquelles les déformations résiduelles sont tracées en figure 5.7, pour les quatre géométries étudiées sur le matériau UD. Ces positions sont indiquées en millimètres à partir du bord d'entaille ou de trou.

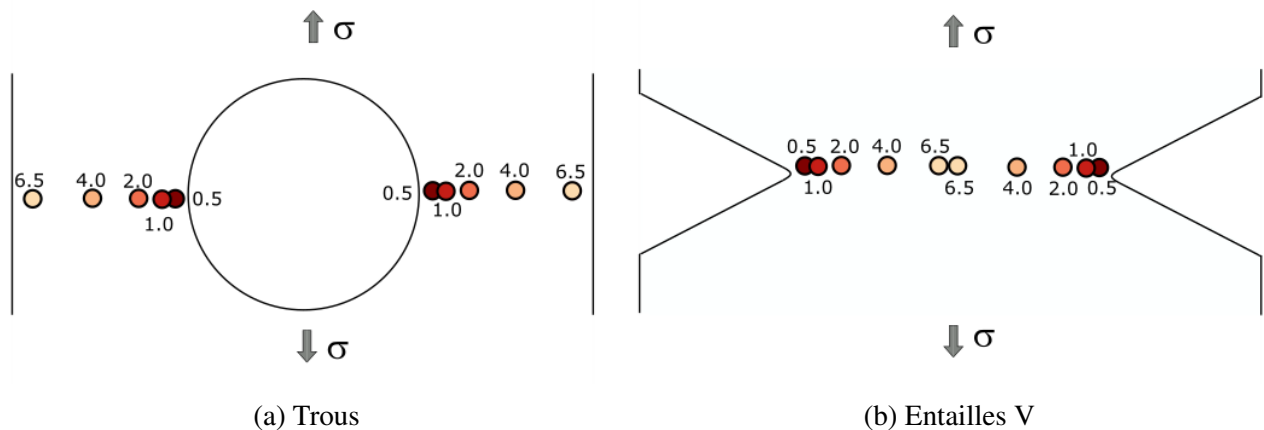


FIGURE 5.6 – Illustration des positions pour lesquelles les déformations résiduelles sont tracées en figure 5.7. Les positions sont indiquées en mm par rapport au bord d'entaille.

Sur la figure 5.7, l'erreur de mesure est également indiquée par le liserai gris. Enfin, l'axe d'abscisse est séparé en deux parties (première partie de 130 MPa à 0 MPa, et deuxième partie de 0 à 130 MPa) afin de pouvoir différencier facilement les déformations résiduelles de part et d'autre de l'entaille (à gauche ou à droite des trous, ou en bord de l'entaille gauche ou de l'entaille droite pour les entailles en V).

Pour une entaille en forme de trou avec un ratio $a/w=0.2$ (figure 5.7 a.), les déformations résiduelles sont relativement faibles en début d'essai (inférieures à l'erreur de mesure), et semblent évoluer de façon similaire à gauche et à droite du trou. Ces déformations résiduelles sont également uniformes indépendamment de la distance de mesure (différenciée par la couleur des courbes). Ces informations semblent attester que les déformations résiduelles sont peu perturbées par le trou, et peuvent témoigner d'un endommagement diffus de l'éprouvette en début d'essai. A partir d'un niveau de chargement compris entre 45MPa et 60 MPa, les déformations résiduelles à gauche du trou augmentent fortement, tandis que ces déformations n'augmentent plus voire diminuent en fin d'essai à droite du trou. Cela montre finalement qu'à ce stade, l'endommagement macroscopique du matériau devient localisé sur un côté de l'entaille et se propage progressivement, déchargeant la partie de l'éprouvette située de l'autre côté de l'entaille. La même analyse est proposée pour l'essai avec entaille en V au même ratio $a/w=0.2$ (figure 5.7 b). La transition entre endommagement diffus et endommagement localisé semble cependant s'opérer plus tard, entre 70MPa et 85MPa, ce qui montre une nouvelle fois que l'effet d'entaille lié à la géométrie des trous est plus importante que pour une géométrie d'entaille en V.

Pour les géométries de ratio $a/w = 0.4$, (figure 5.7 b. et d.), cette transition endommagement diffus-endommagement localisé n'est pas observée. Globalement, les déformations résiduelles augmentent tout au long de l'essai pour toutes les zones analysées, de part et d'autre pour le trou, et au niveau des deux bords d'entaille pour l'entaille en V. Notons cependant que, pour le trou, les déformations résiduelles ne sont pas symétriques (on note d'ailleurs une augmentation des déformations résiduelles à gauche du trou entre 48MPa et 60MPa, niveau de chargement similaire auquel la transition endommagement diffus-localisé est observée pour le ratio $a/w=0.2$), contrairement à l'entaille en V pour lesquelles les déformations résiduelles semblent symétriques.

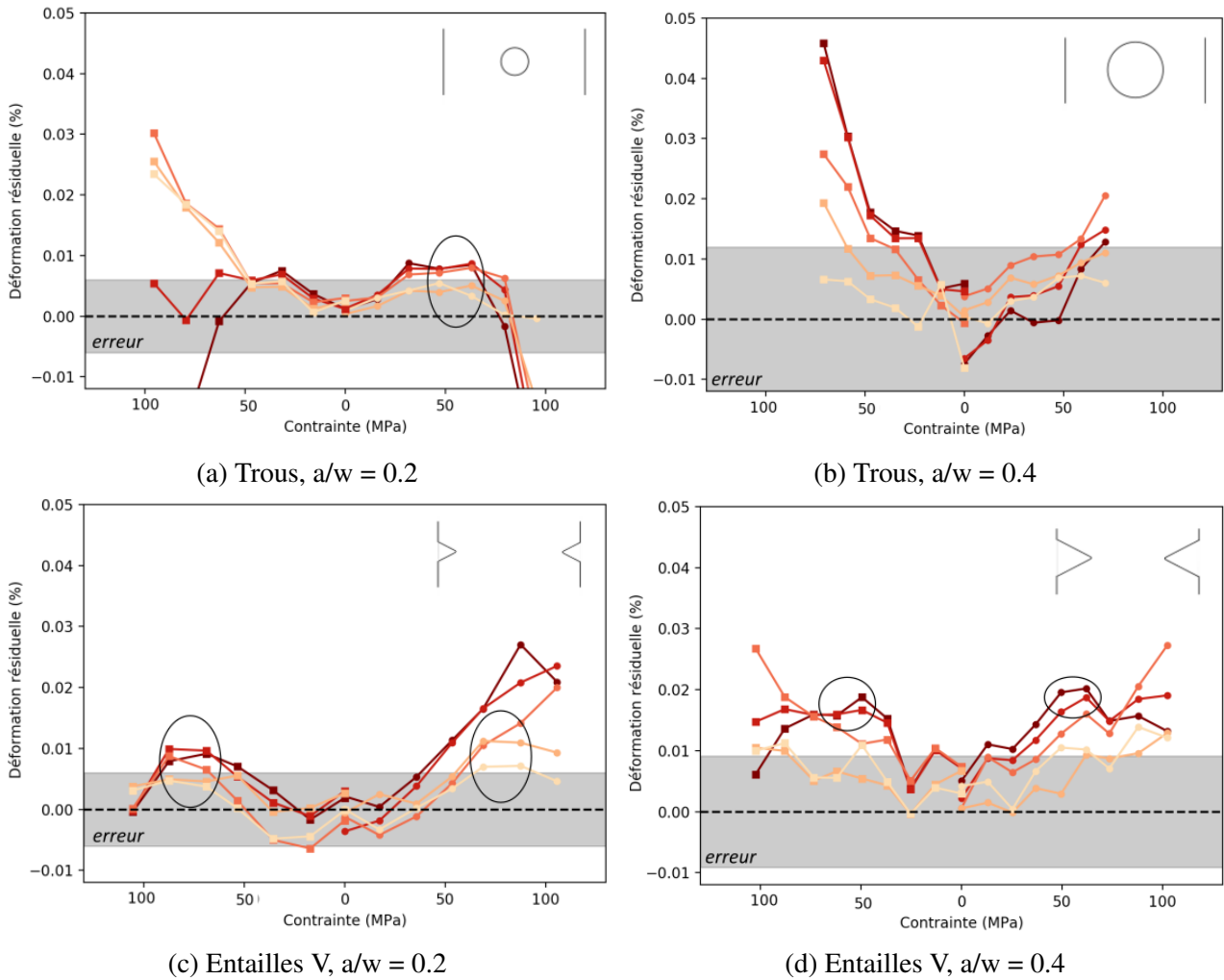


FIGURE 5.7 – Déformations résiduelles dans l'axe de chargement, à différentes distances de l'entaille pour le matériau UD

Evolution des déformations au cours du chargement. Nous nous attacherons ici à mesurer l'évolution de distances et surfaces caractéristiques définies de la façon suivante : la distance d_0 est la distance à partir de l'entaille pour laquelle la déformation dans l'axe de chargement est supérieure à la déformation à rupture sur éprouvette non entaillée (figure 5.8). La surface S_0 est définie de façon similaire : il s'agit de la surface en située en bord d'entaille pour laquelle la déformation dans l'axe de chargement est supérieure à la déformation à rupture sur éprouvette non entaillée.

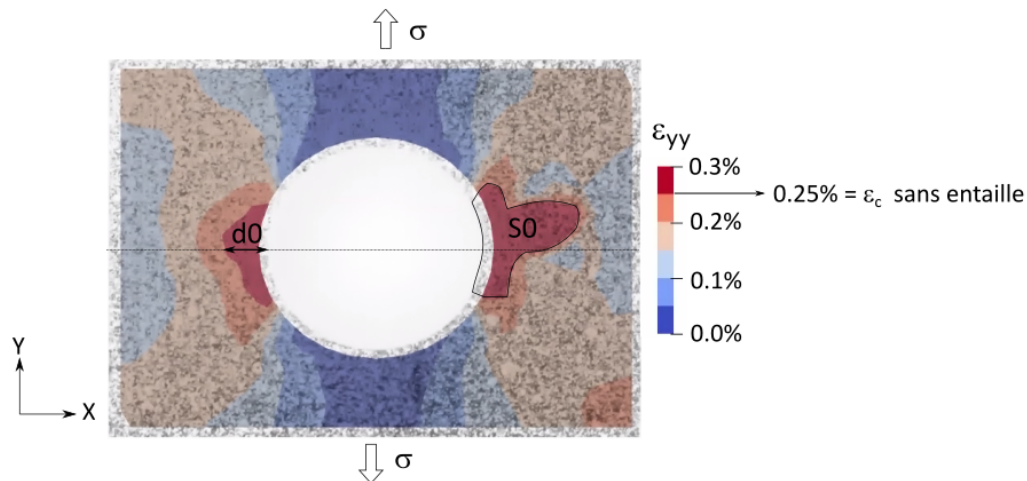


FIGURE 5.8 – Exemple d'une éprouvette UD trouée illustrant la mesure des distances d_0 et des surfaces S_0 à l'aide des champs de déformations mesurés par corrélation d'image i) d_0 : distance à partir de l'entaille pour laquelle la déformation dans l'axe de chargement est supérieure à la déformation à rupture d'une éprouvette sans entaille (0.25% pour l'UD) et ii) S_0 : surface localisée en bord d'entaille pour laquelle la déformation dans l'axe de chargement est supérieure à la déformation à rupture d'une éprouvette sans entaille

La figure 5.9 s'intéresse à l'évolution de la distance d_0 en fonction du chargement pour les essais monotones. Pour une meilleure lisibilité, des interpolations linéaires sont tracées. Pour les trous, l'évolution de la distance d_0 de part et d'autre du trou est tracée, ce qui explique la présence de deux courbes pour un essai.

Pour les graphes de la figure 5.9, deux régimes peuvent être identifiés sur l'évolution de la distance d_0 . Pour le matériau UD, les niveaux de chargement à partir desquels les distances d_0 ou surface S_0 deviennent non nulles sont cohérents avec ceux pour lesquels on observe la transition endommagement diffus - endommagement localisé identifié par l'analyse des déformations résiduelles. L'augmentation de la distance d_0 s'accélère ensuite à environ 73MPa et 95MPa pour les trous (respectivement pour les ratios $a/w=0.2$ et $a/w=0.4$). Cette transition s'effectue plus tard pour les entailles en V à ratio $a/w=0.2$ (environ 103MPa), mais n'est pas observée pour le ratio $a/w=0.4$. L'évolution de la distance d_0 pourrait donc marquer la transition entre un domaine où l'endommagement macroscopique se propage progressivement, et un domaine où l'endommagement macroscopique se propage brutalement jusqu'à rupture. Des tendances similaires sont observées pour le matériau 2D. Il semble cependant que "l'activation" de la distance d_0 soit retardée d'environ 4 à 5 MPa pour les deux ratios a/w des éprouvettes trouées. Une transition entre propagation progressive et propagation instable est cependant moins marquée. Notons finalement que, pour les entailles, les distances caractéristiques mesurées à rupture sont plus importantes pour les deux matériaux. La distance d_0 mesurée est par exemple de 14mm pour l'entaille en V sur UD pour un ratio $a/w=0.2$, tandis qu'elle est d'environ 7mm pour un trou. Cela montre à nouveau que la concentration de contrainte générée par les entailles en V autorise un développement plus important de l'endommagement.

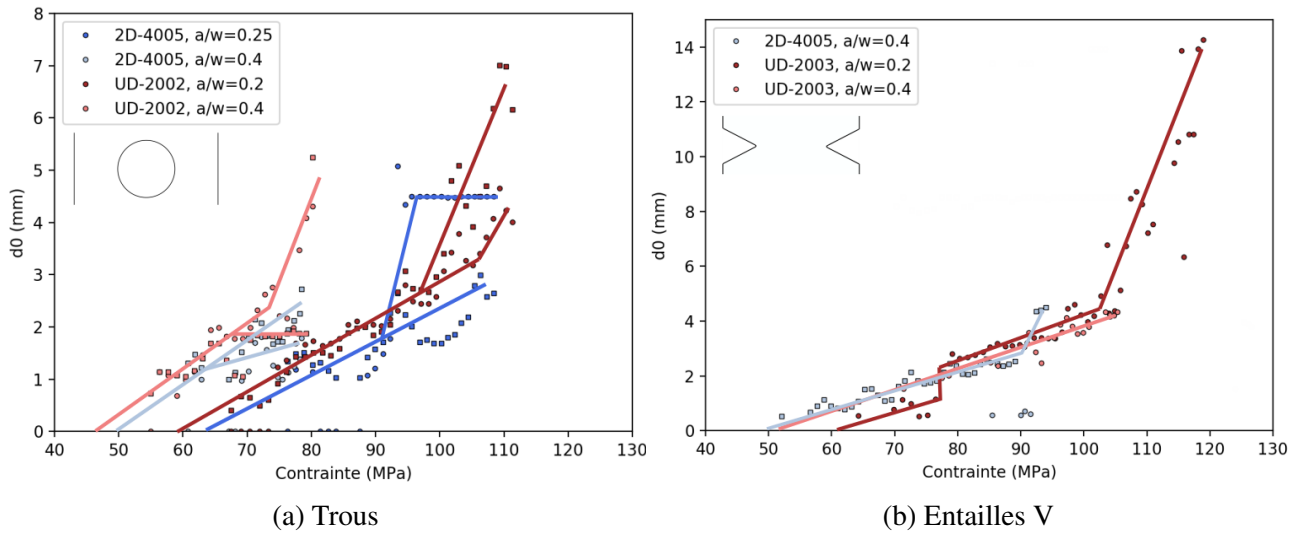


FIGURE 5.9 – Évolution en fonction du chargement de la longueur sur laquelle la déformation mesurée est supérieure ou égale à la rupture d'une éprouvette non entaillée (cf. exemple en figure 5.8)

Une analyse similaire des graphes de la figure 5.10 démontre la même identification de deux stades d'endommagement, la surface S_0 évoluant de façon linéaire par rapport à la contrainte en fin d'essai. Cette analyse permet également d'identifier une transition pour l'essai sur éprouvette à entaille en V à environ 83 MPa, qui n'est pas identifiable sur le graphe 5.9 b. Tout comme pour la distance caractéristique d_0 , la surface S_0 mesurée à rupture est plus développée pour le matériau UD que pour le matériau 2D. Il semble que, malgré des niveaux de contrainte à rupture similaires, le matériau UD autorise une propagation d'endommagement plus importante que la matériau 2D, pour lequel l'endommagement semble localisé en bord d'entaille.

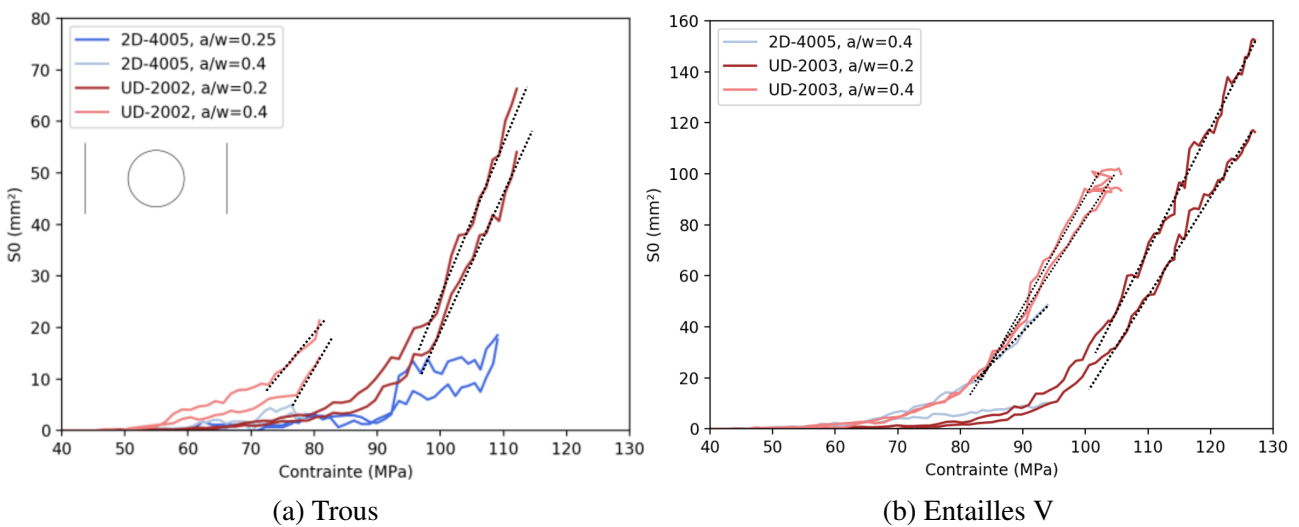


FIGURE 5.10 – Mesure de la surface en bord d'entaille pour laquelle la déformation mesurée est supérieure ou égale à la rupture d'une éprouvette non entaillée (cf. exemple en figure 5.8)

L'évolution de la rigidité des éprouvettes ainsi que les champs de déformation en surface d'éprouvette ont donc amené à identifier différents stades d'endommagement. Ces derniers seront par la suite synthétisés et comparés à l'énergie acoustique libérée par l'endommagement du matériau.

1.4 Comparaison des domaines d'endommagement

Quatre domaines d'endommagement pour chaque géométrie et profondeur d'entaille ont été mis en évidence grâce à l'étude expérimentale effectuée. Ces quatre domaines sont synthétisés sur les graphes de la figure 5.11, et sont délimités par les étoiles marquées *, **, et ***.

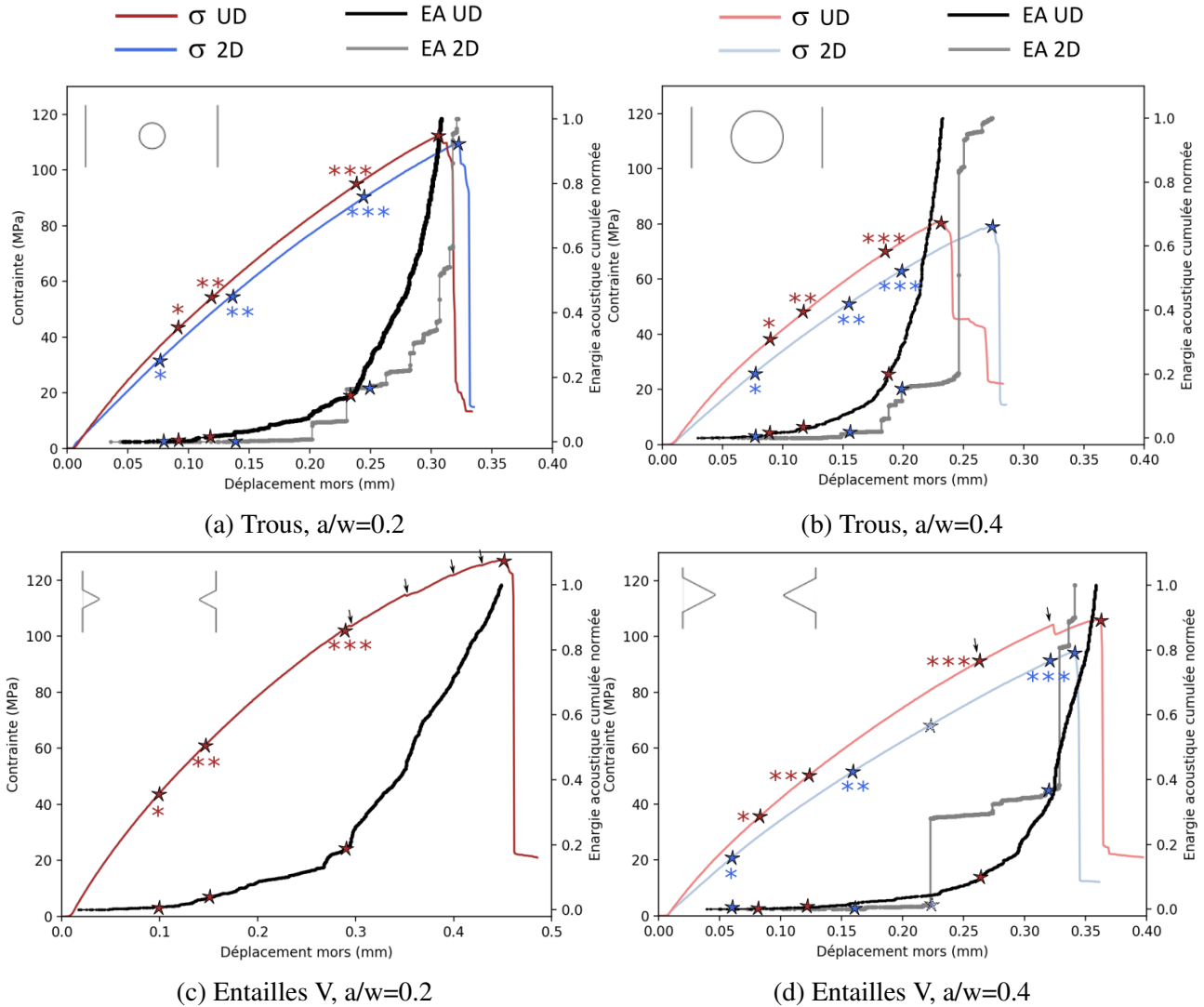


FIGURE 5.11 – Synthèse des différents stades d'endommagement observés après l'étude expérimentale

Pour le matériau UD, les quatre domaines sont les suivants :

- i) Le premier domaine correspond à un endommagement matriciel diffus peu perturbé par la présence d'entaille. L'analyse des champs de déformations par corrélation d'image montre que les déformations résiduelles sont homogènes sur toute la section de l'entaille. La fin de ce domaine noté * est marqué par une transition entre une chute importante de la rigidité tangente et une baisse plus modérée.
- ii) Le second domaine correspond à une transition entre un endommagement diffus et endommagement localisé. Cette dernière dénomination fait référence au fait qu'à la fin de ce stade (noté ** sur les graphes), une dissymétrie marquée du champs de déformation apparaît pour certains essais. L'endommagement semble alors favorisé d'un côté donné du trou (ou au voi-

sinage d'une des deux entailles pour les entailles en V). Le graphe 5.11 montre également que ce stade d'endommagement est souvent caractérisé par le début d'une activité acoustique plus énergétique (surtout observable sur les graphes a., b., et c.), bien que l'énergie acoustique libérée soit bien inférieure l'énergie totale mesurée en fin d'essai. Enfin, ce domaine d'endommagement marque l'apparition de déformations locales importantes, supérieures aux niveaux de déformation à rupture mesurée sur éprouvettes non entaillées. Ce domaine pourrait donc marquer le début de la rupture progressive de fibres.

- iii) Le troisième domaine d'endommagement (entre les marqueurs ** et ***) marque le début d'une propagation plus importante de l'endommagement macroscopique, principalement observée par corrélation d'image. A ce stade, l'endommagement matriciel est saturé et la matrice ne peut plus assurer la redistribution des concentrations de contraintes de bord d'entaille. La profondeur d'entaille joue un rôle important puisqu'on observe que l'augmentation de la longueur d_0 ou de la surface S_0 est effectivement gouverné par le ratio a/w (figure 5.12). La géométrie d'entaille a cependant peu d'effet sur la cinétique d'évolution de d_0 , mais gouverne le niveau de chargement pour lequel on observe la transition entre les domaines 3 et 4.
- iv) Enfin, le quatrième et dernier domaine d'endommagement est marqué par l'accélération de l'endommagement macroscopique, qui a principalement été étudié à travers l'étude des longueurs et surfaces caractéristiques d_0 et S_0 . Ce dernier stade amène à la rupture des éprouvettes dont le caractère brutal semble démontrer que la dégradation finale est gouvernée par la rupture de fibres. Contrairement aux domaines précédents, la géométrie d'entaille semble ici jouer un rôle majeur, puisque les entailles en V autorisent un développement bien plus important de l'endommagement avant apparition de la rupture, en comparaison aux trous. On observe par ailleurs des sauts de charge plus ou moins marqués lors de ce stade pour les entailles en V (marquées par les flèches sur les graphes c. et d.), ce qui n'est pas observé pour les trous. Enfin, notons également que ce dernier domaine est souvent caractérisé par une accélération marquée de l'énergie acoustique cumulée, pour laquelle on observe un changement de pente sur les courbes (graphes a, b, c).

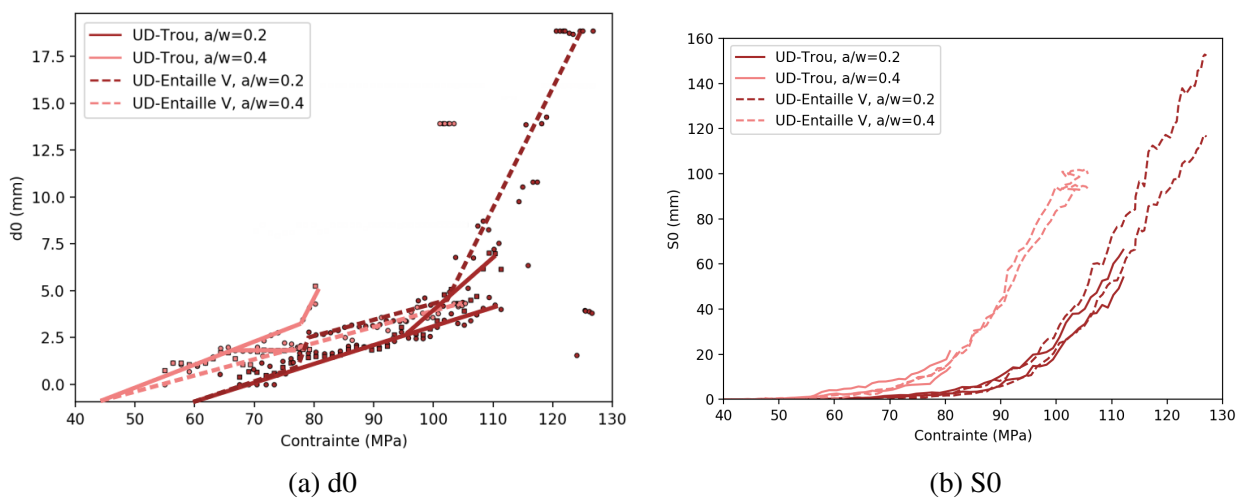


FIGURE 5.12 – Comparaison de l'évolution de d_0 et S_0 pour le matériau UD, en fonction des géométries et profondeur d'entailles

Une analyse similaire est proposée pour le matériau 2D. Bien que la nature des trois derniers

domaines d'endommagement soient similaires, le premier domaine est différent.

- Le premier domaine est un domaine de linéarité pour le matériau 2D. Cette différence de comportement entre les matériaux UD et 2D a déjà été abordée, et se répercute également sur le comportement d'éprouvettes entaillées. La profondeur d'entaille ainsi que la géométrie semblent jouer sur ce domaine, puisque l'apparition de non-linéarités macroscopiques est observée plus tôt pour l'entaille que pour le trou (respectivement 20MPa et 25MPa à iso ratio $a/w=0.4$), et logiquement plus tôt lorsque le diamètre de trou est plus élevé (30MPa et 25MPa respectivement pour $a/w=0.2$ et $a/w=0.4$).
- Le second domaine est marqué par l'apparition de non linéarités dans la réponse macroscopique des éprouvettes, générant une activité acoustique très faiblement énergétique.
- Tout comme pour le matériau UD, le troisième domaine est caractérisé par la propagation progressive d'un endommagement macroscopique qui a principalement été caractérisé par l'étude des longueurs et surfaces caractéristiques d_0 et S_0 . Le niveau de contrainte à initiation de ce troisième domaine est similaire pour les deux matériaux, même si la transition entre domaine 3 et 4 (noté ***) semble intervenir plus tôt pour le matériau 2D. Notons qu'il existe une incertitude importante quant à la transition entre domaine 3 et 4 pour la géométrie d'entailles en V à $a/w=0.4$.
- Enfin, tout comme pour le matériau UD, le quatrième domaine est caractérisé par l'accélération de l'endommagement macroscopique détecté par corrélation d'image. Même si le développement de l'endommagement est plus confiné pour le matériau 2D (on mesure généralement d_0 et S_0 plus faibles), le niveau de contrainte auquel la rupture intervient est généralement proche de celle mesurée pour l'UD.

Finalement, l'effet d'entaille dans les deux matériaux oxyde/oxyde 2D et UD a été analysé expérimentalement. Les deux matériaux démontrent une faible sensibilité à l'entaille, toutefois plus importante pour le matériau 2D. L'analyse expérimentale a également permis de proposer l'existence de quatre domaines d'endommagement, dont l'effet de la géométrie d'entaille, la profondeur d'entaille, et la nature du matériau ont été discutés. L'analyse des différents stades d'endommagement a principalement reposé sur l'étude des déformations en bord d'entaille et en surface d'éprouvette. Il serait donc intéressant d'étudier si l'utilisation du modèle d'endommagement proposé aux chapitres 3 et 4 permet également une bonne description des champs de déformations.

2. Modélisation numérique

Le modèle de pli élémentaire étant écrit pour le matériau UD, nous nous intéresserons dans ce paragraphe au comportement du matériau UD. Dans le cas de calculs sur éprouvettes non entaillées, la rupture peut être identifiée en post-traitement (comme effectué lors du chapitre 4) en utilisant un critère de rupture en contrainte ou déformation maximale, si on considère que la rupture du stratifié est gouvernée par la rupture des plis 0° . Cependant, lorsque des singularités géométriques génèrent des concentrations de contrainte, la satisfaction du critère de rupture dans les zones singulières n'entraîne pas directement la rupture du stratifié. Il est donc nécessaire de prendre en compte la rupture progressive des plis sollicités dans le sens fibre. L'adoucissement de la réponse mène cependant à des problèmes numériques qu'il convient de régulariser. Avant de comparer les résultats d'essais et

de calcul, le modèle de rupture sens fibre sera rappelé, et la méthode de régularisation utilisée sera décrite.

Rappelons dans un premier temps les équations utilisées pour modéliser la rupture progressive dans le sens fibre.

Rappel des équations pour la rupture sens fibre. Ce mode de rupture est activé par un critère en déformation maximale (équation 5.1).

$$f_1 = \left(\frac{\langle \epsilon_{11} \rangle_+}{X_1} \right)^2 \geq 1 \quad (5.1)$$

La variable d'endommagement D_1 associée est ensuite calculée par l'équation 5.2.

$$D_1 = \beta_1 (\sqrt{f_1} - 1) \quad (5.2)$$

où β_1 est un paramètre à identifier pilotant l'augmentation de D_1 , et ainsi la vitesse de dégradation des propriétés. Le tenseur d'effet associé est décrit par l'équation 5.3.

$$H_{D_1}^{eff} = \begin{bmatrix} \eta_1 h_{D_1} S_{11}^0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (5.3)$$

où on posera $h_{D_1}=1$, et où $\eta_1=1$ si $\sigma_{11}>0$, et $\eta_1=0$ sinon. Finalement, la variation de souplesse associée à ce mode d'endommagement s'écrit selon l'équation 5.4.

$$\Delta \tilde{S}(D_1) = D_1 H_{D_1}^{eff} \quad (5.4)$$

Une étude 1D est proposée en figure 5.13 pour évaluer le comportement post-rupture en fonction de la valeur du coefficient β_1 .

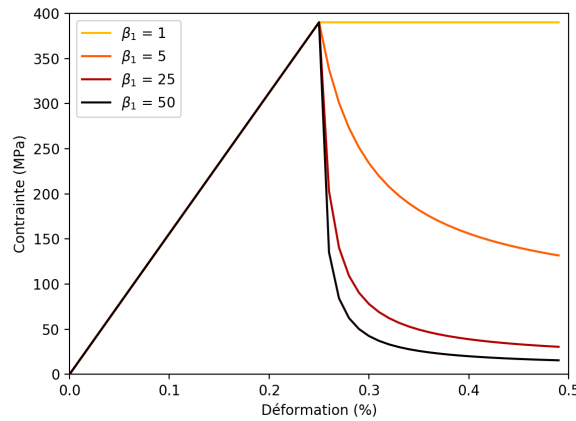


FIGURE 5.13 – Etude 1D de l'évolution contrainte-déformation d'un pli sollicité dans l'axe des fibres, en fonction du paramètre β_1

Régularisation du problème numérique. L'adoucissement de la loi de comportement conduit à des problèmes numériques, qui ont pour effet principal d'introduire une dépendance des résultats par rapport au maillage (par exemple la taille, le type, ou l'orientation des éléments).

Plusieurs techniques existent afin de régulariser ce problème. Une première méthode, appelée régularisation non locale, consiste à supposer que l'état d'endommagement en un point donné dépend de l'état d'endommagement des points voisins [Pee96]. En pratique, la méthode non locale permet de maîtriser le gradient spatial d'une variable d'endommagement ou d'une force motrice, à travers la réécriture d'un élément fini spécifique. Une autre méthode courante consiste à régulariser le problème non plus spatialement, mais temporellement [Lad00]. Le principe consiste à limiter la vitesse à laquelle une variable d'endommagement augmente. On parle de modèle à taux d'endommagement limité, ou modèle à effet retard. Nous choisirons cette technique qui présente l'avantage d'être relativement simple à mettre en oeuvre. La valeur de la variable D_1 est recalculée implicitement à chaque incrément de temps par l'équation 5.5.

$$\dot{D}_1 = \frac{1}{\tau_c} \left(1 - \exp(-a(\langle D_1^t - D_1 \rangle_+)) \right) \quad (5.5)$$

où τ_c et a sont deux paramètres à identifier. Nous poserons $a=1$, valeur couramment utilisée [Mar10; Ger20], ce qui permet de réécrire l'équation 5.5 de façon explicite (équation 5.6).

$$D_1^{visc} = \frac{D_1^t + \frac{\tau_c}{\Delta t} D_1^{t-1}}{1 + \frac{\tau_c}{\Delta t}} \quad (5.6)$$

où Δt est le pas de temps de calcul, D_1^{visc} la valeur de la variable d'endommagement avec effet retard (donc prise en compte pour le calcul des propriétés à l'instant t), D_1^t la valeur de la variable d'endommagement calculée sans effet retard, et D_1^{t-1} la valeur de la variable d'endommagement calculée au pas de temps précédent.

Deux paramètres sont donc à identifier : i) τ_c , paramètre de l'effet retard et ii) β_1 paramètre pilotant la vitesse de dégradation des propriétés. L'identification de ces deux paramètres est délicate. Une valeur élevée de τ_c permet d'assurer une bonne régularisation des problèmes de localisation, au

risque d'introduire un effet visqueux trop important et indésirable. Au contraire, une valeur élevée de β_1 permettrait de retrouver la rupture brutale observée expérimentalement, tout en augmentant les difficultés numériques liées au comportement adoucissant.

Identification du couple (τ_c, β_1) . Ces deux paramètres sont nécessairement identifiés à partir de résultats empiriques. Les configurations $a/w=0.4$ ont été utilisées pour cette identification. La figure 5.14 illustre les couples (τ_c, β_1) permettant de retrouver numériquement les contraintes maximales mesurées expérimentalement. La relation entre β_1 et τ_c semble linéaire sur le domaine étudié, et ne permet pas d'identifier un couple unique (τ_c, β_1) . Il serait intéressant de choisir une valeur β_1 suffisamment faible, de sorte que la viscosité numérique introduite soit la plus faible possible. Cela permettrait également de réduire l'écart des paramètres τ_c nécessaires pour le recalage aux résultats expérimentaux pour les deux géométries. Une valeur β_1 trop faible a cependant peu de sens physique puisque la chute de charge après avoir atteint la contrainte maximale devient excessivement progressive (figure 5.13). Une valeur suffisamment importante est donc nécessaire afin de retrouver une chute de charge marquée comme cela a été observé expérimentalement.

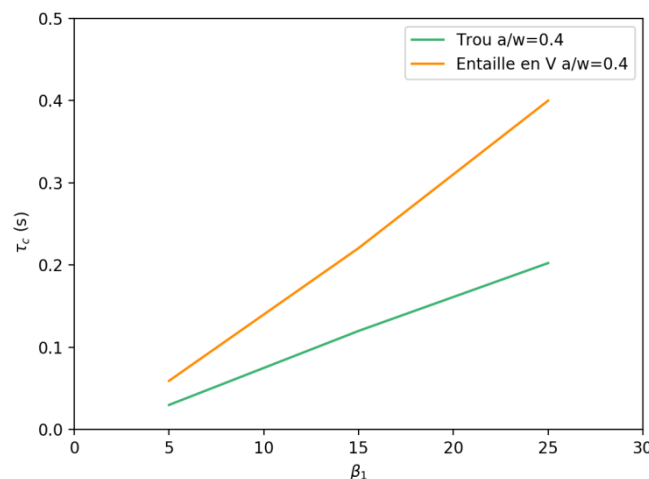


FIGURE 5.14 – Identification des couples (τ_c, β_1) permettant de recalcr les contraintes à rupture mesurées expérimentalement

Nous poursuivrons la stratégie d'identification des paramètres sur éprouvettes trouées, et choisirons par la suite de considérer un paramètre β_1 égal à 25, et un effet retard tel que $\tau_c=0.2s$.

Cas de l'endommagement matriciel. En théorie, la variable d'endommagement $\bar{\rho}$ devrait être également régularisée puisque l'hypothèse de contrainte constante après apparition de la première fissure transverse peut entraîner un adoucissement de la loi de comportement, selon l'orientation des fibres. Il n'a cependant pas été observé de différence marquée dans la réponse macroscopique ou dans l'évolution de $\bar{\rho}$ lorsque la taille des éléments du maillage varie. Cette observation sera détaillée par la suite. Aucune régularisation pour la modélisation de l'endommagement matriciel n'a donc été appliquée.

Validation de l'indépendance des résultats vis-à-vis de la taille de maille. Les paramètres du modèle méso ont été identifiés avec la méthode multi-échelle mise en place dans les chapitres 3 et 4 (à l'exception des paramètres pour la rupture sens fibre), à l'aide de sollicitation virtuelles sur cellules

micro avec les paramètres suivants : $TV_f=39\%$, $\rho_{micro}=0.035$, $TV_\mu=39\%$, et $TV_M=3\%$ (caractéristiques morphologiques des plaques 2002 et 2003). Les paramètres du modèle méso utilisés pour ce chapitre sont listés dans l'annexe C. La comparaison des résultats de calcul avec les paramètres identifiés par rapport aux essais sur éprouvettes lisses des plaques 2002 et 2003 (plaques UD étudiées dans ce chapitre) est illustrée par la figure 5.15.

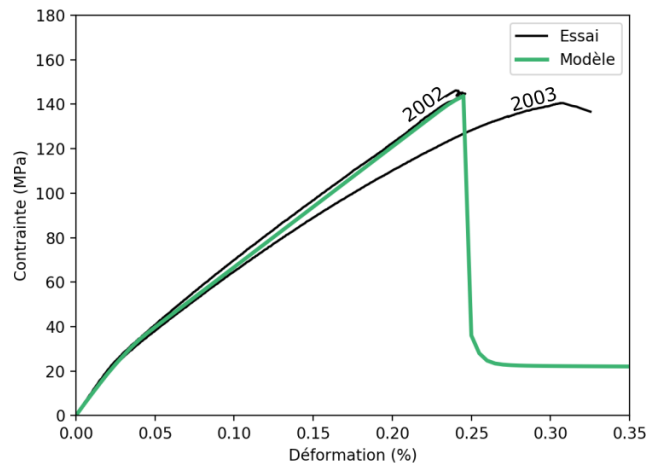


FIGURE 5.15 – Comparaison essai-calcul pour les éprouvettes lisses des plaques 2002 et 2003 (sans effet retard)

La bonne similitude entre les courbes expérimentales et les résultats du modèle valide l'identification des paramètres. Le modèle a donc été appliqué au cas d'une éprouvette trouée à $a/w=0.4$ pour deux maillages différents (figure 5.16). En bord de trou, une longueur d'élément de 0.06mm dans l'axe x a été utilisée pour le premier maillage, et une longueur deux fois plus importante de 0.12mm pour le second maillage. Dans les deux cas, des éléments cubiques de premier ordre (8 noeuds) avec un élément par épaisseur de pli sont utilisés. La figure 5.17 compare la réponse macroscopique pour les deux maillages, avec et sans effet retard. Les résultats d'essais sont également tracés. Pour cette figure, l'évolution de la contrainte est tracée en fonction des déformations mesurées par les extensomètres sur les deux tranches des éprouvettes pour les essais (ce qui explique la présence de deux courbes), et d'un extensomètre "virtuel" pour le calcul (cf. figure 5.16.)

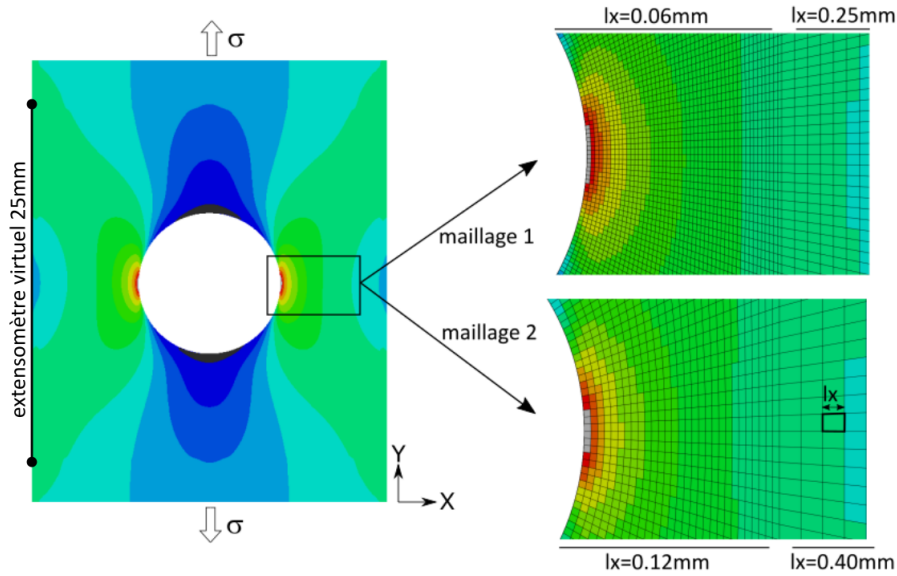


FIGURE 5.16 – Maillages utilisés pour valider l'indépendance des résultats à la taille de maille

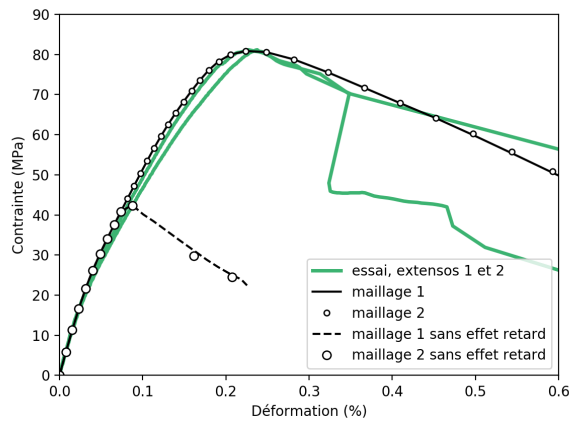
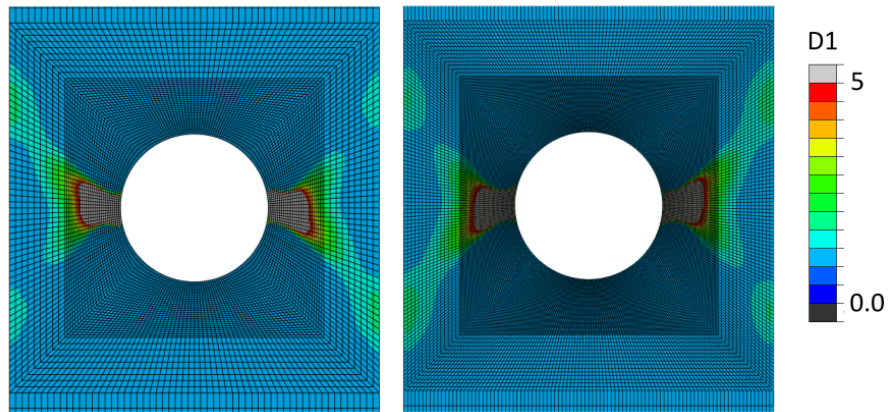
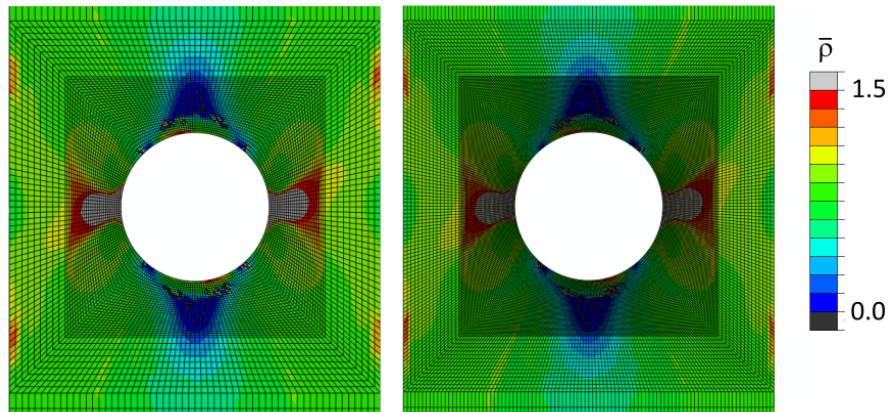


FIGURE 5.17 – Similarité de la réponse macroscopique d'une éprouvette trouée à $a/w=0.4$ pour les deux maillages étudiés ($\beta_1=25$, $\tau_c=0.2s$)

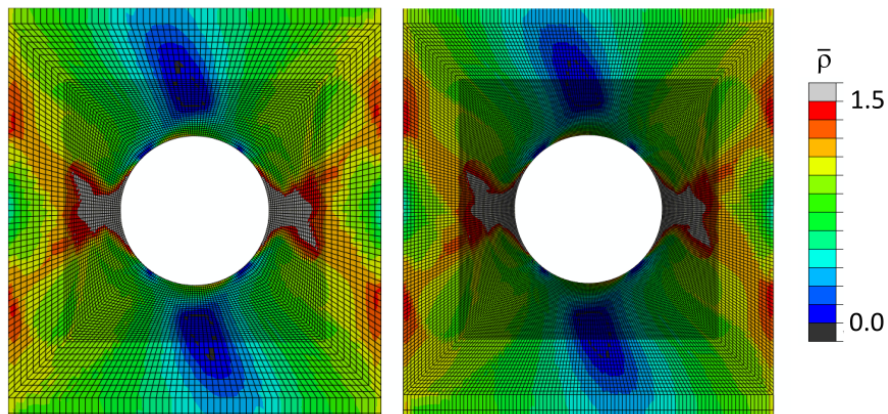
La réponse macroscopique (figure 5.17) démontre une bonne indépendance à la taille de maille. L'introduction de l'effet retard permet également une bonne similarité entre les courbes de résultats expérimentaux et numériques. La cartographie de différentes variables d'endommagement selon l'orientation du pli (figure 5.18) démontre également la bonne indépendance des résultats par rapport à la taille de maille. D'autres types d'éléments (tétraèdres ou éléments de second ordre) pourraient être utilisés pour confirmer l'indépendance des résultats au maillage. Le second maillage (éléments de taille plus importante pour réduire le temps de calcul) sera utilisé pour les prochains résultats présentés.



(a) D_1 pli 1 (0°)



(b) $\bar{\rho}$ pli 2 (90°)



(c) $\bar{\rho}$ pli 3 (45°)

FIGURE 5.18 – Comparaison des variables d'endommagement D_1 et $\bar{\rho}$ à contrainte maximale et selon l'orientation des plis, pour les deux maillages considérés

Outre la comparaison des résultats pour différentes tailles de maille, la figure 5.18 montre que l'endommagement matriciel ou sens fibre (ie. pour les trois cartographies présentées) est localement plus important en bord d'éprouvette. Cet effet est également décrit par la figure 5.19 qui démontre que l'initiation de l'endommagement sens fibre s'initie en bord d'éprouvette en "parallèle" de la propagation d'endommagement en bord de trou. Par ailleurs, le niveau de chargement pour lequel l'endommagement sens fibre s'initie en bord d'éprouvette (93% de la charge maximale) est proche de la transition entre les domaines d'endommagement 3 et 4 (marqué *** sur les graphes de la figure 5.11).

Au delà de la géométrie d'entaille, la rupture des éprouvettes trouées pourraient donc être également liée à des effets de bord. Des essais sur éprouvettes trouées, aux mêmes ratios a/w avec une largeur d'éprouvette w plus importante seraient intéressants afin d'observer l'effet d'échelle, et analyser si le dernier domaine d'endommagement identifié expérimentalement est retardé lorsque w augmente.

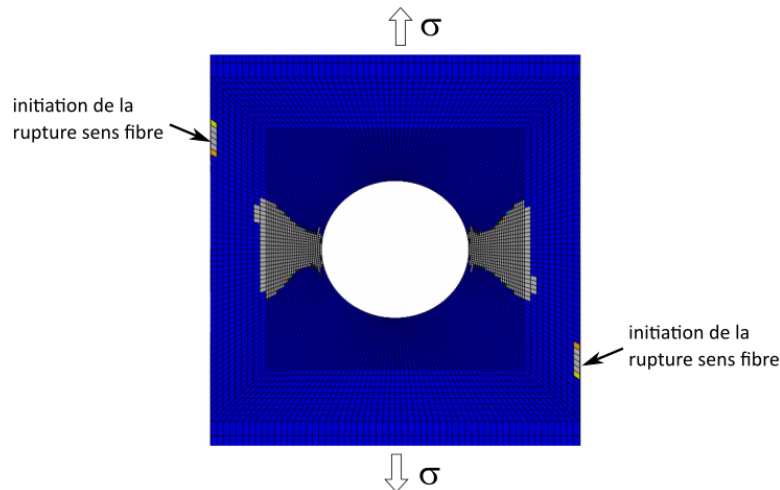


FIGURE 5.19 – Initiation de l'endommagement sens fibre en bord d'éprouvette pour les plis 0° à 93% du niveau de chargement maximal (bleu : endommagement sens fibre non activé, gris : endommagement sens fibre activé)

Afin de confirmer la bonne corrélation entre résultats d'essais et calculs, les champs de déformations mesurés en bord d'entaille obtenus par calcul ou par corrélation d'image seront comparés.

Comparaison des champs de déformations. Les figures 5.20 et 5.21 comparent les champs de déformation mesurés par corrélation d'image en surface d'éprouvette et calculés avec le modèle d'endommagement pour les trous et les entailles en V, avec un ratio profondeur d'entaille / largeur d'éprouvette de 0.4. Les deux niveaux de contraintes présentés sont choisis tels que le niveau de chargement de situe dans les domaines 2 et 3 des domaines d'endommagement définis.

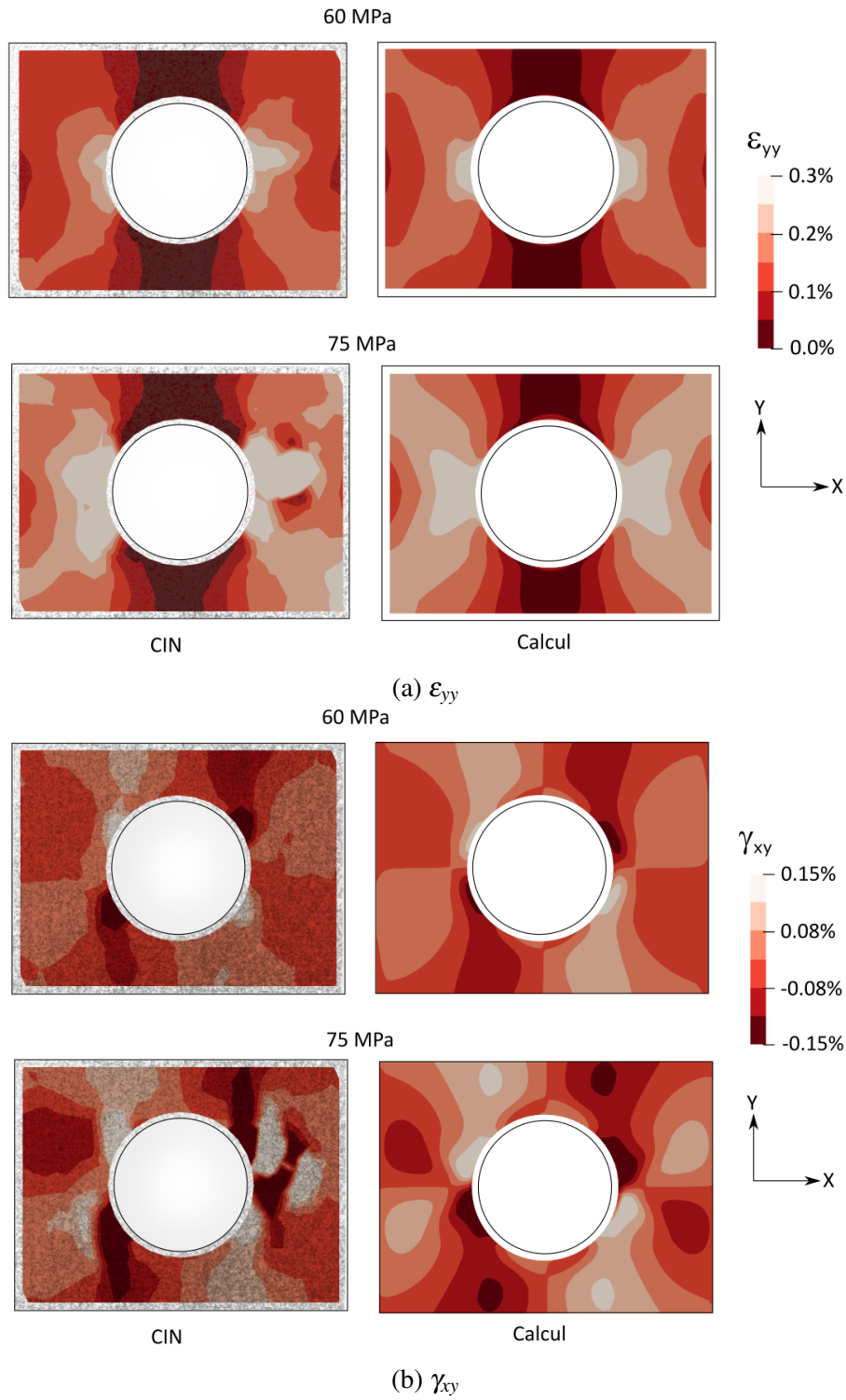


FIGURE 5.20 – Comparaison des champs de déformation mesurés par corrélation d'image et calculés en utilisant le modèle d'endommagement de pli UD, pour la configuration trou $a/w=0.4$

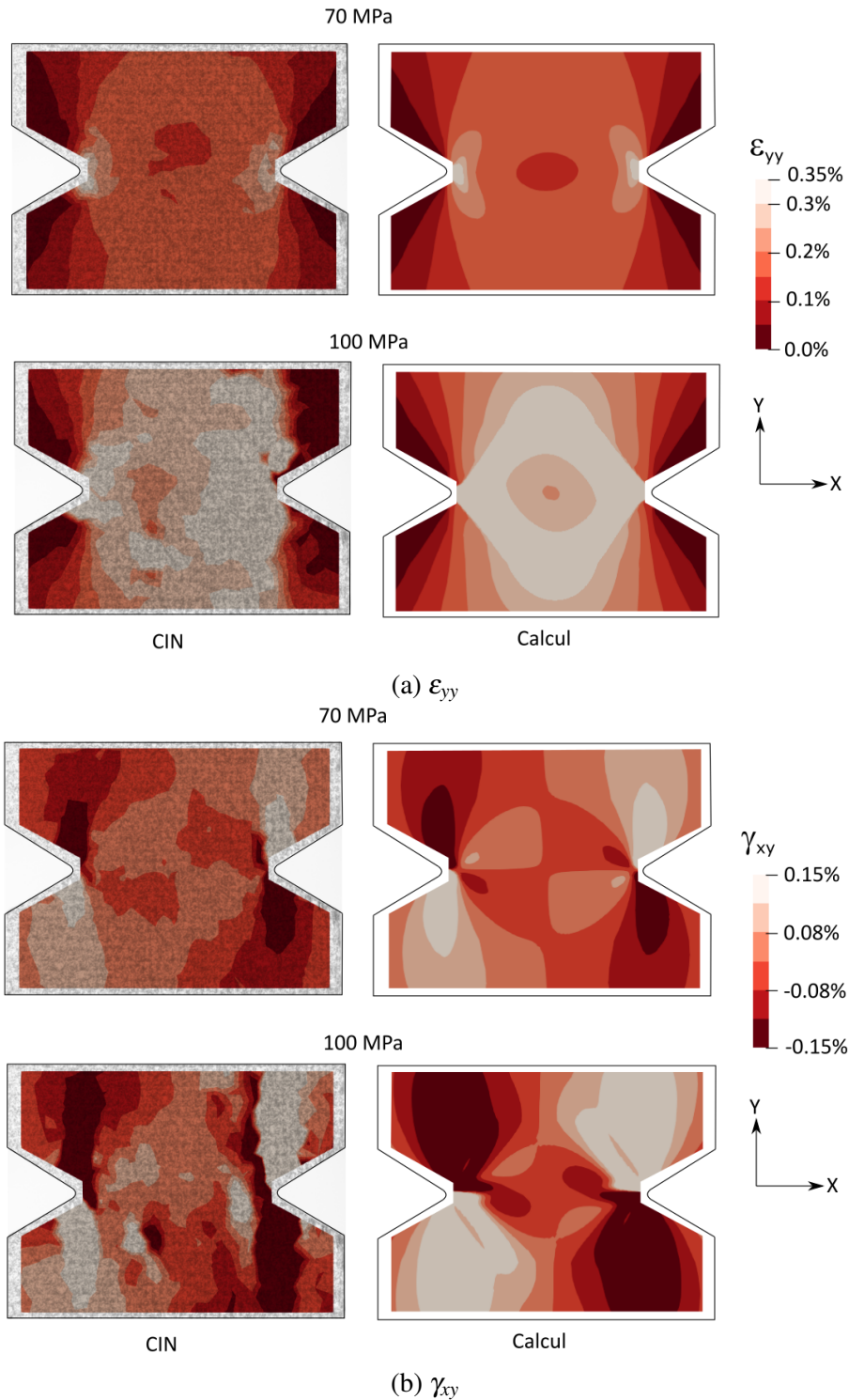


FIGURE 5.21 – Comparaison des champs de déformation mesurés par corrélation d'image et calculés en utilisant le modèle d'endommagement de pli UD, pour la configuration entailles $a/w=0.4$

Une bonne corrélation est observée entre les résultats de calcul et les résultats d'essai à la fois pour les déformations dans l'axe de sollicitation et pour les déformations de cisaillement, et pour les deux géométries. Nous terminerons donc par étudier si l'utilisation du modèle d'endommagement permet une prévision réaliste de la tenue en présence d'entaille. On comparera en particulier les contraintes maximales obtenues par calcul et mesurées par essai.

Prédiction de la contrainte à rupture. La figure 5.22 trace le niveau de contrainte à charge

maximale calculée avec le modèle d'endommagement en fonction du ratio a/w . L'identification du paramètre τ_c de l'effet retard sur des éprouvettes trouées (0.2s) entraîne une estimation conservative de la contrainte à rupture sur éprouvette entaillé (contrainte sous estimée de 6% à 10% selon la profondeur d'entaille par rapport aux résultats d'essai). Une valeur de $\tau_c=0.41s$ est nécessaire pour recalculer les résultats sur éprouvettes entaillées.

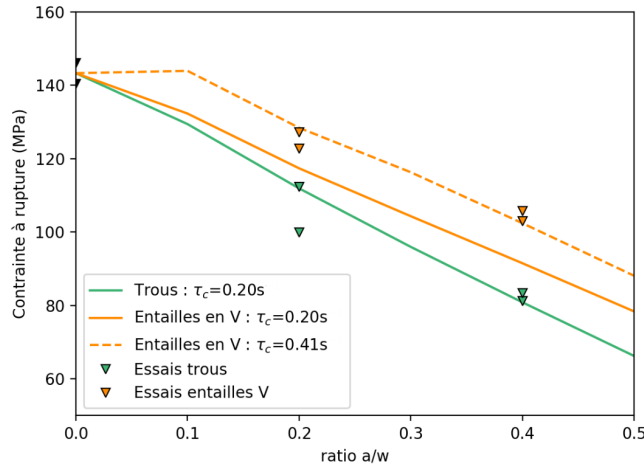


FIGURE 5.22 – Prédiction de la rupture en présence d'entaille à l'aide du modèle d'endommagement du pli UD

Finalement, le modèle d'endommagement démontre une bonne prédiction du comportement mécanique en présence d'entaille. Cela a été validé par une corrélation essai/calcul satisfaisante de la réponse macroscopique et des champs de déformation en bord d'entaille. La performance de la prédiction de la rupture dépend cependant de la géométrie d'entaille. En identifiant les paramètres d'effet retard sur les éprouvettes trouées, la rupture des éprouvettes entaillées est sous estimée de 6% à 10% selon la profondeur d'entaille. L'estimation est donc conservative. De plus, le modèle méso est un outil numérique complexe avec un nombre de paramètres importants. Il est donc intéressant d'étudier si des modèles de prédiction de rupture simplifiés peuvent également permettre une bonne prédiction de la tenue en présence d'entaille.

3. Prédiction de la tenue en présence d'entaille

Pour terminer, nous nous intéresserons à la prédiction de la contrainte à rupture en présence d'entaille. Nous détaillerons dans un premier temps les deux modèles qui seront considérés, avant leur application au matériau 2D puis au matériau UD.

3.1 Critères considérés

Modèle à distance critique. Les modèles à distance critique [Whi74] tels que le *Point Stress Criterion* (PSC) ou l'*Average Stress Criterion* (ASC) démontrent souvent une bonne prédictabilité et sont aujourd'hui largement utilisés en bureau d'études pour les structures composites. Ils reposent sur l'identification d'une distance critique d_0 . Pour le PSC, on considère que la rupture en présence d'entaille se produit lorsque la contrainte à une distance d_0 de l'entaille dépasse la contrainte à rupture

σ_c sans entaille (figure 5.23). Le modèle ASC est similaire, à la différence près que la contrainte moyenne sur la distance d_0 est comparée à la contrainte σ_c .

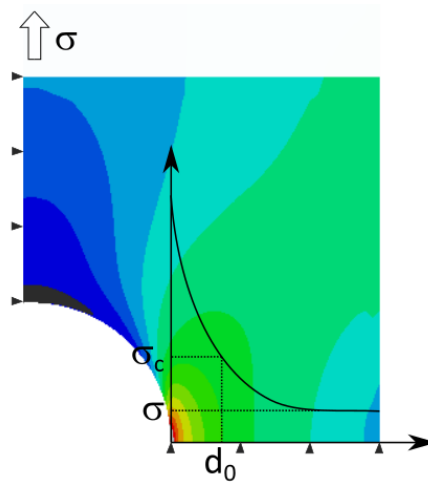


FIGURE 5.23 – Illustration du modèle à distance critique PSC

Le principal inconvénient est lié au fait que la valeur de la distance critique ne dépend pas que du matériau mais aussi de la géométrie. Ces modèles sont donc souvent qualifiés de semi-empiriques.

Critère couplé contrainte-énergie (CC). D'autres modèles de prévision de rupture s'appuient sur un critère d'amorçage de fissure au voisinage d'une concentration de contrainte [Mar12 ; Cam12]. Le critère couplé considère qu'une condition en contrainte est une condition nécessaire mais non suffisante pour la rupture du stratifié, et qu'une condition en énergie doit également être satisfaite [Leg02]. Pour l'exemple d'un trou (figure 5.24), le critère proposée par Martin et al. [Mar12] suppose que la résistance σ^* en présence d'entaille dépend de l'initiation d'une fissure de longueur a^* au droit de l'entaille sous deux conditions : i) si la contrainte à la distance a^* du trou est supérieure ou égale à une contrainte critique, et ii) si l'incrément d'énergie libérée par la fissure de longueur a^* est supérieur ou égal à l'énergie consommée pour la rupture du matériau. En considérant un critère en contrainte maximale, la première condition est donc similaire au PSC évoqué précédemment (équation 5.7).

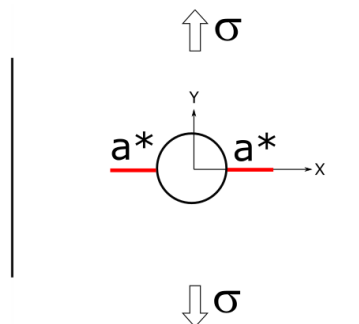


FIGURE 5.24 – Initiation de la rupture par la formation de fissures de longueur a^* à partir du trou

$$\sigma_{yy}(x, y = 0) \geq \sigma_c^{strat} \quad \text{pour} \quad R \leq |x| \leq R + a \quad (5.7)$$

où R est la rayon du trou, σ_c^{strat} est la contrainte à rupture en traction du stratifié sans entaille. Ce critère peut être réécrit en introduisant un coefficient adimensionné k , décroissant en fonction de x

(équation 5.8), décrivant la concentration de contrainte générée par la présence du trou.

$$k_{yy}(x)\sigma \geq \sigma_c^{strat} \quad \text{pour} \quad R \leq |x| \leq R+a \quad (5.8)$$

où σ est la contrainte de traction appliquée au stratifié. Le second critère stipule que le taux de restitution d'énergie incrémental pour une fissure de longueur a est supérieur à l'énergie de rupture du matériau G_c^{strat} . Ce critère s'écrit :

$$G^{inc}(a) = \frac{\Delta W}{\Delta S} \geq G_c^{strat} \quad (5.9)$$

où ΔW l'incrément d'énergie de déformation nécessaire pour créer une fissure de surface ΔS . En considérant que la surface créée correspond à la longueur de fissure que multiplie l'épaisseur du matériau, ce critère peut être réécrit avec l'introduction d'un coefficient adimensionné A dépendant de la longueur d'initiation a (équation 5.10).

$$G^{inc}(a) = \frac{A(a)R\sigma^2}{E} \geq G_c^{strat} \quad (5.10)$$

où R est la demi-profondeur d'entaille totale (rayon du trou, ou longueur d'une entaille pour les entailles en V), et E le module de Young du stratifié dans l'axe de chargement. Les équations 5.10 et 5.9 permettent de réécrire :

$$\frac{A(a^*)}{k_{yy}(a^*)^2} = \frac{L_c}{R} \quad (5.11)$$

où L_c est la longueur caractéristique du matériau définie par $L_c = \frac{EG_c^{strat}}{(\sigma_c^{strat})^2}$. L'équation 5.11 est indépendante du niveau de chargement appliqué et permet donc d'identifier la longueur d'initiation a^* qui dépend des paramètres matériaux E , G_c^{strat} , et σ_c^{strat} , ainsi que de la géométrie et profondeur d'entaille. L'identification de la longueur d'initiation permet finalement d'identifier la contrainte à initiation σ^* (équation 5.12).

$$\sigma^* = \frac{\sigma_c}{k_x(a^*)} = \sqrt{\frac{L_c}{R} \frac{\sigma_c}{A(a^*)}} \quad (5.12)$$

Le critère couplé peut finalement être vu comme un PSC, où l'identification de la longueur d'initiation a^* n'est pas identifiée empiriquement, mais à partir de la connaissance du couple $(\sigma_c^{strat}, G_c^{strat})$. Il présente donc l'avantage d'offrir un modèle avec une meilleure signification physique. Cependant, un comportement linéaire élastique doit être considéré d'après les hypothèses formulées pour le critère en énergie. La figure 5.25 illustre l'évolution de la contrainte à rupture en présence d'entaille σ^* normalisée par la contrainte à rupture sans entaille σ_c^{strat} , pour différentes géométries d'entaille et en fonction de la longueur caractéristiques L_c . Les propriétés élastiques utilisées sont celles du matériau 2D (tableau 5.3). Ce graphe démontre que les éprouvettes à entaille en V présenteront une meilleure résistance que les configurations trouées (comme observé expérimentalement) pour des propriétés matériaux telles que $6\text{mm} \leq L_c \leq 23\text{mm}$.

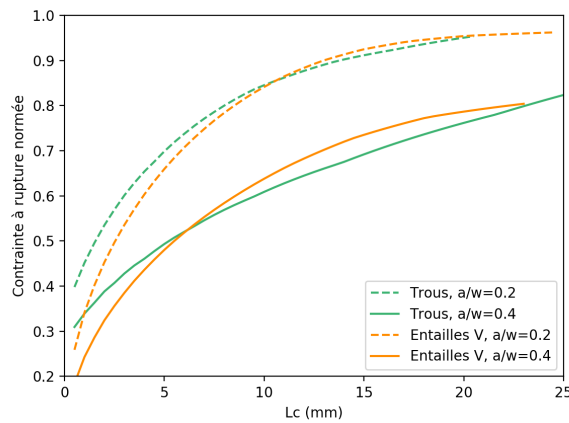


FIGURE 5.25 – Contrainte à rupture normalisée ($\sigma^*/\sigma_c^{strat}$) prédite par le PSC, en fonction de la longueur caractéristique L_c

Il convient de préciser le critère couplé est formulé de telle façon qu'il permet de prédire l'initiation d'une fissure. Ce modèle permet donc de prévoir la rupture sous l'hypothèse que la fissure initiée se propage rapidement après son initiation (par exemple pour un matériau quasi-fragile). L'étude expérimentale a cependant permis de démontrer le comportement endommageable pour toutes les configurations d'entailles étudiées. Toutefois, nous tenterons par la suite de voir si le formalisme du critère couplé permet de prédire l'apparition d'un macro-endommagement menant à la rupture des éprouvettes entaillées. Les résultats seront également comparés au PSC, qui fait souvent office de "référence" dans la littérature.

3.2 Comparaison des prédictions aux résultats expérimentaux

Les propriétés élastiques utilisées sont synthétisées dans le tableau 5.3. Les deux matériaux sont considérés comme orthotropes, sollicités en contrainte plane, et ayant un comportement linéaire élastique. Nous traiterons dans un premier temps la prédiction de la rupture pour le matériau 2D, avant d'évaluer les modèles pour le matériau UD. Les paramètres des modèles de prévision de rupture seront identifiés à l'aide des essais sur éprouvettes trouées, puis utilisés pour prévoir la rupture d'éprouvettes entaillées.

Matériau	E_x GPa	E_y GPa	ν_{xy}	G_{xy} GPa
2D	81	81	0.18	35
UD	96	96	0.25	39

TABLE 5.3 – Propriétés élastiques utilisées pour la prédiction de la rupture, où y est l'axe de chargement (cf. figure 5.24)

Prédiction de la rupture pour le 2D. La figure 5.26 illustre les paramètres (G_c^{2D}, σ_c^{2D}) du critère couplé permettant de retrouver les valeurs de contrainte à rupture mesurées expérimentalement sur éprouvette trouée, pour les essais effectués sur la plaque 4005 (2D). La plage de valeurs de σ_c^{2D} mesurée à partir de deux essais sur éprouvettes lisses (non entaillées) est également tracée. Les courbes de ce graphe semblent approximativement "parallèles" entre elles : pour une courbe donnée, une large

plage de valeur σ_c^{2D} est admissible tandis que l'intervalle pour G_c^{2D} est restreint. Ce résultat tendrait à montrer que le critère en énergie est prédominant sur le critère en contrainte. Des essais sur éprouvettes trouées seules ne sont donc pas suffisants pour identifier les paramètres du critère couplé, et des essais sur éprouvettes lisses semblent indispensables pour identifier σ_c^{2D} . Les essais sur éprouvettes trouées permettent finalement d'identifier une valeur moyenne $G_c^{2D}=1.8\text{kJ/m}^2$, qui est cohérente avec d'autres travaux de la littérature [Vol15].

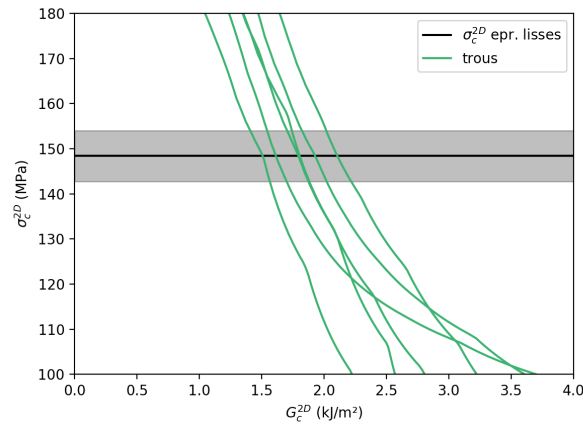


FIGURE 5.26 – Identification des paramètres (G_c^{2D}, σ_c^{2D}) du critère couplé permettant de recalculer les contraintes à rupture σ^* mesurées expérimentalement pour toutes les éprouvettes de la plaque 4005

La prédiction de la rupture pour les deux géométries d'entaille est illustrée en figure 5.27. Pour tous les modèles, la valeur moyenne de $\sigma_c^{2D}=148.4\text{MPa}$ identifiée sur éprouvette lisse est considérée. La prédiction du critère couplé est tracée en fonction de l'énergie de rupture G_c^{2D} moyenne identifiée sur éprouvettes trouées (1.8kJ/m^2), ainsi que les valeurs minimales et maximales (1.5 et 4.5kJ/m^2) permettant d'encadrer toutes les valeurs expérimentales. La longueur caractéristique L_c est donc comprise entre 5.6mm et 16.6mm , ce qui est cohérent avec la figure 5.25. La contrainte à rupture σ^* prédite par le point stress est également tracée sur le graphe 5.27, en considérant $d_0=2.11\text{mm}$ pour les deux géométries d'entaille. Le critère couplé introduit un conservatisme dans les contraintes à rupture prédites, tandis que le point stress est cohérent avec la limite basse de la dispersion expérimentale.

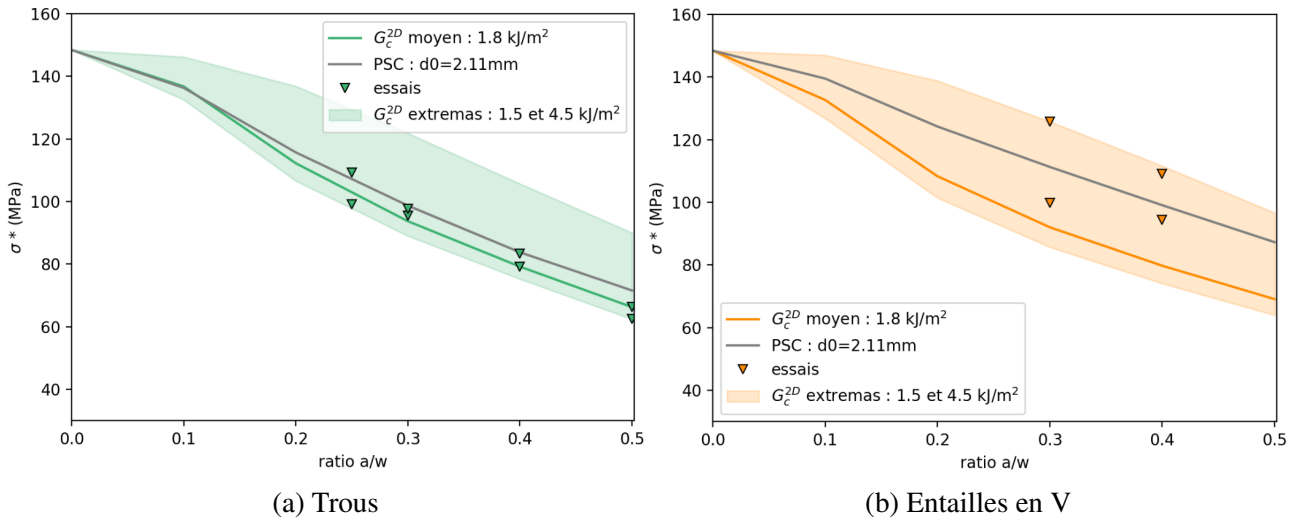


FIGURE 5.27 – Prédiction de la contrainte à rupture σ^* en présence d'entaille, pour différentes valeurs de G_c^{2D} d'après le critère couplé. La valeur moyenne de $\sigma_c^{2D}=148.4\text{MPa}$ identifiée sur éprouvette lisse est considérée.

Enfin, l'évolution des longueurs a^* (pour le critère couplé) et d_0 (pour le point stress) correspondant aux courbes des graphes de la figure 5.27 sont illustrées sur les graphes de la figure 5.28.

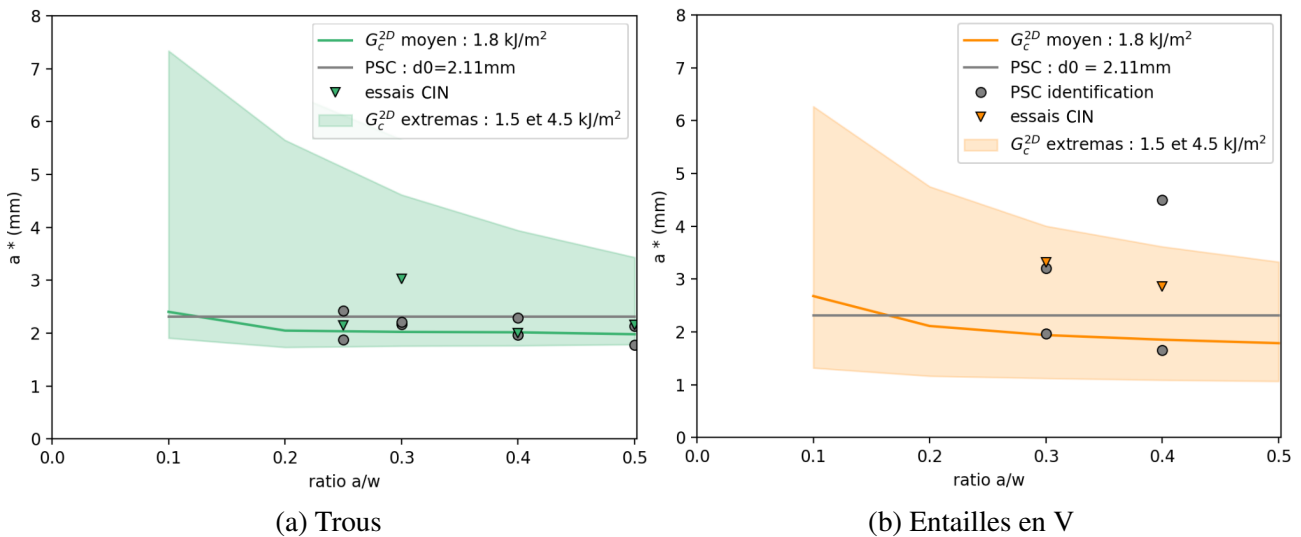


FIGURE 5.28 – Longueur a^* prédite selon différentes valeurs de G_c^{2D} d'après le critère couplé. La valeur moyenne de $\sigma_c^{2D}=148.4\text{MPa}$ identifiée sur éprouvette lisse est considérée.

La longueur pour laquelle la déformation maximale de 0.25% est dépassée (déformation à rupture maximale des éprouvettes lisses), mesurée lors des essais par corrélation d'image (cf. figure 5.8) est également tracée en comparaison. Une bonne correspondance est observée entre ces valeurs pour la configuration trouée, mais, à l'instant des niveaux de contrainte à rupture, cette longueur est sous-estimée pour les géométries d'entaille en V.

Discussion sur la dispersion des résultats pour les éprouvettes entaillées. Une forte dispersion expérimentale existe pour les essais éprouvettes entaillées. Cet écart important entre les différentes mesures, dont l'origine est à déterminer, n'est pas observé pour les éprouvettes trouées malgré un nombre d'essais plus important. L'analyse des champs de déformations par corrélation d'image

montre une forte asymétrie de l'endommagement pour les deux essais menant à la contrainte à rupture la moins élevée pour les deux ratios $a/w=0.3$ et 0.4 (99.8MPa pour le ratio 0.3 et 94.2MPa pour le ratio 0.4). Ces champs sont illustrés sur la figure 5.29.

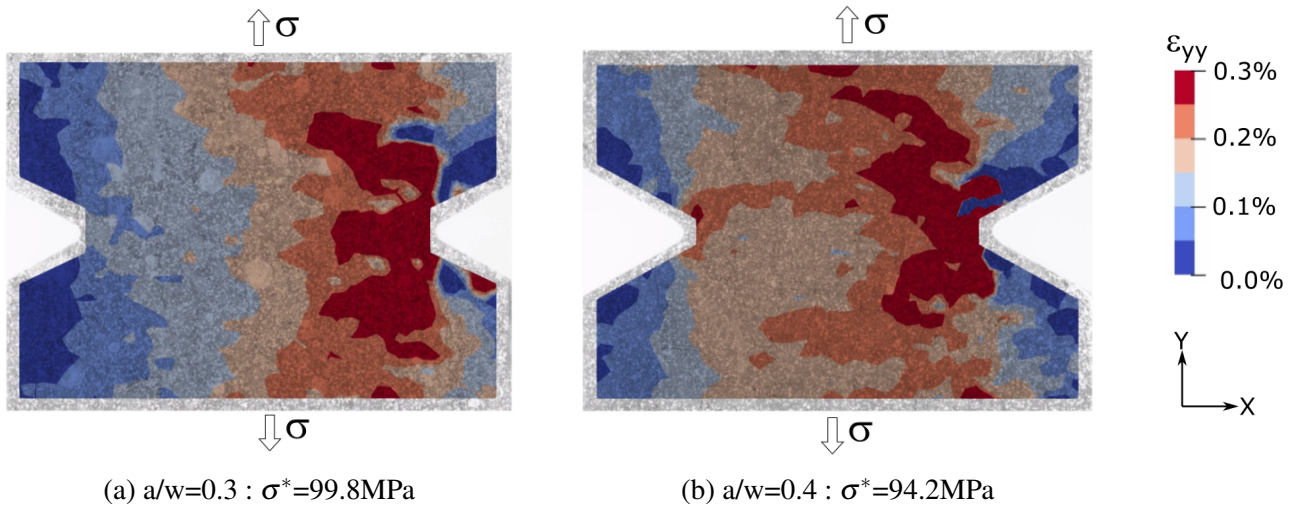


FIGURE 5.29 – Champs de déformation dans l'axe de chargement ϵ_{yy} à 97% de la contrainte à rupture mesurée expérimentalement, pour les deux essais sur éprouvettes à entaille en V ayant mené aux résistances les moins élevées

Ces observations permettent de poser l'hypothèse que l'asymétrie de l'endommagement pourrait être à l'origine de la dispersion des mesures à rupture. Un des avantages du critère couplé est de pouvoir prendre en compte des scénarios non idéaux, par exemple lorsque l'endommagement se produit principalement au bord d'une des deux entailles comme observé expérimentalement (cas 2 de la figure 5.30).

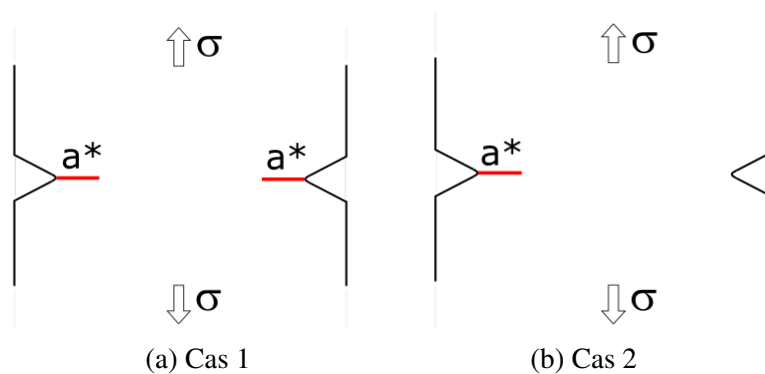


FIGURE 5.30 – Différents scénarios d'endommagement étudiés pour prédire la contrainte à rupture des éprouvettes à entailles en V. Cas 1 : cas idéal d'un endommagement symétrique au droit d'entaille, Cas 2 : cas d'un endommagement à partir d'une seule entaille

La figure 5.31 trace l'évolution de la contrainte à rupture σ^* et la longueur a^* pour les deux scénarios considérés. Une valeur de G_c^{2D} cohérente avec la limite basse de la dispersion expérimentale est ici considérée (3.2 kJ/m^2). Le scénario où l'on considère un endommagement non symétrique (cas 2) prédit une contrainte à rupture plus faible d'environ 6% pour les ratios a/w 0.3 et 0.4, ce qui se traduit par une longueur a^* plus faible également. Les prédictions des contraintes à rupture sont

cependant proches pour tous les deux cas considérés, et la dispersion des mesures expérimentales ne semble donc pas pouvoir être attribuée à ces différences de scénario de rupture.

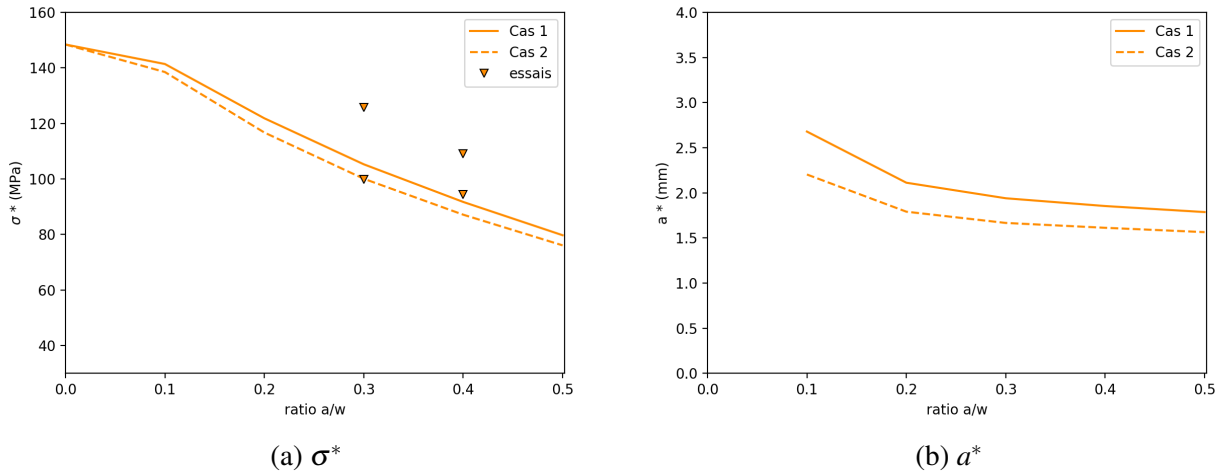


FIGURE 5.31 – Prédiction de la contrainte à rupture σ^* et de la longueur a^* pour les éprouvettes à entailles en V, en considérant les valeurs moyenne identifiées pour G_c^{2D} et σ_c^{2D} (3.2kJ/m² et 148.4MPa). Les deux cas étudiés sont illustrés en figure 5.30

Une autre hypothèse pourrait être liée à la microstructure du matériau, par exemple si les caractéristiques morphologiques diffèrent d'une éprouvette à une autre ou si des singularités sont présentes en bord d'entaille. Les contrôles initiaux par tomographie ne montrent pas d'endommagement initial ou de macroporosité prononcée en bord d'entaille pour les éprouvettes testées. De même, la faible dispersion des mesures de taux volumique de fibre (entre 41.6% et 42.6%) et de porosité totale (entre 21.4% et 22.5%) à l'échelle des éprouvettes n'appuie pas cette hypothèse. On peut cependant s'interroger sur l'effet des singularités locales de la microstructure. Les entailles en V génèrent en effet une concentration de contrainte plus importante que pour les trous, mais fortement localisée. Si des singularités morphologiques existent de façon localisée en bord d'entaille (par exemple un taux de fibre des fils localement plus important), on peut supposer que la résistance pourrait être modifiée. Une étude numérique prenant en compte la microstructure du matériau permettrait d'étudier l'effet de variations locales de la microstructure [ES18 ; Ben19]. Expérimentalement, une analyse plus fine de la signature des signaux acoustiques pourrait permettre de mettre en évidence des différences dans le déclenchement de certains modes d'endommagement entre les différents essais. Il semble surtout nécessaire de poursuivre la campagne expérimentale à l'aide d'un plus grand nombre d'éprouvettes de cette géométrie, afin de mieux évaluer la dispersion.

Prédiction de la rupture pour l'UD. Le critère couplé et le PSC ont également été utilisés pour la prédiction de contrainte à rupture du matériau UD. La figure 5.32 trace les différents couples $(G_c^{UD}, \sigma_c^{UD})$ permettant de retrouver les valeurs de contrainte à rupture mesurées expérimentalement. Les mêmes tendances que pour le 2D sont observées : on retrouve de façon plus nette que le critère en énergie est prédominant par rapport au critère en contrainte. L'énergie de rupture moyenne G_c^{UD} identifiée est de 1.9kJ/m², valeur similaire à celle identifiée au matériau 2D et pour d'autres matériaux de la littérature [Vol15].

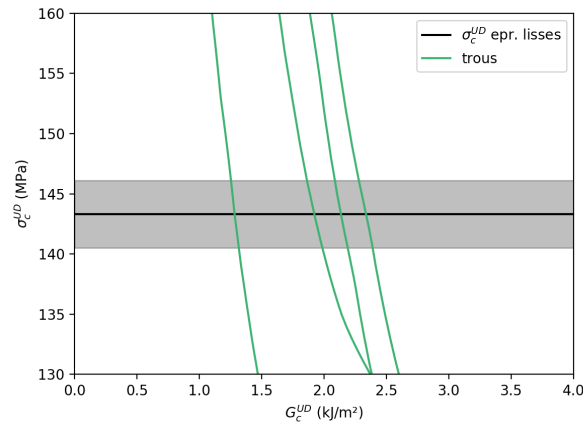


FIGURE 5.32 – Identification des paramètres (G_c^{UD}, σ_c^{UD}) du critère couplé permettant de recalculer les contraintes à rupture σ^* mesurées expérimentalement pour toutes les éprouvettes des plaques 2002 et 2003

Analogiquement aux graphes présentés pour le matériau 2D, les graphes 5.33 et 5.34 présentent l'évolution de la contrainte à rupture et de la longueur a^* pour différentes valeurs de G_c^{UD} : énergie de rupture moyenne identifiée sur les éprouvettes trouées (1.9 kJ/m²) et les valeurs permettant d'encadrer toutes les mesures expérimentales (1.3 kJ/m² et 3.9 kJ/m²).

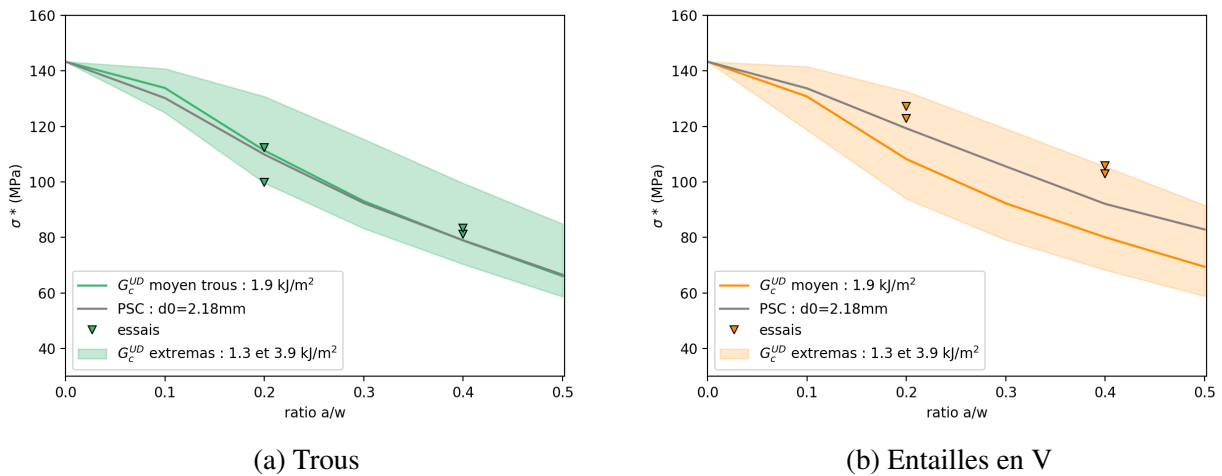


FIGURE 5.33 – Prédiction de la contrainte à rupture σ^* en présence d'entaille, pour différentes valeurs de G_c^{UD} d'après le critère couplé. La valeur moyenne de $\sigma_c^{UD}=143.3$ MPa identifiée sur éprouvette lisse est considérée.

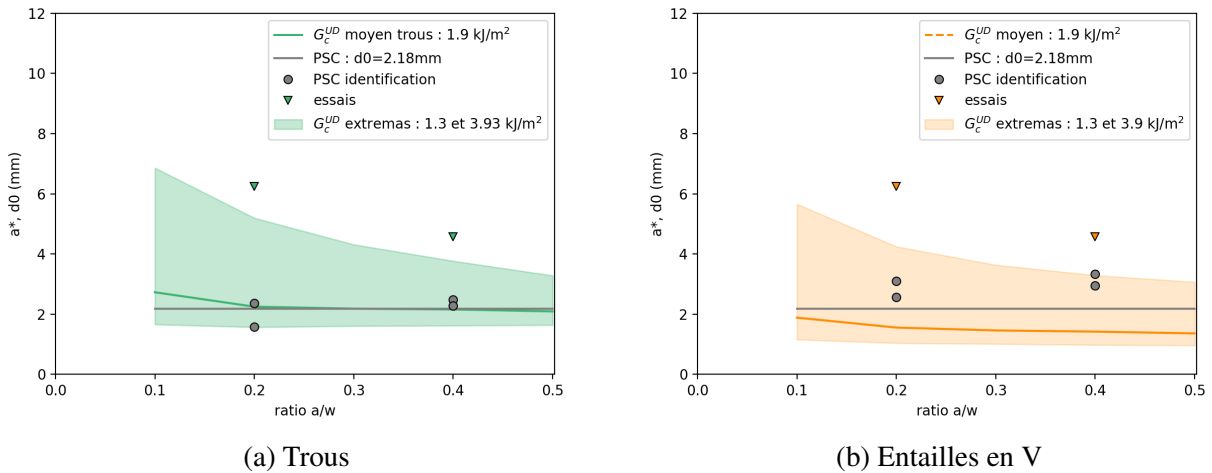


FIGURE 5.34 – Longueur a^* prédite selon différentes valeurs de G_c^{UD} d'après le critère couplé. La valeur moyenne de $\sigma_c^{UD}=143.3\text{MPa}$ identifiée sur éprouvette lisse est considérée.

Tout comme pour le 2D, la qualité de prédiction dépend de la géométrie d'entaille et des paramètres du modèle. On observe par ailleurs que la longueur d_0 identifiée pour chaque essai avec le modèle du PSC augmente avec la profondeur d'entaille, pour les deux géométries (figure 5.34). Ce résultat est surprenant, puisqu'il impliquerait que la longueur d'endommagement "critique" autorisée soit plus importante lorsque la longueur d'entaille augmente.

La figure 5.35 synthétise les contraintes à rupture prédites pour éprouvettes UD à l'aide des différents modèles utilisés. La prise en compte de l'endommagement matriciel via le modèle de pli UD (sans prise en compte de l'endommagement sens fibre) combinée au PSC et au CC n'ont pas démontré de meilleures prédictions.

Par ailleurs, les figures 5.18 et 5.19 ont précédemment démontré l'effet de bords libres sur l'initiation et l'évolution de l'endommagement matriciel et de l'endommagement sens fibre. Le niveau de chargement à initiation de l'endommagement sens fibre en bord d'éprouvette est cohérent avec la transition entre les domaines d'endommagement 3 et 4 identifiés expérimentalement (transition entre propagation stable et instable de l'endommagement macroscopique). Les écarts de prédiction de contrainte à rupture pourraient donc être dus à une mauvaise prise en compte de ces effets de bord dans les modèles. Il serait intéressant d'étudier si, à partir d'essais à même ratio a/w mais largeurs d'éprouvettes w plus importantes, les prédictions de rupture sont plus satisfaisantes. Finalement, une méthode de prédiction de la rupture en présence d'entaille indépendante de la géométrie d'entaille reste un sujet ouvert.

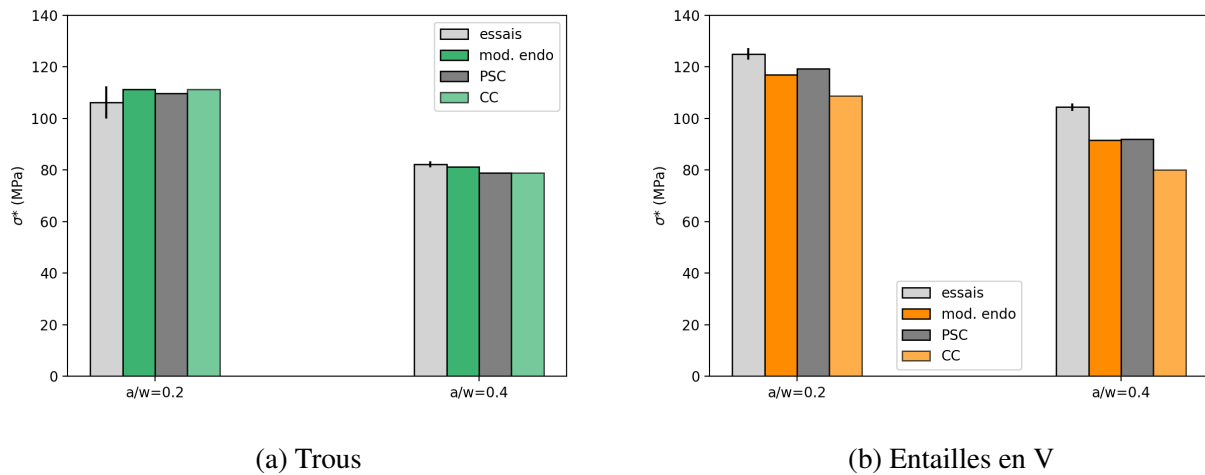


FIGURE 5.35 – Synthèse des prévisions de la tenue d'éprouvettes UD entaillées

4. Bilan

L'effet d'entaille a été étudié pour les deux matériaux 2D et UD. Une première analyse expérimentale a permis de mettre en avant quatre domaines d'endommagement : i) endommagement matriciel, ii) transition endommagement diffus / endommagement localisé, iii) propagation de l'endommagement macroscopique, iv) accélération de la propagation de l'endommagement macroscopique. La géométrie d'entaille semble jouer un rôle principalement sur ce dernier domaine d'endommagement, les entailles en V autorisant une propagation d'endommagement plus importante. L'utilisation du modèle d'endommagement semble mettre en avant l'effet de bords libres pour les éprouvettes trouées sur l'apparition du quatrième domaine d'endommagement (propagation instable de l'endommagement macroscopique). Une étude expérimentale de l'effet d'échelle (étudier les mêmes géométries d'entaille aux mêmes ratios a/w à des largeurs d'éprouvettes w différentes) serait intéressante afin d'observer si ce dernier domaine d'endommagement serait retardé pour des largeurs d'éprouvettes w différentes, et si la prédiction de la rupture à l'aide des modèles proposés est plus satisfaisante. Il a également été montré que la meilleure résistance des éprouvettes à entailles est directement liée aux propriétés des matériaux, et notamment à la longueur caractéristique $L_c = EG_c/\sigma_c^2$.

Globalement, les niveaux de contrainte à rupture démontrent une faible sensibilité à l'entaille pour les deux matériaux. Les propriétés à rupture identifiées pour les deux matériaux sont également similaires à la fois pour la contrainte à rupture ($\sigma_c^{2D}=148.4$ MPa et $\sigma_c^{UD}=143.3$ MPa), et pour l'énergie de rupture ($G_c^{2D}=1.8$ kJ/m² et $G_c^{UD}=1.9$ kJ/m²). L'utilisation d'une stratification de plis UD plutôt qu'un empilement de plis 2D permet donc de préserver la même sensibilité à l'entaille des composites oxyde/oxyde.

On constate cependant une dispersion importante des contraintes à rupture mesurées pour les essais sur entailles en V du matériau 2D. Une telle dispersion n'a pas été observée pour les essais sur éprouvettes trouées, ou pour la même géométrie d'entaille sur les éprouvettes UD. L'origine de cette dispersion reste à déterminer. Le contrôle avant essai des éprouvettes par tomographie n'a pas permis de relier cette dispersion à d'éventuels dommages initiaux liés à l'usinage. Il pourrait être intéressant

d'étudier si des variations locales de la microstructure, par exemple le taux volumique de fibre ou de microporosité matricielle pourraient en être à l'origine. Le recours à des modèles prenant en compte la microstructure du matériau pourraient permettre d'étudier numériquement cet effet [ES18 ; Ben19]. Une analyse plus fine des essais, par exemple à travers une classification des signaux acoustiques, pourrait par exemple permettre de mettre en avant des différences de cinétique d'endommagement entre les essais. Toutefois, des essais supplémentaires pour cette géométrie d'entaille semblent nécessaires pour mieux comprendre cette dispersion.

La prédiction de la rupture reste également ouverte à l'étude. Les deux matériaux étudiés semblent suffisamment peu sensibles à l'entaille pour que la contrainte calculée à partir de la section travaillante $\sigma = F/(w - a) < \sigma_c$ établisse une limite basse de la contrainte à rupture. Le *Point Stress Criterion* (PSC) ainsi qu'un critère couplé contrainte/énergie ont été utilisés pour prédire les niveaux de contraintes à rupture, en considérant une loi de comportement élastique. La qualité de la prédiction semble dépendre de la géométrie d'entaille. Dans le cas du matériau UD, la prévision de la tenue est cependant similaire à celle estimée l'aide du modèle d'endommagement de pli UD. De plus, malgré un conservatisme sur les prévisions de contrainte à rupture, le modèle d'endommagement permet de reproduire une réponse macroscopique d'éprouvettes entaillées et des champs de déformations en bord d'entaille cohérents avec les mesures expérimentales. Ce chapitre a donc permis de valider le modèle d'endommagement développé dans les chapitres 3 et 4 pour des cas de sollicitations multi-axiales.

Une perspective intéressante du comportement mécanique en présence d'entaille serait d'analyser l'initiation et la propagation de délaminages en bord d'entaille. Expérimentalement, cette étude pourrait s'effectuer par exemple par une classification des signaux acoustiques pour les essais déjà réalisés. De nouveaux essais arrêtés avant rupture pour analyser l'endommagement par tomographie X pourraient également être pertinents. L'analyse des déformations par corrélation d'image en trois dimensions serait également une instrumentation intéressante pour étudier ce mode d'endommagement.

CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES

Afin d'optimiser le coût de mise en oeuvre des composites oxyde/oxyde, le groupe Safran développe une nouvelle génération de matériaux : les oxydes UD. Pour envisager l'emploi de ces matériaux pour les arrières-corps des prochains moteurs d'avion, il est essentiel de comprendre en quoi le changement de l'architecture textile vers une structure stratifiée modifie le comportement mécanique des composites oxyde/oxyde. Cette problématique a motivé ces travaux de thèse, pour lesquels le comportement en traction de deux matériaux 2D et UD a été étudié. La démarche proposée repose sur la caractérisation expérimentale et numérique du comportement en traction sur éprouvettes lisses et sur éprouvettes entaillées.

Bilan des travaux

Comportement des oxyde/oxyde UD. L'analyse morphologique des deux matériaux montre que, au-delà de l'architecture textile, l'organisation des fissures de retrait est différente. Pour le 2D, les fissures de retrait possèdent une longueur moyenne proche d'une demi-épaisseur de plis (ie. environ 70 microns) et sont orientées perpendiculairement au plan de stratification. Au contraire, pour l'UD, les longueurs de fissures sont plus faibles (environ 3 à 4 microns) et organisées de façon plus diffuse au sein du pli. Cette différence de microstructure induit une différence de rigidité initiale plus importante que celle découlant de la plus faible rigidité de la géométrie tissée (compte tenu de l'ondulation des fibres). Un écart d'environ 20% est mesurée sur le module de Young pour deux matériaux 2D et UD ayant des taux volumiques de fibre similaires. L'étude numérique a permis d'estimer à environ 24GPa la perte de rigidité liée aux fissures de retrait pour le matériau 2D. Cette différence d'état d'endommagement "initial" se traduit par un comportement mécanique en traction plus linéaire pour le 2D. Au contraire, des non linéarités importantes sont observées dès le début d'essai pour le matériau UD. Les résistances en traction sont cependant très proches pour les deux matériaux. L'étude expérimentale sur éprouvettes lisses et sur éprouvettes entaillées a permis d'identifier des contraintes à rupture équivalentes (en moyenne $\sigma_c^{2D}=148.4\text{MPa}$ et $\sigma_c^{UD}=143.3\text{MPa}$) et des énergies de rupture similaires (comprises entre 1.5 et 4.5kJ/m² pour le 2D, et 1.3 et 3.9kJ/m² pour l'UD). Pour cette dernière caractérisation, les taux volumiques de fibre mesurés sont de 42% pour le 2D et de 39% pour l'UD.

Apport du modèle d'endommagement du pli élémentaire UD. Une étude numérique basée sur le développement d'un modèle d'endommagement du pli élémentaire UD a été proposée. La méthode repose sur une démarche multi-échelle micro-méso basée sur la mécanique de l'endommagement continu. Elle s'inscrit dans une démarche de *virtual testing*, et repose sur l'identification de tous les paramètres du modèle méso à l'aide de sollicitations virtuelles sur des VER micro. Le comportement

d'un stratifié UD quelconque peut donc être prédit à partir d'informations sur le plan de stratification et sur la microstructure : i) taux volumique de fibre, ii) taux volumique de microporosité matricielle, iii) taux volumique de macroporosité, iv) densité de fissures initiales. La méthode proposée ne nécessite aucune identification expérimentale pour prévoir le comportement d'éprouvettes lisses, et a été validée après une comparaison essai-calcul sur quatre stratifiés dont le plan de stratification et la microstructure sont différents. Une perspective d'utilisation du modèle a également été proposée à travers l'effet de la microporosité matricielle sur l'apparition de macrodé laminages. Des travaux complémentaires sont cependant nécessaires afin de permettre une meilleure détermination du moment d'initiation de ce mode d'endommagement, ainsi que sur l'identification de l'énergie de rupture inter-ply. A terme, la méthode proposée pourrait contribuer à la définition d'une microstructure et d'une stratification optimale.

De plus, le modèle d'endommagement du pli UD a permis d'améliorer les éléments de compréhension du comportement mécanique apportés par la partie expérimentale. Les scénarios d'endommagement établis dans un premier temps ont ensuite été confortés par l'étude numérique. En outre, les observations expérimentales dont l'origine était incertaine ont pu être élucidées grâce à cette étude numérique (par exemple l'évolution des déformations hors plan mesurées sur la tranche des éprouvettes et les ruptures hors plan observées sur certains plis).

Effet d'entaille. Enfin, une étude de l'effet d'entaille en traction a été proposée. L'étude expérimentale sur deux géométries d'entaille (trous et entailles en V) démontre une faible sensibilité à l'entaille pour les deux matériaux. Bien que l'analyse en surface d'éprouvette montre que le développement d'endommagements macroscopiques au voisinage des concentrations de contrainte soit plus important pour le matériau UD, les niveaux de contraintes à rupture sont proches pour les deux matériaux. Une comparaison essai-calcul a également permis de valider l'utilisation du modèle d'endommagement du matériau UD, pour les cas de sollicitations multi-axiales complexes. Il est cependant nécessaire d'identifier expérimentalement la déformation à rupture du pli élémentaire dans le sens fibre, ainsi que d'introduire un effet retard afin de régulariser les problèmes numériques inhérents au comportement adoucissant observé. Le modèle permet une prédiction correcte de la réponse macroscopique des éprouvettes ainsi que des champs de déformations en surface en bord de concentration de contraintes. L'analyse numérique de l'évolution de l'endommagement matriciel et sens fibre semble également démontrer l'existence d'un effet de bords libres sur la transition entre les domaines d'endommagement 3 et 4 identifiés expérimentalement (transition endommagement macroscopique stable - instable).

La prédiction de la contrainte à rupture en utilisant le modèle d'endommagement est également satisfaisante pour les éprouvettes trouées, et conservative pour les éprouvettes à entailles en V. La tenue en présence d'entaille peut également être prédite avec un modèle de comportement simplifié (en l'occurrence un comportement linéaire élastique) à l'aide du critère couplé ou du *Point Stress Criterion*. L'erreur commise avec le PSC est alors similaire à celle relevée avec le modèle d'endommagement.

Finalement, la nouvelle génération de composites oxyde/oxyde à plis unidirectionnels démontrent des propriétés mécaniques en traction prometteuses. Au delà du gain économique dans la mise en oeuvre, ce nouveau matériau permet d'améliorer la rigidité du matériau par rapport à un matériau 2D, tout en préservant le comportement endommageable et les propriétés à rupture.

Perspectives

Caractérisation expérimentale du matériau UD. Trois domaines d'endommagement ont été identifiés expérimentalement sur le comportement en traction d'un stratifié quasi-iso. Il serait intéressant d'analyser comment un niveau de charge donnée se traduit sur des sollicitations longue durée de type fatigue ou fluage en température, en fonction du domaine d'endommagement. Pour ce dernier mode de sollicitation, il est nécessaire d'étudier au préalable jusqu'à quelle température la nature des différents domaines d'endommagement sont identiques à ceux en température ambiante.

Une méthode expérimentale permettant d'identifier le moment d'apparition de macrodélaminages reste également à établir. L'analyse des courbes d'énergie acoustique seule s'est avérée délicate pour certains essais. Une analyse de la propagation des fissures de délaminage serait probablement fructueuse.

Par ailleurs, des stratifications complexes ont été étudiées dans le cadre de ces travaux. Il est également nécessaire de caractériser le comportement mécanique de stratifiés élémentaires, par exemple :

- une stratification $[0^\circ]_n$ permettrait d'identifier le comportement mécanique du pli élémentaire dans le sens fibre, et ainsi valider l'hypothèse de comportement linéaire utilisée pour le modèle.
- une stratification $[0^\circ/90^\circ]_s$ permettrait également d'étudier l'effet d'épaisseur de pli pour les plis sollicités hors axe. La méthode d'identification des paramètres du modèle décrite dans le chapitre 3 semble démontrer que cet effet est important. Cela permettrait également de mieux identifier comment varie la correction des paramètres du modèle X_2 (déformation à rupture en traction hors axe) et Z_{12} (déformation à rupture en cisaillement plan) - cf. paragraphe "Identification des paramètres du modèle méso" du chapitre 3 - en fonction de l'épaisseur.
- une stratification où tous les plis sont fortement sollicités hors axe, par exemple une stratification $[+/-45^\circ]_{ns}$, permettraient de valider le modèle dans une configuration nouvelle qui n'a pu être analysée.
- Enfin, l'analyse du chapitre 4 a démontré la nécessité d'étudier plus en détail le comportement mécanique de la stratification $[0^\circ/30^\circ/-30^\circ/0^\circ/30^\circ/-30^\circ/0^\circ]$. Dans cette configuration, la comparaison essai-calcul est moins satisfaisante que pour les autres stratifiés étudiés. Cela est dû à l'apparition de fissures transverse des plis $+/-30^\circ$ prédites par le modèle dont l'effet sur le comportement mécanique du stratifié est marquée, tandis que la courbe contrainte-déformation mesurée expérimentalement est fortement linéaire. Il convient de confirmer expérimentalement si les mécanismes d'endommagement modélisés sont réalistes, en particulier pour les plis à $+/-30^\circ$.

Au delà du comportement mécanique, des analyses morphologiques de stratifiés élémentaires sont nécessaires. La comparaison entre les deux UD étudiés dans le chapitre 2 semble montrer que la répartition et la densité de fissures de retrait est indépendante de l'orientation des plis et du taux volumique de fibre. Cette hypothèse nécessite cependant des analyses complémentaires pour être confirmée.

Comportement mécanique de la matrice et des interfaces fibre/matrice. La forte incertitude sur les paramètres du modèle quasi-fragile des lois de comportement de la matrice et des interfaces (c'est à dire, pour chacun, la contrainte à rupture et l'énergie de rupture) est un des points faibles du modèle. En particulier, l'analyse paramétrique du chapitre 3 a montré que la valeur des contraintes à

rupture et d'énergie de rupture des interface fibre/matrice ont un effet un important sur le comportement à rupture de la cellule micro. Des essai de push-out à différents taux volumique de microporosité matricielles seraient utiles pour identifier si l'évolution des paramètres en fonction de la microporosité prise en compte pour le modèle est satisfaisante. Des essais cyclés permettraient d'identifier l'énergie de rupture [Wea06], et ne plus supposer que les énergies de rupture entre de la matrice et des interfaces fibre/matrice sont égales. Pour la matrice, un nombre suffisant d'essais de flexion 4 points à différents taux volumique de microporosité matricielle permettraient une identification plus précise de la contrainte et de l'énergie à rupture de la matrice [Doi21].

Il serait également intéressant d'effectuer ces essais (push-out et flexion) avec une matrice d'une autre nature que l'alumine, telle que l'aluminosilicate. La comparaison essai-calcul du chapitre 4 avec le matériau 2D semble montrer en effet une différence dans le comportement des deux matrices .

Les paramètres liés à l'endommagement de la matrice pourraient également être identifiés numériquement, par exemple avec la méthode des éléments discrets [Zok06; Jau12; Jau18]. Cette méthode nécessite la définition de forces de contact et de résistance entre les particules de la matrice. Cela requiert entre autre la connaissance de la géométrie et de la taille de jonction entre chaque grain de matrice, ce qui nécessite une bonne compréhension des mécanismes de jonction liés au frittage. La géométrie des particules de matrice, leur taille, la densité, ainsi que leur organisation sont également des données nécessaires pour la méthode des éléments discrets. Ainsi, au-delà de l'identification des paramètres pour la modélisation de l'endommagement de la matrice dans le cadre de ces travaux, la modélisation à l'échelle "nano" (à l'échelle de grains de matrice) permettrait de définir les caractéristiques d'une matrice optimale, ce qui constitue une réelle perspective de travail. Il serait aussi possible de comprendre en quoi les mécanismes d'endommagement dans une matrice aluminosilicate sont différents de ceux d'une matrice alumine.

Etude des mécanismes de frittage et de fissuration lors du procédé de mise en oeuvre. La compréhension des mécanismes de frittage entre les particules de la matrice serait donc un atout essentiel pour mieux comprendre et prédire les propriétés mécaniques de la matrice. Cela pourrait également permettre, en parallèle d'études morphologiques, de simuler la formation de fissures de retrait lors du procédé de mise en oeuvre. Le cas échéant, les géométries des cellules micro pourraient être améliorées en prenant en compte la présence de fissures de retrait. Cela permettrait alors d'analyser si la présence de fissures de retrait a un effet important sur le comportement à rupture des cellules micro, cet aspect n'ayant pas été pris en compte dans la méthode proposée.

Amélioration du modèle méso et extension de la chaine de modélisation multi-échelle par *virtual testing*. Il est tout d'abord nécessaire d'identifier dans quelle mesure le scénario d'endommagement modélisé reste valide (dans quelle gamme de température et pour quelle plage de microporosité matricielle ?)

Il serait avantageux d'enrichir le modèle du pli élémentaire UD en prenant en compte tous les modes d'endommagement observés expérimentalement. Premièrement, la prise en compte du délaminage serait une perspective intéressante, ce mode de rupture étant très nocif dans les structures stratifiées. Intégrer ce mode d'endommagement dans une stratégie de *virtual testing* requerrait au préalable de mieux comprendre comment ce mode d'endommagement s'initie, puis se propage. L'effet de la microstructure sur ce mode d'endommagement reste également à comprendre. Il a par exemple été observé que la présence de macropores de taille importante a un effet important sur les décohésions

fil/fil et fil/matrice pour des oxyde/oxyde tissés [Gue18]. De plus, bien que l'hypothèse de comportement linéaire dans le sens fibre ait été justifiée, les essais in-situ sous MEB semblent montrer que les fibres rompent de façon progressive en fin de sollicitation. Ce mode d'endommagement pourrait par exemple être pris en compte par un modèle de rupture probabiliste telle que la loi de Weibull. Le modèle du pli élémentaire pourrait également être enrichi à travers la prise en compte de sollicitations non monotones, et de l'effet de la température. Pour l'effet de la température, tous les paramètres du modèle d'endommagement du pli doivent être réidentifiés en fonction d'une température de sollicitation. Il serait intéressant d'étudier si, en caractérisant les propriétés des constituants à l'échelle micro en fonction de la température, les sollicitations virtuelles des cellules permettent une identification satisfaisante des paramètres du modèle pour modéliser le comportement en température. Le modèle micro-méso proposé pourrait être inclus dans une chaîne multi-échelle dédiée au calcul de structure, tout en conservant la stratégie d'identification des paramètres d'un modèle à une échelle donnée à l'aide de sollicitations virtuelles à l'échelle inférieure (par exemple, dans le cadre de ces travaux, des sollicitations virtuelles à l'échelle micro pour l'identification des paramètres à l'échelle méso). Dans ce cas, la sollicitation virtuelle de stratifiés à l'aide du modèle méso pourrait par exemple permettre d'identifier les paramètres de modèles macro, tel le modèle ODM de Sally [Sal20]. Cela permettrait par exemple d'analyser l'effet de variations locales de la morphologie du matériau à l'échelle d'une structure (figure 5.36), ce qui constitue une perspective de travail séduisante. De façon analogue, la compréhension et la modélisation des mécanismes de frittage permettrait d'identifier les propriétés de la matrice à l'aide de paramètres procédés tels que les temps et température de frittage, et non plus à partir d'informations sur la microstructure qui nécessitent un travail de caractérisation morphologique au préalable. Cela pourrait être un outil d'aide à l'optimisation de la mise en oeuvre.

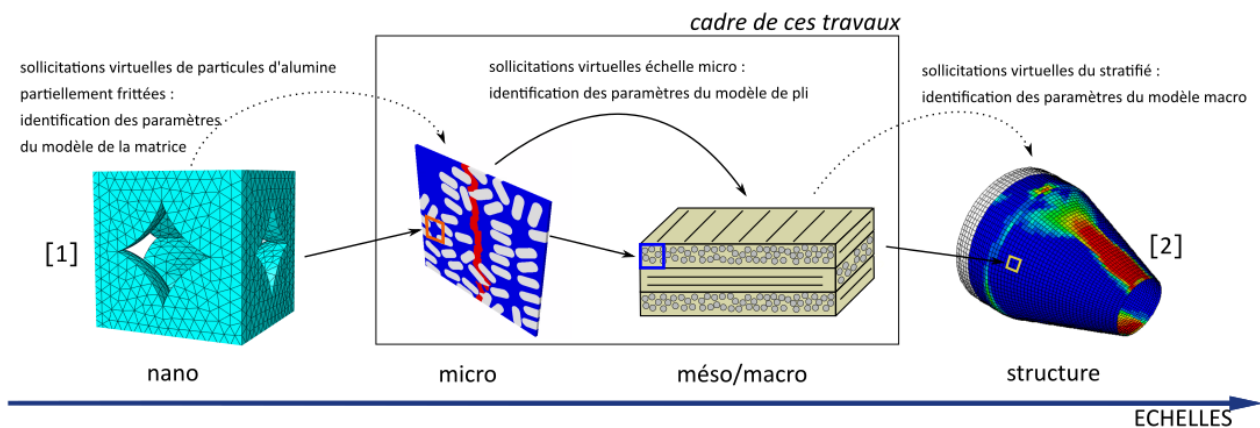


FIGURE 5.36 – Perspective d'intégration du modèle micro-méso proposé dans une démarche multi-échelle plus large ([1] illustration d'un modèle éléments finis de particules d'alumine partiellement frittées d'après Vennin [Ven18], [2] illustration d'un modèle éléments finis d'un plug de moteur d'un cône d'éjection d'après [Sal20])

Effet d'entaille en traction. L'analyse expérimentale de l'effet d'entaille sur le comportement mécanique pourrait être améliorée. Les mécanismes de délaminage en bord d'entaille n'ont par exemple pas été analysés. Pour ce faire, des essais arrêtés avant rupture pour observation sous tomographie X pourraient être intéressants. De même, l'instrumentation des essais par stéréocorrélation d'image sur

la face des éprouvettes permettraient d'étudier l'évolution des déformations hors plan. De plus, une dispersion expérimentale importante a été observée sur les contraintes à rupture d'éprouvettes à entaille en V du matériau 2D. Une telle dispersion n'a pas été observé pour les éprouvettes trouées (pour lesquelles un nombre plus important d'essais a été effectué), ou sur éprouvette UD entaillées. L'origine de cette dispersion expérimentale reste à établir. Des modèles numériques prenant en compte la microstructure du matériau pour permette d'établir si la variation locale de la microstructure en bord d'entaille permettrait d'expliquer l'origine ce phénomène [ES18 ; Ben19]. Enfin, une méthode prédictive pour la prédiction de la tenue en présence d'entaille et indépendante de la géométrie est ouverte à l'étude. Il serait pertinent d'accompagner de travail par une étude expérimentale de l'effet d'échelle (différentes largeur d'éprouvettes pour un même ratio longueur d'entaille / largeur d'éprouvette).

BIBLIOGRAPHIE

- [3M08] 3M. *Nextel Technical Reference Guide*. 2008.
- [Bai81] J. BAILEY et A. PARVIZI. “On Fibre Debonding Effects and the Mechanism of Transverse-Ply Failure in Cross-Ply Laminates of Glass Fibre/Thermoset Composites”. In : *Journal Of Materials Science* 16 (1981), p. 649-659.
- [Bar10] E. J. BARBERO et D. H. CORTES. “A Mechanistic Model for Transverse Damage Initiation, Evolution, and Stiffness Reduction in Laminated Composites”. In : *Composites Part B : Engineering* 41.2 (2010), p. 124-132.
- [Bea19] A BEABER, A PATEL, M SIMPSON, L VISSER, B JACKSON et M DAVIDSON. “Fabricating Parts from Alternate Weaves, a Path to Lower Cost CMC’s”. In : *43rd Annual Conference on Composites, Materials, and Structures* (2019).
- [Ben19] J. BENEZECH. “Modélisation Aux Échelles Méso- et Macroscopique Du Comportement Mécanique de Zones Singulières de Pièces de Structure En CMC”. Thèse de doct. Université de Bordeaux, 2019.
- [Ber85] J. G. BERRYMAN. “Measurement of Spatial Correlation Functions Using Image Processing Techniques”. In : *Journal of Applied Physics* 57.7 (1985), p. 2374-2384.
- [BR14] C. BEN RAMDANE. “Étude et Modélisation Du Comportement Mécanique de CMC Oxyde/Oxyde”. Thèse de doct. Université de Bordeaux, 2014.
- [Bre09] F BREEDE et M FRIESS. “Development of Advanced CMC Materials for Dual-Bell Rocket Nozzles”. In : *DLR* (2009), p. 10.
- [Bri16] S. BRIZARD. *Orientation Correlations among Rice Grains, Part 8 : Estimating the Correlations*. 2016.
- [Bro18] M. BROUTELLE. “Étude Des Mécanismes d’endommagement d’une Liaison Boulonnée de Matériaux Composites à Matrice Céramique Oxyde/Oxyde”. Thèse de doct. Université de Toulouse, 2018.
- [Bul99] V. N. BULSARA, R TALREJA et J QU. “Damage Initiation under Transverse Loading of Unidirectional Composites with Arbitrarily Distributed Defects”. In : *Composites Science and Technology* (1999), p. 673-682.
- [Bun18] A. R BUNSELL. *Handbook of Properties of Textile and Technical Fibres Ed. 2*. Woodhead Publishing, 2018.
- [Cam12] P. CAMANHO, G. ERÇIN, G. CATALANOTTI, S. MAHDI et P. LINDE. “A Finite Fracture Mechanics Model for the Prediction of the Open-Hole Strength of Composite Laminates”. In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 43.8 (2012), p. 1219-1225.

- [Cam16] G. CAMUS, C. LORRETTE, R. PAILLER, F. REBILLAT, B. REIGNIER et F. TEYSSANDIER. “Matériaux composites à matrice céramique et à renfort par fibres longues”. In : *Techniques de l'Ingénieur* (2016).
- [Car12] N CARRERE, F LAURIN et J.-F. MAIRE. “Micromechanical-Based Hybrid Mesoscopic 3D Approach for Non-Linear Progressive Failure Analysis of Composite Structures”. In : *Journal of Composite Materials* 46.19-20 (2012), p. 2389-2415.
- [Car13] N CARRERE, F LAURIN et J.-F. MAIRE. “Micromechanical-Based Hybrid Mesoscopic Three-Dimensional Approach for Non-Linear Progressive Failure Analysis of Composite Structures—Part B : Comparison with Experimental Data”. In : *Journal of Composite Materials* 47.6-7 (2013), p. 743-762.
- [Cha13] J.-S. CHARRIER. “Développement de Méthodologies Dédiées à l’analyse Robuste de La Tenue de Structures Composites Sous Chargements Complexes Tridimensionnels”. Thèse de doct. Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers, 2013.
- [Cha17] M. CHARRON. “Modélisation Basée Images Du Comportement Thermomécanique de Composite C/C”. Thèse de doct. Université de Bordeaux, 2017.
- [Chm14] M CHMIELEWSKI, S NOSEWICZ, K PIETRZAK, J ROJEK et A STROJNY-N. “Sintering Behavior and Mechanical Properties of NiAl, Al₂O₃, and NiAl-Al₂O₃ Composites”. In : *Journal of Materials Engineering and Performance* (2014), p. 12.
- [Cin04] M. K. CINIBULK, K. A. KELLER et T.-I. MAH. “Effect of Yttrium Aluminum Garnet Additions on Alumina-Fiber-Reinforced Porous-Alumina-Matrix Composites”. In : *Journal of the American Ceramic Society* 87.5 (2004), p. 881-887.
- [Coi] *Données COIC*.
- [Cou08] G. COUEGNAT. “Approche Multi-Échelle Du Comportement Mécanique de Matériaux Composites à Renfort Tissé”. Thèse de doct. Université de Bordeaux, 2008.
- [Dag13] F. DAGHIA et P. LADEVEZE. “Identification and Validation of an Enhanced Mesomodel for Laminated Composites within the WWFE-III”. In : *Journal of Composite Materials* 47.20-21 (2013), p. 2675-2693.
- [Dav05] C. G. DAVILA, P. P. CAMANHO et C. A. ROSE. “Failure Criteria for FRP Laminates”. In : *Journal of Composite Materials* 39.4 (2005), p. 323-345.
- [Den01] Z.-Y. DENG, T. FUKASAWA, M. ANDO, G.-J. ZHANG et T. OHJI. “Microstructure and Mechanical Properties of Porous Alumina Ceramics Fabricated by the Decomposition of Aluminum Hydroxide”. In : *Journal of the American Ceramic Society* 84.11 (2001), p. 2638-2644.
- [Doi15] A. DOITRAND, C. FAGIANO, V. CHIARUTTINI, F. LEROY, A. MAVEL et M. HIRSEKORN. “Experimental Characterization and Numerical Modeling of Damage at the Mesoscopic Scale of Woven Polymer Matrix Composites under Quasi-Static Tensile Loading”. In : *Composites Science and Technology* 119 (2015), p. 1-11.
- [Doi21] A. DOITRAND, R. HENRY et S. MEILLE. “Brittle Material Strength and Fracture Toughness Estimation from Four-Point Bending Test”. In : *Journal of Theoretical, Computational and Applied Mechanics* (2021), p. 1-17.

- [ES18] B. EL SAID, F. DAGHIA, D. IVANOV et S. R. HALLETT. “An Iterative Multiscale Modeling Approach for Nonlinear Analysis of 3D Composites”. In : *International Journal of Solids and Structures* 132–133 (2018), p. 42-58.
- [Esh57] J. ESHELBY. “The Determination of the Elastic Field of an Ellipsoidal Inclusion, and Related Problems”. In : *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences* 241.1226 (1957), p. 376-396.
- [Fli00] B. D. FLINN, R. K. BORDIA, A. ZIMMERMANN et J. RÖDEL. “Evolution of Defect Size and Strength of Porous Alumina during Sintering”. In : *Journal of the European Ceramic Society* 20.14-15 (2000), p. 2561-2568.
- [For13] A. FORGHANI, N. ZOBEIRY, A. POURSAITIP et R. VAZIRI. “A Structural Modelling Framework for Prediction of Damage Development and Failure of Composite Laminates”. In : *Journal of Composite Materials* 47.20-21 (2013), p. 2553-2573.
- [Fou19] G. FOURRIER, C. FAGIANO, M. HIRSEKORN, E. BARANGER et A. RASSINEUX. “Modélisation de la cinétique de fissuration à l'échelle mésoscopique des composites tissés”. In : *Proceedings - JNC2019*. 2019.
- [Fu20] C. FU et X. WANG. “Micro-Mechanical Analysis of Matrix Crack-Induced Delamination in Cross-Ply Laminates in Tension”. In : *Composite Structures* 243 (2020), p. 112202.
- [Ger20] J. GERMAIN. “Evaluation Des Capacités Prédéctives d'un Modèle Avancé Pour La Prévision de La Tenue de Plaques Stratifiées Perforées”. Thèse de doct. Université Paris-Saclay, 2020.
- [Gow13] Y. GOWAYED, G. OJARD, E. PREVOST, U. SANTHOSH et G. JEFFERSON. “Defects in Ceramic Matrix Composites and Their Impact on Elastic Properties”. In : *Composites Part B : Engineering* 55 (2013), p. 167-175.
- [Gow18] Y. GOWAYED, J. PIERCE, D. BUCHANAN, L. ZAWADA, R. JOHN et K. DAVIDSON. “Effect of Microstructural Features and Properties of Constituents on the Thermo-Elastic Properties of Ceramic Matrix Composites”. In : *Composites Part B : Engineering* 135 (2018), p. 155-165.
- [Gri13] E. GRIPPON. “Endommagement et Microfissuration d'un Composite à Matrice Céramique Tissé 3D : Approche Multi-Échelle et Évaluation Ultrasonore”. Thèse de doct. Université de Bordeaux, 2013.
- [Gri21] A. GRIFFITH. “The Phenomena of Rupture and Flow in Solids”. In : *Philosophical transactions of the royal society* 221 (1921), p. 163-198.
- [Gue18] N. GUEL. “Comportement Mécanique de Composites Oxydes : Relations Procédé-Microstructure-Propriétés”. Thèse de doct. Université de Lyon, 2018.
- [Hac10] S. HACKEMANN, F. FLUCHT et W. BRAUE. “Creep Investigations of Alumina-Based All-Oxide Ceramic Matrix Composites”. In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 41.12 (2010), p. 1768-1776.
- [Hal76] J. C. HALPIN et J. L. KARDOS. “The Halpin-Tsai Equations : A Review”. In : *Polymer Engineering and Science* 16.5 (1976), p. 344-352.

- [Har95] D. HARDY et D. J. GREEN. “Mechanical Properties of a Partially Sintered Alumina”. In : *Journal of the European Ceramic Society* 15.8 (1995), p. 769-775.
- [Has00] J. HASLAM, K. BERROTH et F. LANGE. “Processing and Properties of an All-Oxide Composite with a Porous Matrix”. In : *Journal of the European Ceramic Society* 20.5 (2000), p. 607-618.
- [Hea99] J. A. HEATHCOTE, X.-Y. GONG, J. Y. YANG, U. RAMAMURTY et F. W. ZOK. “In-Plane Mechanical Properties of an All-Oxide Ceramic Composite”. In : *Journal of the American Ceramic Society* 82.10 (1999), p. 10.
- [Her15] M. HERRÁEZ, D. MORA, F. NAYA, C. S. LOPES, C. GONZÁLEZ et J. LLORCA. “Transverse Cracking of Cross-Ply Laminates : A Computational Micromechanics Perspective”. In : *Composites Science and Technology* 110 (2015), p. 196-204.
- [Her16] M. HERRÁEZ, C. GONZÁLEZ, C. LOPES, R. G. DE VILLORIA, J. LLORCA, T. VARELA et J. SÁNCHEZ. “Computational Micromechanics Evaluation of the Effect of Fibre Shape on the Transverse Strength of Unidirectional Composites : An Approach to Virtual Materials Design”. In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 91 (2016), p. 484-492.
- [Her20] M. HERRÁEZ, J. SEGURADO, C. GONZÁLEZ et C. LOPES. “A Microstructures Generation Tool for Virtual Ply Property Screening of Hybrid Composites with High Volume Fractions of Non-Circular Fibers – VIPER”. In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 129 (2020), p. 105691.
- [Huc05] C. HUCHETTE. “Sur la complémentarité des approches expérimentales et numériques pour la modélisation des mécanismes d’endommagement des composites stratifiés”. Thèse de doct. Université Paris VI Pierre et Marie Curie, 2005.
- [Inc17] A. M. INC. *AX7800 Technical References*. 2017.
- [Jac07] P. JACKSON, M. RUGGLES-WRENN, S. BAEK et K. KELLER. “Compressive Creep Behavior of an Oxide–Oxide Ceramic Composite with Monazite Fiber Coating at Elevated Temperatures”. In : *Materials Science and Engineering : A* 454–455 (2007), p. 590-601.
- [Jai20] N. JAIN et D. KOCH. “Prediction of Failure in Ceramic Matrix Composites Using Damage-Based Failure Criterion”. In : *Journal of Composites Science* 4.4 (2020), p. 183.
- [Jau11] D. JAUFFRÈS, X. LIU et C. L. MARTIN. “Fracture Mechanics of Porous Ceramics Using Discrete Element Simulations”. In : *Procedia Engineering* 10 (2011), p. 2719-2724.
- [Jau12] D. JAUFFRÈS, C. MARTIN, A. LITCHNER et B. RAJENDRA. “Simulation of the Elastic Properties of Porous Ceramics with Realistic Microstructure”. In : (2012), p. 19.
- [Jau18] D. JAUFFRÈS, C. L. MARTIN et R. K. BORDIA. “Design of Strain Tolerant Porous Microstructures – A Case for Controlled Imperfection”. In : *Acta Materialia* 148 (2018), p. 193-201.
- [Jia18] R. JIANG, L. YANG, H. LIU, W. TAN, X. SUN, H. CHENG et W. MAO. “A Multiscale Methodology Quantifying the Sintering Temperature-Dependent Mechanical Properties of Oxide Matrix Composites”. In : *Journal of the American Ceramic Society* 101.7 (2018), p. 3168-3180.

- [Kac92] M. KACHANOV. "Effective Elastic Properties of Cracked Solids : Critical Review of Some Basic Concepts". In : *Applied Mechanics Reviews* 45.8 (1992), p. 304-335.
- [Kam96] Y. KAMINO, H. YOSHIHIRO et K. SATSUO. "Preparation and Mechanical Properties of Long Alumina Fiber/Alumina Matrix Composites". In : 28 (1996), p. 161-164.
- [Kas13] M KASHTALYAN et C SOUTIS. "Predicting Residual Stiffness of Cracked Composite Laminates Subjected to Multi-Axial Inplane Loading". In : *Journal of Composite Materials* 47.20-21 (2013), p. 2513-2524.
- [Kay07] F. KAYA. "Damage Assessment of Oxide Fibre Reinforced Oxide Ceramic Matrix Composites Using Acoustic Emission". In : *Ceramics International* 33.2 (2007), p. 279-284.
- [Kel03] K. A. KELLER, T.-I. MAH, T. A. PARTHASARATHY, E. E. BOAKYE, P. MOGILEVSKY et M. K. CINIBULK. "Effectiveness of Monazite Coatings in Oxide/Oxide Composites after Long-Term Exposure at High Temperature". In : *Journal of the American Ceramic Society* 86.2 (2003), p. 325-332.
- [Kel04] K. A. KELLER, T.-I. MAH, T. A. PARTHASARATHY et C. M. COOKE. "Fugitive Interfacial Carbon Coatings for Oxide/Oxide Composites". In : *Journal of the American Ceramic Society* 83.2 (2004), p. 329-336.
- [Kel15] K. A. KELLER, G. JEFFERSON et R. J. KERANS. "Oxide-Oxide Composites". In : *Ceramic Matrix Composites : Materials, Modeling and Technology*. The American Ceramic Society, 2015, p. 236-271.
- [Koc08] D KOCH, K TUSHTEV et G GRATHWOHL. "Ceramic Fiber Composites : Experimental Analysis and Modeling of Mechanical Properties". In : *Composites Science and Technology* 68.5 (2008), p. 1165-1172.
- [Kos03] V KOSTOPOULOS, T. LOUTAS, A KONTSOS, G SOTIRIADIS et Y. PAPPAS. "On the Identification of the Failure Mechanisms in Oxide/Oxide Composites Using Acoustic Emission". In : *NDT & E International* 36.8 (2003), p. 571-580.
- [Kov99] J. KOVACIK. "Correlation between Young's Modulus and Porosity in Porous Materials". In : *Journal of Materials Science Letters* 18 (1999), p. 1007-1010.
- [Kru04] R. KRUEGER. "Virtual Crack Closure Technique : History, Approach, and Applications". In : *Applied Mechanics Reviews* 57.2 (2004), p. 109-143.
- [Kus09] V. KUSHCH, I. SEVOSTIANOV et L. MISHNAEVSKY. "Effect of Crack Orientation Statistics on Effective Stiffness of Mircocracked Solid". In : *International Journal of Solids and Structures* 46.6 (2009), p. 1574-1588.
- [Lad00] P. LADEVÈZE, O. ALLIX, J.-F. DEÛ et D. LÉVÊQUE. "A Mesomodel for Localisation and Damage Computation in Laminates". In : *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 183.1-2 (2000), p. 105-122.
- [Lad17] P. LADEVÈZE, D. NÉRON et H. BAINIER. "A Virtual Testing Approach for Laminated Composites Based on Micromechanics". In : *The Structural Integrity of Carbon Fiber Composites*. Sous la dir. de P. W. R. BEAUMONT, C. SOUTIS et A. HODZIC. Cham : Springer International Publishing, 2017, p. 667-698.

- [Lam94] D. C. C. LAM, F. F. LANGE et A. G. EVANS. “Mechanical Properties of Partially Dense Alumina Produced from Powder Compacts”. In : *Journal of the American Ceramic Society* 77.8 (1994), p. 2113-2117.
- [Leg02] D. LEGUILLON. “Strength or Toughness ? A Criterion for Crack Onset at a Notch”. In : *European Journal of Mechanics - A/Solids* 21.1 (2002), p. 61-72.
- [Leg18] B. LEGIN. “Étude Du Comportement d’un Matériau Composite à Matrice Céramique”. Thèse de doct. Université de Technologie de Compiègne, 2018.
- [Leg19] Y. LEGERSTEE. *Modélisation Du Comportement Mécanique de Composites à Matrice Céramique Renforcés Par Des Fibres Courtes*. Rapport de Stage - LCTS/ENSMA. 2019.
- [Lev98] C. G. LEVI, J. Y. YANG, B. J. DALGLEISH, F. W. ZOK et A. G. EVANS. “Processing and Performance of an All-Oxide Ceramic Composite”. In : *Journal of the American Ceramic Society* 81.8 (1998), p. 2077-2086.
- [Liu19] H. LIU, Z. YANG et H. YUAN. “A Novel Elastoplastic Constitutive Model for Woven Oxide/Oxide Ceramic Matrix Composites with Anisotropic Hardening”. In : *Composite Structures* 229 (2019), p. 111-420.
- [Liu20] H. LIU, H. YUAN et Z. YANG. “Damage Modeling of Oxide/Oxide Ceramic Matrix Composites under Cyclic Loading Conditions”. In : *Ceramics International* 46.15 (2020), p. 23379-23389.
- [Lon11] A. LONG et L. BROWN. “Modelling the Geometry of Textile Reinforcements for Composites : TexGen”. In : *Composite Reinforcements for Optimum Performance*. Elsevier, 2011, p. 239-264.
- [Mag10] J. S. MAGDESKI. “The Porosity Dependence of Mechanical Properties of Sintered Alumina”. In : *Journal of the University of Chemical Technology and Metallurgy* 45.2 (2010), p. 143-148.
- [Mah15] T.-I. MAH, K. A. KELLER, R. J. KERANS et M. K. CINIBULK. “Reduced Cracking in Oxide Fiber-Reinforced Oxide Composites via Freeze-Dry Processing”. In : *Journal of the American Ceramic Society* 98.5 (2015), p. 1437-1443.
- [Mai11] P. MAIMÍ, P. CAMANHO, J. MAYUGO et A. TURON. “Matrix Cracking and Delamination in Laminated Composites. Part II : Evolution of Crack Density and Delamination”. In : *Mechanics of Materials* 43.4 (2011), p. 194-211.
- [Mal08] S. MALL et J.-M. AHN. “Frequency Effects on Fatigue Behavior of Nextel720TM/Alumina at Room Temperature”. In : *Journal of the European Ceramic Society* 8 (2008), p. 2783-2789.
- [Mal12] J.-C. MALENFANT. “Influence de l’endommagement Sur La Perméabilité Des Matériaux Composites : Application à La Conception d’une Capacité Cryogénique sans Liner”. Thèse de doct. Université de Bordeaux, 2012.
- [Mar10] L. MARCIN. “Modélisation Du Comportement, de l’endommagement, et de La Rupture de Matériaux Composites à Renforts Tissés Pour Le Dimensionnement Robuste de Structures”. Thèse de doct. Université de Bordeaux, 2010.

- [Mar12] E. MARTIN, D. LEGUILLON et N. CARRÈRE. “A Coupled Strength and Toughness Criterion for the Prediction of the Open Hole Tensile Strength of a Composite Plate”. In : *International Journal of Solids and Structures* 49.26 (2012), p. 3915-3922.
- [Mar18] L. MARAGONI, P. CARRARO et M. QUARESIMIN. “Periodic Boundary Conditions for FE Analyses of a Representative Volume Element for Composite Laminates with One Cracked Ply and Delaminations”. In : *Composite Structures* 201 (2018), p. 932-941.
- [Mat95] A. MATZENMILLER, J. LUBLINER et R. TAYLOR. “A Constitutive Model for Anisotropic Damage in Fiber-Composites”. In : *Mechanics of Materials* 20.2 (1995), p. 125-152.
- [Maz18] V. MAZARS. “Etude Des Endommagements Sur CMC Par Une Approche de Modélisation Micro-Méso Alimentée Par Des Essais in-Situ”. Thèse de doct. Université de Bordeaux, 2018.
- [Meh07] J MEHRMAN, M RUGGLESWRENN et S BAEK. “Influence of Hold Times on the Elevated-Temperature Fatigue Behavior of an Oxide–Oxide Ceramic Composite in Air and in Steam Environment”. In : *Composites Science and Technology* 67.7-8 (2007), p. 1425-1438.
- [Mit07] C. MITTELSTEDT et W. BECKER. “Free-Edge Effects in Composite Laminates”. In : *Applied Mechanics Reviews* 60.5 (2007), p. 217-245.
- [MM16] C. MEDINA M, J. M. MOLINA-ALDAREGUÍA, C. GONZÁLEZ, M. F. MELENDREZ, P. FLORES et J. LLORCA. “Comparison of Push-in and Push-out Tests for Measuring Interfacial Shear Strength in Nano-Reinforced Composite Materials”. In : *Journal of Composite Materials* 50.12 (2016), p. 1651-1659.
- [Mor73] T MORI et K TANAKA. “Average Stress in Matrix and Average Elastic Energy of Materials with Misfitting Inclusions”. In : *Acta Metallurgica* 21.5 (1973), p. 571-574.
- [Mou15] M. MOURE, F. OTERO, S. GARCÍA-CASTILLO, S. SÁNCHEZ-SÁEZ, E. BARBERO et E. BARBERO. “Damage Evolution in Open-Hole Laminated Composite Plates Subjected to in-Plane Loads”. In : *Composite Structures* 133 (2015), p. 1048-1057.
- [Múg19] J. MÚGICA, C. LOPES, F. NAYA, M. HERRÁEZ, V. MARTÍNEZ et C. GONZÁLEZ. “Multiscale Modelling of Thermoplastic Woven Fabric Composites : From Micromechanics to Mesomechanics”. In : *Composite Structures* 228 (2019), p. 111340.
- [Nan95] S. C. NANJANGUD et D. J. GREEN. “Mechanical Behavior of Porous Glasses Produced by Sintering of Spherical Particles”. In : *Journal of the European Ceramic Society* 15.7 (1995), p. 655-660.
- [O’B82] T. O’BRIEN. *Characterization of Delamination Onset and Growth in a Composite Laminate*. Rapp. tech. ASTM International, 1982, p. 140-140-28.
- [Orl03] B. ORLOWSKI, E. H. SAENGER, Y. GUÉGUEN et S. SHAPIRO. “Effect of Parallel Crack Distributions on Effective Elastic Properties - a Numerical Study”. In : *International Journal of Fracture* 125 (2003), p. 171-178.
- [Ost98] T. OSTROWSKI, A. ZIEGLER, R. K. BORDIA et J. RÖDEL. “Evolution of Young’s Modulus, Strength, and Microstructure during Liquid-Phase Sintering”. In : *Journal of the American Ceramic Society* 81.7 (1998), p. 1852-1860.

- [Pah08a] D. H. PAHR et H. J. BOHM. “Assessment of Mixed Uniform Boundary Conditions for Predicting the Mechanical Behavior of Elastic and Inelastic Discontinuously Reinforced Composites”. In : (2008), p. 1-12.
- [Pah08b] D. H. PAHR et P. K. ZYSSET. “Influence of Boundary Conditions on Computed Apparent Elastic Properties of Cancellous Bone”. In : *Biomechanics and Modeling in Mechanobiology* 7.6 (2008), p. 463-476.
- [Par78] A. PARVIZI, K. GARETT et J. BAILEY. “Constrained Cracking in Glass Fibre-Reinforced Epoxy Cross-Ply Laminates”. In : *Journal Of Materials Science* 13 (1978), p. 195-201.
- [Pee96] R. PEERLINGS, R. DE BORST, W. BREKELMANS et J. DE VREE. “Gradient Enhanced Damage for Quasi-Brittle Materials”. In : *International Journal for numerical methods in engineering* (1996), p. 13.
- [Pha87] K. K. PHANI et S. K. NIYOGI. “Young’s Modulus of Porous Brittle Solids”. In : *Journal of Materials Science* 22.1 (1987), p. 257-263.
- [Pie07] F. PIERRON, B. GREEN, M. WISNOM et S. HALLETT. “Full-Field Assessment of the Damage Process of Laminated Composite Open-Hole Tensile Specimens. Part II : Experimental Results”. In : 38 (2007), p. 2321-2332.
- [Pin12] S. PINHO, R. DARVIZEH, P. ROBINSON, C. SCHUECKER et P. CAMANHO. “Material and Structural Response of Polymer-Matrix Fibre-Reinforced Composites”. In : *Journal of Composite Materials* 46.19-20 (2012), p. 2313-2341.
- [Pin13] S. PINHO, G. VYAS et P. ROBINSON. “Response and Damage Propagation of Polymer-Matrix Fibre-Reinforced Composites : Predictions for WWFE-III Part A”. In : *Journal of Composite Materials* 47.20-21 (2013), p. 2595-2612.
- [Pir21] T. J. PIRZADA, D. LIU, J. ELL, H. BARNARD, I. ŠULÁK, M. GALANO, T. J. MARROW et R. O. RITCHIE. “In Situ Observation of the Deformation and Fracture of an Alumina-Alumina Ceramic-Matrix Composite at Elevated Temperature Using x-Ray Computed Tomography”. In : *Journal of the European Ceramic Society* (2021), S0955221921000467.
- [Pri20] W. E. PRITZKOW, R. S. ALMEIDA, L. B. MATEUS, K. TUSHTEV et K. REZWAN. “All-Oxide Ceramic Matrix Composites (OCMC) Based on Low Cost 3M Nextel™ 610 Fabrics”. In : *Journal of the European Ceramic Society* (2020), S0955221920304374.
- [Pul17] D. PULUNGAN, G. LUBINEAU, A. YUDHANTO, R. YALDIZ et W. SCHIJVE. “Identifying Design Parameters Controlling Damage Behaviors of Continuous Fiber-Reinforced Thermoplastic Composites Using Micromechanics as a Virtual Testing Tool”. In : *International Journal of Solids and Structures* 117 (2017), p. 177-190.
- [Pyr94] R. PYRZ. “Quantitative Description of the Microstructure of Composites. Part I : Morphology of Unidirectional Composite Systems”. In : *Composites Science and Technology* 50.2 (1994), p. 197-208.
- [Raj14] V. P. RAJAN, J. H. SHAW, M. N. ROSSOL et F. W. ZOK. “An Elastic-Plastic Constitutive Model for Ceramic Composite Laminates”. In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 66 (2014), p. 44-57.

- [Ric12] H. RICHTER. “Multiscale homogenization of ceramic composites with porous matrix phase”. Thèse de doct. Ruhr-Universität Bochum, 2012.
- [Ric16] H. RICHTER et P. W. PETERS. “Tensile Strength Distribution of All-Oxide Ceramic Matrix Mini-Composites with Porous Alumina Matrix Phase”. In : *Journal of the European Ceramic Society* 36.13 (2016), p. 3185-3191.
- [Ric96] R. W. RICE. “Evaluation and Extension of Physical Property-Porosity Models Based on Minimum Solid Area”. In : *Journal of Materials Science* 31.1 (1996), p. 102-118.
- [Rip77] B. D. RIPLEY. “Modelling Spatial Patterns”. In : *Journal of the Royal Statistical Society : Series B (Methodological)* 39.2 (1977), p. 172-192.
- [Rob00] A. P. ROBERTS et E. J. GARBOCZI. “Elastic Properties of Model Porous Ceramics”. In : *Journal of the American Ceramic Society* 83.12 (2000), p. 3041-3048.
- [Rug06a] M. RUGGLES-WRENN, S. MALL, C. EBER et L. HARLAN. “Effects of Steam Environment on High-Temperature Mechanical Behavior of Nextel™720/Alumina (N720/A) Continuous Fiber Ceramic Composite”. In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 37.11 (2006), p. 2029-2040.
- [Rug06b] M. RUGGLES-WRENN, S. MUSIL, S. MALL et K. KELLER. “Creep Behavior of Nextel™610/Monazite/Alumina Composite at Elevated Temperatures”. In : *Composites Science and Technology* 66.13 (2006), p. 2089-2099.
- [Rug18] M. B. RUGGLES-WRENN. “Mechanical Behavior of Oxide–Oxide Fiber-Reinforced CMCs at Elevated Temperature : Environmental Effects”. In : *Comprehensive Composite Materials II*. Elsevier, 2018, p. 174-236.
- [Sal15] D. T. D. SALVO. “Mechanical Characterisation of a Fibre Reinforced Oxide/Oxide Ceramic Matrix Composite”. In : *Journal of the European Ceramic Society* (2015), p. 8.
- [Sal20] O. SALLY. “Stratégies de Calcul Pour La Prévision de Durée de Vie Des Structures Composites Soumises à Des Chargements Complexes : Application Aux Composites Oxyde/Oxyde”. Thèse de doct. Université Paris-Saclay, 2020.
- [Sam20] A. F. SAMUEL, P. G. CHRISTODOULOU et F. W. ZOK. “Strain Fields around Strain-concentrating Features in Fiber-reinforced Oxide Composites”. In : *Journal of the American Ceramic Society* 103.3 (2020), p. 1942-1955.
- [Sap13] S. B. SAPOZHNIKOV et S. I. CHEREMNYKH. “The Strength of Fibre Reinforced Polymer under a Complex Loading”. In : *Journal of Composite Materials* 47.20-21 (2013), p. 2525-2552.
- [Sch03] M. SCHMÜCKER, A. GRAFMÜLLER et H. SCHNEIDER. “Mesostructure of WHIPOX All Oxide CMCs”. In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 34.7 (2003), p. 613-622.
- [Sch05] M. SCHMÜCKER et H. SCHNEIDER. “Chapter 17, WHIPOX All Oxide Ceramic Matrix Composites”. In : *Handbook of Ceramic Composites*. Narotam P. Bensall. Kluwer academic publishers, 2005, p. 423-457.

- [Sch08] M. SCHMÜCKER et P. MECHNICH. “All-Oxide Ceramic Matrix Composites with Porous Matrices”. In : *Ceramic Matrix Composites*. Sous la dir. de W. KRENKEL. Weinheim, Germany : Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2008, p. 205-229.
- [Sch10] M. SCHMÜCKER et P. MECHNICH. “Improving the Microstructural Stability of Nextel™ 610 Alumina Fibers Embedded in a Porous Alumina Matrix”. In : *Journal of the American Ceramic Society* (2010).
- [She04] L. SHEN et J. LI. “A Numerical Simulation for Effective Elastic Moduli of Plates with Various Distributions and Sizes of Cracks”. In : *International Journal of Solids and Structures* 41.26 (2004), p. 7471-7492.
- [Shi14] Y. SHI. “Determination of Elastic Properties for a Wound Oxide Ceramic Composite”. In : *J. Ceram. Sci. Tech.* 01 (2014).
- [Shi18] Y. SHI. “Investigation and Modeling of Tensile Failure Properties of Wound Ceramic Matrix Composites”. In : *Composites Part A* (2018), p. 11.
- [Sim05] R. A. SIMON. “Progress in Processing and Performance of Porous-Matrix Oxide/Oxide Composites”. In : *International Journal of Applied Ceramic Technology* 2.2 (2005), p. 141-149.
- [Sim17] C. SIMON. “Méthodologie Pour Le Durcissement et l'accélération d'essais Sur Composites à Matrice Céramique Aéronautiques”. Thèse de doct. Université de Bordeaux, 2017.
- [Son14] G. SONI, R. SINGH, M. MITRA et B. G. FALZON. “Modelling Matrix Damage and Fibre–Matrix Interfacial Decohesion in Composite Laminates via a Multi-Fibre Multi-Layer Representative Volume Element (M2RVE)”. In : *International Journal of Solids and Structures* 51.2 (2014), p. 449-461.
- [Spi62] S. SPINNER, F. KNUDSEN et L. STONE. “Elastic Constant- Porosity Relations for Polycrystalline Thoria”. In : *Journal Of Research of the National Bureau of Standards* 67 (1962), p. 39-46.
- [Spr61] R. M. SPRIGGS. “Expression for Effect of Porosity on Elastic Modulus of Polycrystalline Refractory Materials, Particularly Aluminum Oxide”. In : *Journal of the American Ceramic Society* 44.12 (1961), p. 628-629.
- [Tan01] G. P. TANDON, D. J. BUCHANAN, N. J. PAGANO et R. JOHN. “Analytical and Experimental Characterization of Thermo-Mechanical Properties of a Damaged Woven Oxide-Oxide Composite”. In : *Ceramic Engineering and Science Proceedings*. Sous la dir. de M. SINGH et T. JESSEN. T. 22. Hoboken, NJ, USA : John Wiley & Sons, Inc., 2001, p. 687-694.
- [Tor02] S. TORQUATO. “Statistical Description of Microstructures”. In : *Annual Review of Materials Research* 32.1 (2002), p. 77-111.
- [Tri06] D. TRIAS, J. COSTA, A. TURON et J. HURTADO. “Determination of the Critical Size of a Statistical Representative Volume Element (SRVE) for Carbon Reinforced Polymers”. In : *Acta Materialia* 54.13 (2006), p. 3471-3484.
- [Var99] J. VARNA et R. JO. “Damage in Composite Laminates with Off-Axis Plies”. In : *Composites Science and Technology* (1999), p. 2139-2147.

- [Vas18] V. VASECHKO, F. FLUCHT et N. RAHNER. “Mechanical Investigation of Weak Regions in a Wound Oxide-Oxide Ceramic Matrix Composite”. In : *Journal of the European Ceramic Society* 38.15 (2018), p. 5192-5199.
- [Vau10] T. VAUGHAN et C. MCCARTHY. “A Combined Experimental–Numerical Approach for Generating Statistically Equivalent Fibre Distributions for High Strength Laminated Composite Materials”. In : *Composites Science and Technology* 70.2 (2010), p. 291-297.
- [Ven18] M. VENNIN. *Modélisation de La Corrélation Structure-Propriétés d’un Composite Oxyde*. Rapp. tech. Safran Ceramics, 2018.
- [Vol15] E. VOLKMANN, K. TUSHTEV, D. KOCH, C. WILHELMI, J. GÖRING et K. REZWAN. “Assessment of Three Oxide/Oxide Ceramic Matrix Composites : Mechanical Performance and Effects of Heat Treatments”. In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 68 (2015), p. 19-28.
- [Wan84] J. C. WANG. “Young’s Modulus of Porous Materials”. In : *Journal Of Materials Science* 19 (1984), p. 809-814.
- [Wea06] J. H. WEAVER, J. RANNOU, M. A. MATTONI et F. W. ZOK. “Interface Properties in a Porous-Matrix Oxide Composite”. In : *Journal of the American Ceramic Society* 0.0 (2006), p. 2869-2873.
- [Wea07] J. H. WEAVER, J. YANG, C. G. LEVI, F. W. ZOK et J. B. DAVIS. “A Method for Coating Fibers in Oxide Composites”. In : *Journal of the American Ceramic Society* 90.4 (2007), p. 1331-1333.
- [Wen21] Z. WEN, X. ZHANG, X. YUE, C. ZHANG, Y. ZHANG et Z. YUE. “Monotonic Tension Behavior of 2D Woven Oxide/Oxide Ceramic Matrix Composites at Ultra-High Temperature”. In : *Journal of the European Ceramic Society* (2021).
- [Whi74] J. WHITNEY et R. NUISMER. “Stress Fracture Criteria for Laminated Composites Containing Stress Concentrations”. In : *Journal of Composite Materials* 8.3 (1974), p. 253-265.
- [Wid66] B. WIDOM. “Random Sequential Addition of Hard Spheres to a Volume”. In : *The Journal of Chemical Physics* 44.10 (1966), p. 3888-3894.
- [Wil01] D. M. WILSON et L. R. VISSER. “High Performance Oxide Fibers for Metal and Ceramic Composites”. In : *Composites Part A* 32 (2001), p. 1143-1153.
- [Wis12] M. R. WISNOM. “The Role of Delamination in Failure of Fibre-Reinforced Composites”. In : *Philosophical Transactions of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 370.1965 (2012), p. 1850-1870.
- [Yan09] J. Y. YANG, J. H. WEAVER, F. W. ZOK et J. J. MACK. “Processing of Oxide Composites with Three-Dimensional Fiber Architectures”. In : *Journal of the American Ceramic Society* 92.5 (2009), p. 1087-1092.
- [Zaw03] L. P. ZAWADA, R. S. HAY, S. S. LEE et J. STAEHLER. “Characterization and High-Temperature Mechanical Behavior of an Oxide/Oxide Composite”. In : *Journal of the American Ceramic Society* 86.6 (2003), p. 981-990.

- [Zha17] D. ZHANG, P. MEYER et A. M. WAAS. “An Experimentally Validated Computational Model for Progressive Damage Analysis of Notched Oxide/Oxide Woven Ceramic Matrix Composites”. In : *Composite Structures* 161 (2017), p. 264-274.
- [Zok01] F. W. ZOK et C. G. LEVI. “Mechanical Properties of Porous-Matrix Ceramic Composites”. In : *Advanced Engineering Materials* (2001), p. 15-23.
- [Zok06] F. W. ZOK. “Developments in Oxide Fiber Composites”. In : *Journal of the American Ceramic Society* 89.11 (2006), p. 3309-3324.
- [Zub14] L. ZUBILLAGA, A. TURON, P. MAIMÍ, J. COSTA, S. MAHDI et P. LINDE. “An Energy Based Failure Criterion for Matrix Crack Induced Delamination in Laminated Composite Structures”. In : *Composite Structures* 112 (2014), p. 339-344.

Annexe A

CRITÈRE DE RUPTURE PAR DÉLAMINAGE

Le critère MCID (*Matrix Cracked Induced Delamination*) [Zub14] est utilisé pour prédire l'initiation de macrodélaminages. Ce critère compare l'énergie libérée par l'initiation de fissures de délaminage (figure A.1) à une énergie de rupture à l'interface pli-pli G_c^{pli} (paramètre à identifier). Le critère est satisfait lorsque $G \geq G_c^{pli}$ (équation A.1). Il est utilisé dans le chapitre 4 en post-process d'un calcul prenant en compte l'endommagement des plis.

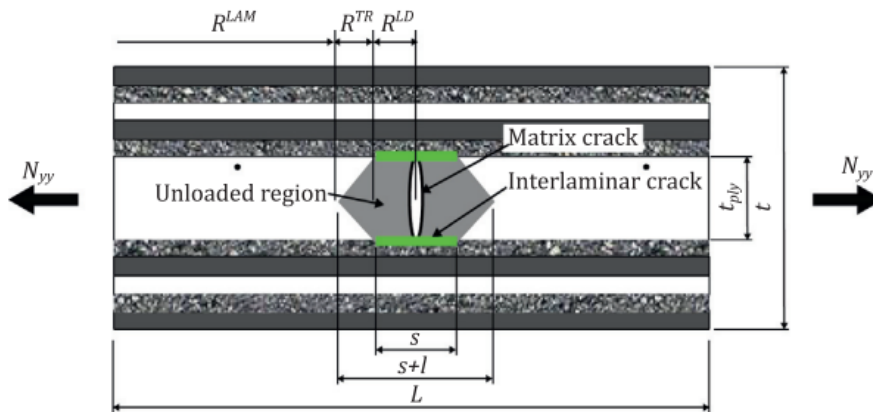


FIGURE A.1 – Illustration de la zone décharge lors de la création de fissures de délaminages induites par une fissure transverse [Zub14]

Le critère MCID suppose que le délaminage se produit lorsque l'énergie libérée par l'initiation de fissures de délaminage est supérieure à une valeur critique G_c^{pli}

$$G = \frac{1}{2n} [N^T M^T] \begin{bmatrix} \bar{a} & \bar{b} \\ \bar{b} & \bar{d} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} N \\ M \end{bmatrix} \geq G_c^{pli} \quad (\text{A.1})$$

avec $n=1$ si les plis délaminés sont à l'extérieur du stratifié et $n=2$ sinon, N et M sont respectivement les efforts par unité de longueur et les moments appliqués au stratifié, et les termes \bar{a} , \bar{b} , et \bar{d} sont des matrices 3x3 qui représentent la différence de souplesse entre la région du stratifié non délaminée,

et la région délaminées :

$$\begin{bmatrix} \bar{a} & \bar{b} \\ \bar{b} & \bar{d} \end{bmatrix}^{-1} = \begin{bmatrix} A_{LD} & B_{LD} \\ B_{LD} & D_{LD} \end{bmatrix}^{-1} - \begin{bmatrix} A & B \\ B & D \end{bmatrix}^{-1} \quad (\text{A.2})$$

où les matrices 3×3 A, B, D constituent la matrice de raideur du stratifié dans la zone non délaminée notée R^{LAM} sur la figure A.1 et calculée par la théorie classique des stratifiés, et A_{LD}, B_{LD}, D_{LD} constituent la matrice de raideur du stratifié dans la zone délaminée notée R^{LD} sur la figure A.1. Nous ferons l'hypothèse que les plis pour lesquels le délaminage est initié sont totalement déchargés dans la zone délaminée, et calculerons donc les matrices A_{LD}, B_{LD}, D_{LD} à l'aide de la théorie classique des stratifiés en considérant des propriétés mécaniques nulles pour les plis délaminés. Si aucun moment n'est appliqué au stratifié et en négligeant les termes de couplage induits par une stratification non équilibrée/symétrique, l'équation A.1 peut alors être réécrite telle que :

$$G = \frac{1}{2n} \sigma \chi \sigma \quad (\text{A.3})$$

avec :

$$\chi = S^T A^T \bar{a} A S \quad (\text{A.4})$$

où A a été calculée par la théorie classique des stratifiés dans le sens de chargement, et S la matrice de souplesse des plis délaminés. Les matrices S et \bar{a} sont évalués dans le système de coordonnées local des plis délaminés. L'équation A.3 permet donc de réécrire le critère de rupture de l'équation A.1 en fonction de la souplesse du stratifié, de la souplesse des plis délaminés, et des contraintes dans le plan des plis délaminés (équation A.5).

$$\left(\frac{\sigma_{11}}{X_1^{MD}} \right)^2 + \left(\frac{\sigma_{22}}{X_2^{MD}} \right)^2 + \left(\frac{\tau_{12}}{X_6^{MD}} \right)^2 + \frac{\sigma_{11} \sigma_{22}}{X_{12}^{MD}} + \frac{\sigma_{11} \tau_{12}}{X_{16}^{MD}} + \frac{\sigma_{22} \tau_{12}}{X_{26}^{MD}} \leq 1 \quad (\text{A.5})$$

avec σ_{11} contrainte de traction dans l'axe des fibres, σ_{22} contrainte de traction hors axe, et τ_{12} contrainte de cisaillement plan, et :

$$X_{11}^{MD} = \sqrt{\frac{2nG_c^{pli}}{\chi_{11}}} \quad (\text{A.6})$$

$$X_{22}^{MD} = \sqrt{\frac{2nG_c^{pli}}{\chi_{22}}} \quad (\text{A.7})$$

$$X_{66}^{MD} = \sqrt{\frac{2nG_c^{pli}}{\chi_{66}}} \quad (\text{A.8})$$

$$X_{12}^{MD} = \frac{2nG_c^{pli}}{\chi_{12} + \chi_{21}} \quad (\text{A.9})$$

$$X_{16}^{MD} = \frac{2nG_c^{pli}}{\chi_{16} + \chi_{61}} \quad (\text{A.10})$$

$$X_{26}^{MD} = \frac{2nG_c^{pli}}{\chi_{26} + \chi_{62}} \quad (\text{A.11})$$

Annexe B

MODÈLES D'HOMOGENÉISATION DES HÉTÉROGÉNÉITÉS DE LA MATRICE

Afin de prendre en compte les hétérogénéités de la matrice (fissures de retrait et macropores), des modèles d'homogénéisation analytiques seront utilisés pour définir le tenseur d'élasticité d'une matrice "équivalente" considérée comme homogène. Les fissures de retrait seront prises en compte avec le modèle différentiel [Kac92], tandis que la présence de macropores sera prise en compte à l'aide du modèle de Mori-Tanaka [Mor73].

Définition d'une matrice équivalente prenant en compte les fissures de retrait : modèle différentiel. L'analyse morphologique du chapitre 1 montre que les fissures du matériau UD sont réparties de façon homogène, et une faible variation est mesurée sur la longueur des fissures. En revanche, l'orientation des fissures dans le plan 23 du pli n'est pas aléatoire, et montre une orientation préférentielle entre 60° et 80° par rapport à l'axe 2 (figure B.1). Kushch et al. [Kus09] étudient l'effet de cette orientation préférentielle par l'introduction d'un paramètre λ quantifiant le "désordre" de l'orientation des fissures. La fonction de probabilité cumulée de l'orientation des fissures est alors définie par :

$$F_\theta(x) = P(\theta < x) = 0.5 + A_\lambda \tan^{-1}(x/\lambda) \quad (\text{B.1})$$

où θ est l'orientation des fissures, et $A_\lambda = 1/(2 \tan^{-1}(\pi/2\lambda))$. Le graphe B.1 montre que l'organisation des fissures dans le matériau UD dans le plan 23 correspond à un paramètre $\lambda = 1.3$. La figure B.2 illustre des exemples d'organisation des fissures pour plusieurs paramètres λ , et démontre que l'organisation des fissures est proche d'une orientation aléatoire. Nous ferons donc l'hypothèse d'orientation aléatoire par simplification, afin d'utiliser les modèles analytiques proposés dans la littérature. Dans ce cas, les études numériques démontrent la bonne prédictabilité du modèle différentiel [Orl03 ; She04 ; Kus09].

Le modèle différentiel se base sur l'hypothèse que l'énergie élastique d'un milieu microfissuré est égale à la somme de l'énergie élastique du milieu non fissuré, et de l'énergie élastique nécessaire pour l'insertion de chaque fissure.

$$W = \frac{1}{2} \sigma : C_{eff} : \sigma = \frac{1}{2} \sigma : C_0 : \sigma + \Delta W \quad (\text{B.2})$$

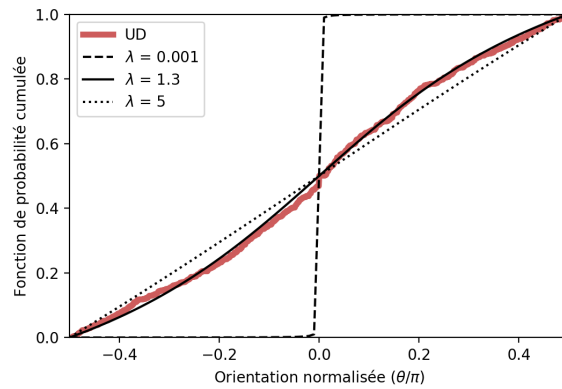
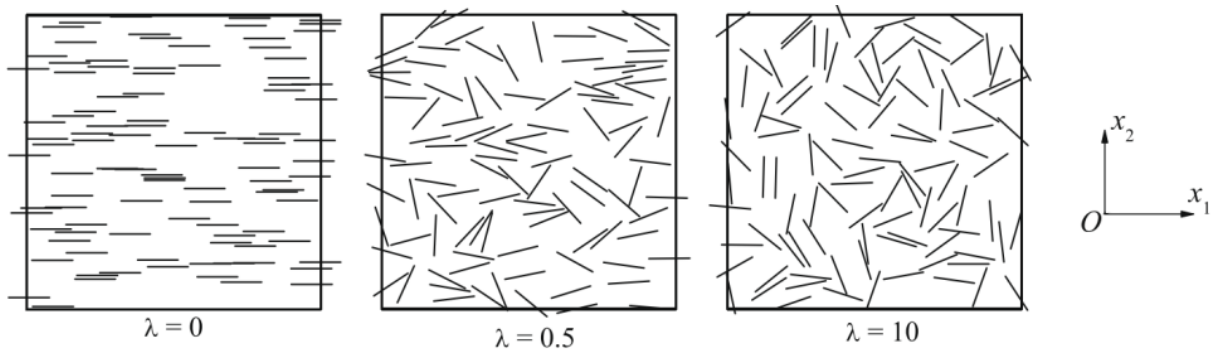
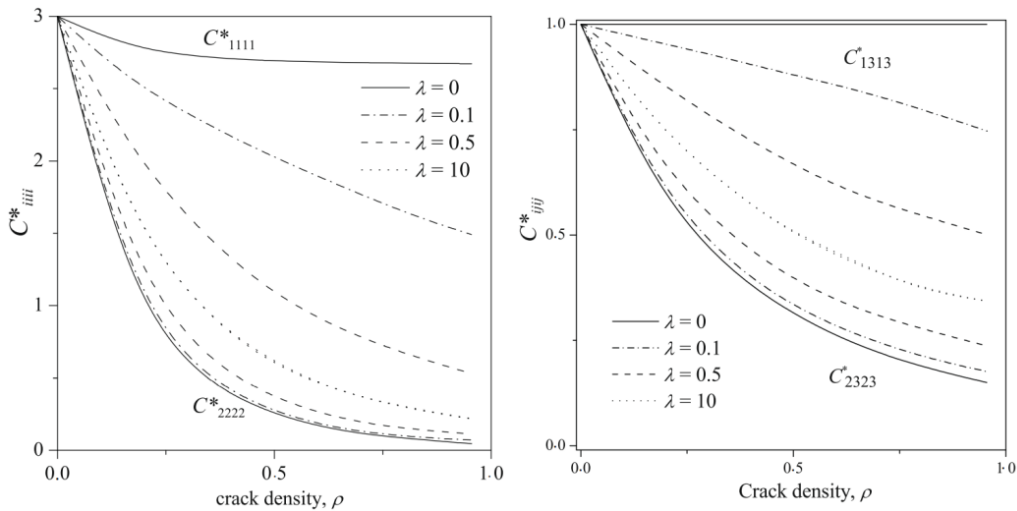


FIGURE B.1 – Probabilité cumulée de l'orientation des fissures en fonction du paramètre λ (équation B.1, et comparaison avec les mesures du matériau UD).



(a) Illustration de l'organisation des fissures selon le paramètre λ



(b) Effet de λ et ρ_{micro} sur la rigidité en traction

FIGURE B.2 – Exemple d'organisation du réseau de fissure selon le paramètre λ et effet sur les paramètres du tenseur d'élasticité [Kus09]

où W est l'énergie élastique du milieu microfissuré, C_{eff} le tenseur d'élasticité du milieu microfissuré, C_0 le tenseur d'élasticité de la matrice non fissurée, et ΔW la variation d'énergie potentielle due à l'insertion de toutes les fissures. En considérant une orientation aléatoire des fissures, la variation

d'énergie potentielle peut s'écrire sous la forme :

$$\Delta W = \frac{\pi}{2E_0} \rho_{micro} \sigma_{ij} \sigma_{ij} \quad (B.3)$$

et permet d'exprimer le module de Young tel que :

$$E(\rho_{micro}) = \frac{E_0}{1 + \pi \rho_{micro}} \quad (B.4)$$

Cette expression suppose cependant que les fissures n'interagissent pas entre elles. Pour supprimer cette hypothèse, le modèle différentiel consiste à incrémenter progressivement le densité de fissure dans la matrice. Ainsi, en considérant un milieu déjà fissuré pour lequel une densité de fissures $d\rho_{micro}$ est ajoutée, l'équation B.4 peut se réécrire selon l'équation B.5.

$$E(\rho_{micro} + d\rho_{micro}) = \frac{E(\rho_{micro})}{1 + \pi d\rho_{micro}} \quad (B.5)$$

En supposant que l'incrément de densité de fissure $d\rho_{micro}$ est suffisamment faible, un développement limité d'ordre 1 par rapport $d\rho_{micro}$ permet de réécrire l'équation B.5 telle que :

$$E'(\rho_{micro}) - \pi E(\rho_{micro}) = 0 \quad (B.6)$$

Cette équation différentielle admet une solution de la forme $E(\rho_{micro}) = ke^{-\pi\rho_{micro}}$. En posant $E(0) = E_m$, le module de Young s'exprime finalement sous la forme :

$$E(\rho_{micro}) = E_m e^{-\pi\rho_{micro}} \quad (B.7)$$

avec E_m le module de Young de la matrice sans fissures.

De façon analogue, on retrouve pour le coefficient de Poisson :

$$\nu(\rho_{micro}) = \nu_m e^{-\pi\rho_{micro}} \quad (B.8)$$

Définition d'une matrice équivalente prenante en compte les fissures de retrait : modèle de Mori-Tanaka. Ce modèle propose une solution analytique du tenseur effectif du problème d'inclusion d'Eshelby [Esh57] (figure B.3), qui étudie le cas d'une inclusion (appelée I) dans une matrice (appelée M). Le problème mécanique consiste à déterminer la déformation cinématiquement admissible et la contrainte statiquement admissible, dans les milieux I et M, amenant à l'état d'équilibre lorsque l'inclusion subit une transformation physique (telle qu'une déformation).

La relation entre le tenseur de déformation de l'inclusion ε^I si elle n'était pas contenue dans une matrice, et le tenseur de déformation de l'inclusion ε^I à l'état d'équilibre (contenue dans la matrice), sont alors liés par le tenseur d'Eshelby :

$$\varepsilon^I = E^{esh} \varepsilon^t \quad (B.9)$$

Pour des cas où la géométrie des inclusions est simple, le tenseur d'Eshelby $E^{esh}Z$ est connu. Le modèle de Mori-Tanaka estime alors le tenseur de rigidité effectif C_{eff} du matériau homogène matrice+inclusion, défini par :

$$C_{eff} = C_0 + TV_{incl}(C_1 - C_0) : A_{MT} \quad (B.10)$$

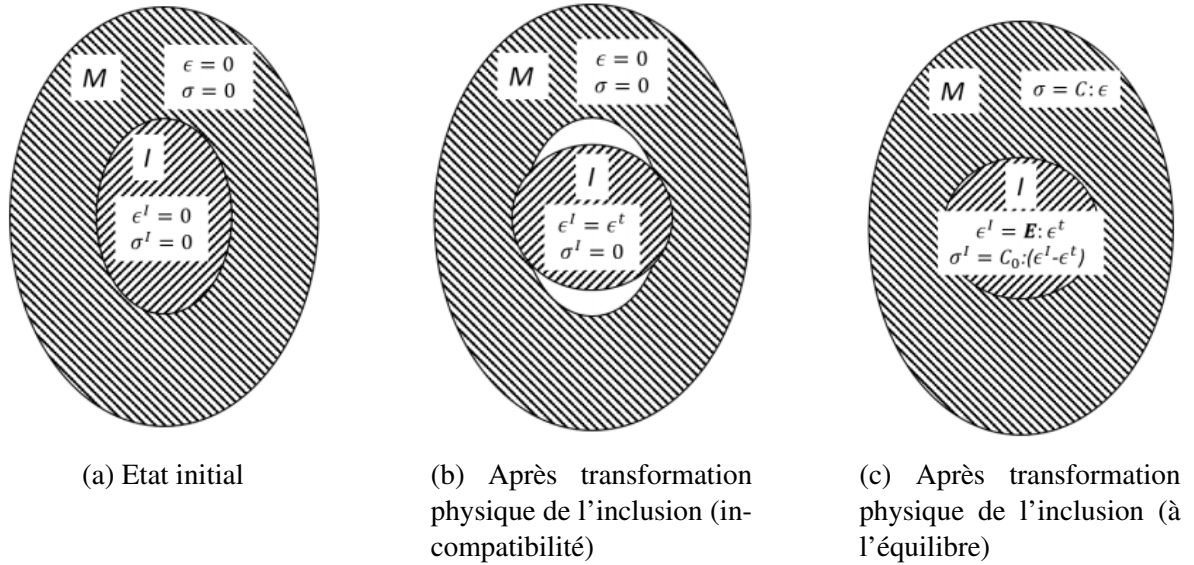


FIGURE B.3 – Illustration du problème d'Eshelby [Leg19]

où C_0 est le tenseur de rigidité de la matrice, C_1 est le tenseur de rigidité de l'inclusion, et TV_{incl} est le taux volumique de l'inclusion dans la matrice. Le tenseur A_{MT} est également défini par :

$$A_{MT} = A_{dil} : ((1 - TV_{incl})I + TV_{incl}A_{dil})^{-1} \quad (B.11)$$

et où

$$A_{dil} = (I + E^{esh} : S_0 : (C_1 - C_0))^{-1} \quad (B.12)$$

avec S_0 le tenseur de souplesse de la matrice. Finalement, en considérant que les macropores peuvent être assimilés aux inclusions du problème d'Eshelby (en considérant un matériau aux propriétés mécaniques quasi-nulles : $E = 0.1 \text{ GPa}$ et $\nu = 0.2$ et que le taux volumique d'inclusion TV_{incl} est égal au taux volumique de macropores dans la matrice), le modèle de Mori-Tanaka permet d'estimer les propriétés élastiques de la matrice macroporeuse. On considèrera des macropores parfaitement sphériques, ce qui permet d'écrire le tenseur d'Eshelby sous la forme :

$$E^{esh} = \begin{bmatrix} E_{iiii}^{esh} & E_{iijj}^{esh} & E_{ijij}^{esh} & 0 & 0 & 0 \\ E_{iijj}^{esh} & E_{iiii}^{esh} & E_{iijj}^{esh} & 0 & 0 & 0 \\ E_{iijj}^{esh} & E_{iijj}^{esh} & E_{iiii}^{esh} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2E_{ijij}^{esh} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2E_{ijij}^{esh} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2E_{ijij}^{esh} \end{bmatrix} \quad (B.13)$$

$$\text{avec } E_{iiii}^{esh} = \frac{7-5\nu}{15(1-\nu)}, E_{iijj}^{esh} = \frac{5\nu-1}{15(1-\nu)}, \text{ et } E_{ijij}^{esh} = \frac{4-5\nu}{15(1-\nu)}.$$

Annexe C

ANNEXE CONFIDENTIELLE