



HAL
open science

Caractérisation et modélisation du comportement thermomécanique de composites à matrice céramique renforcés par des fibres courtes

Yasmin Legerstee

► **To cite this version:**

Yasmin Legerstee. Caractérisation et modélisation du comportement thermomécanique de composites à matrice céramique renforcés par des fibres courtes. Mécanique [physics]. Université de Bordeaux, 2022. Français. NNT : 2022BORD0311 . tel-03902747

HAL Id: tel-03902747

<https://theses.hal.science/tel-03902747v1>

Submitted on 16 Dec 2022

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

Spécialité MÉCANIQUE

ECOLE DOCTORALE DES SCIENCES PHYSIQUES DE
L'INGÉNIEUR

Par **Yasmin LEGERSTEE**

Caractérisation et modélisation du comportement
thermomécanique de composites à matrice céramique
renforcés par des fibres courtes

Sous la direction de : **Eric MARTIN**
Encadrant : **Guillaume COUEGNAT**

Thèse soutenue le 23 novembre 2022 devant le jury composé de :

Mme. Carole NADOT	Professeure	ISAE-ENSMA	Présidente
Mme. Federica DAGHIA	Maîtresse de conférences	ENS Paris-Saclay	Rapportrice
M. Sylvain MEILLE	Professeur	INSA Lyon	Rapporteur
M. Yves CHEMISKY	Professeur	Université de Bordeaux	Examineur
M. Guillaume COUEGNAT	Ingénieur de Recherche	CNRS	Examineur
M. Eric MARTIN	Professeur	Bordeaux INP	Directeur
M. Sébastien DENNEULIN	Ingénieur	SAFRAN Ceramics	Invité

« La science n'a pas de patrie, parce que le savoir est le patrimoine de l'humanité, le flambeau qui éclaire le monde. »

« Science knows no country, because knowledge belongs to humanity, and is the torch which illuminates the world. »

Louis Pasteur

UNIVERSITÉ DE BORDEAUX

Résumé

Docteur en Mécanique de l'Université de Bordeaux

Caractérisation et modélisation du comportement thermomécanique de composites à matrice céramique renforcés par des fibres courtes

par Yasmin LEGERSTEE

Les composites à matrice céramique (CMC) possèdent des propriétés très intéressantes à haute température, si bien que l'on peut envisager leur emploi dans les moteurs d'avions civils. En effet, remplacer certaines pièces métalliques par une solution céramique permet d'augmenter la température dans le moteur, et ainsi améliorer son rendement. Les CMC sont généralement renforcés par une préforme textile tissée, mais ce type de renfort n'est pas adapté aux pièces de faibles dimensions ou de géométries complexes, d'où le développement de CMC renforcés par des fibres courtes. L'objectif de la thèse est de comprendre les relations entre microstructure et propriétés du matériau afin d'optimiser son comportement mécanique. On cherchera notamment, par la caractérisation et la modélisation, à évaluer l'influence des constituants et des paramètres procédés sur les caractéristiques mécaniques, et à mettre en évidence les principaux mécanismes d'endommagement sous sollicitation thermomécanique.

Mots-clés : CMC, modélisation, caractérisation, matériau virtuel, czm, fibres courtes, endommagement

UNIVERSITÉ DE BORDEAUX

Abstract

Doctor of Mechanical Engineering

Characterization and modelling of the thermomechanical behavior of short-fiber reinforced CMC

by Yasmin LEGERSTEE

Ceramic matrix composites (CMC) are known to show interesting properties under high temperatures, hence their application in civil aircrafts' engines. Indeed, replacing metallic components by CMC allow for higher engine operating temperatures, thus leading to higher engine efficiency. CMC are usually reinforced by woven textile preforms, which are not adapted to small or geometrically complex components, hence the development of short-fiber reinforced CMC. The aim of this PhD thesis is to understand relations between microstructure and material properties in order to optimize its mechanical behavior. The main aspects of this PhD thesis are the determination of the impact of constituents and processing parameters on the material's mechanical characteristics, and to highlight its main damage mechanisms under thermomechanical loading.

Keywords : CMC, modelization, characterization, virtual material, czm, short fibers, damage

Unité de recherche:

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

Remerciements

Il m'est difficile d'exprimer correctement toute ma gratitude envers ceux qui m'ont accompagnée dans cette belle aventure scientifique et humaine qu'est le doctorat. Je vais tout de même faire de mon mieux pour en faire part sur ces quelques paragraphes malgré l'intense émotion que je ressens à écrire ces lignes.

Merci aux membres du jury, Mme Carole NADOT, Mme Federica DAGHIA, M. Sylvain MEILLE et M. Yves CHEMISKY, d'avoir accepté d'évaluer mon travail, pour les différentes remarques et questions qui m'ont permis de prendre du recul et de m'affirmer en tant que chercheuse, et pour m'avoir décerné le grade de docteur.

Merci à Eric MARTIN d'avoir dirigé cette thèse, pour tes conseils et ta bienveillance.

Merci à Guillaume COUÉGNAT d'avoir encadré mes travaux pendant ces trois intenses années. Merci d'avoir partagé avec moi tant de connaissances depuis mon arrivée en stage de fin d'études, mais aussi pour ta patience, ta gentillesse, et ta pédagogie. J'ai énormément appris à tes côtés, autant en sciences que sur la rigueur ou la confiance en soi. Je te dois vraiment beaucoup, merci.

Merci à Sébastien DENNEULIN d'avoir suivi mes travaux côté SAFRAN Ceramics. Merci à Mirna BECHELANY, Yann LEPETITCORPS et toute l'équipe du projet CMC-FC de m'avoir permis de me rendre compte de la place de mes travaux dans le projet global, et à Eric BOUILLON pour sa confiance.

Merci à tous les collègues du LCTS qui ont participé de près ou de loin à mes travaux, et à l'ensemble du laboratoire pour leur accueil chaleureux et la bonne ambiance générale. Merci en particulier à Bruno HUMEZ pour ton aide lors des essais mécaniques et nos échanges enrichissants, à Stéphane JOUANNIGOT pour toutes les tentatives d'essais d'indentation malgré les difficultés diverses et variées, à Julien DANET pour ton expertise en microscopie, à Muriel ALRIVIE pour ton aide et à Louane RONTEIX tes coups de main à plusieurs reprises sur ces interphases souvent très (trop ?) récalcitrantes. Merci à mon co-bureau Alexandre, sans qui les journées au labo seraient bien plus monotones. Mention spéciale aux habitants de la salle calcul, la team modélisation ! Enfin, merci à mes grandes sœurs du LCTS Emilie, Béa, Lorie et Ferdaous pour vos conseils et de m'avoir partagé votre expérience d'anciennes thésardes.

Merci à mes amis Nico, Yoann et Vincent de m'avoir soutenue et aidée à garder la tête froide quand j'en avais besoin. Vous avoir à mes côtés a été pour moi une grande force.

Un grand merci à ma famille, sans qui je ne serais jamais arrivée aussi loin. À mes parents, qui depuis toute petite m'ont toujours poussée à suivre mon rêve de "fabriquer des avions" et j'y arrive enfin. J'espère vous avoir rendus fiers de moi. Merci Julie d'avoir supporté mes râleries et mes blagues nulles, et Thibault de t'intéresser à ma passion de l'aéronautique. Petite pensée également à mes deux petites princesses Blanche et Brownie.

Enfin, un immense merci à Joris pour ton soutien sans faille et ton aide précieuse. Merci de m'avoir écoutée si patiemment te raconter mes soucis et de m'avoir continuellement remonté le moral quand je perdais confiance en moi. Merci de m'avoir supportée malgré le stress qui montait de jour en jour, la date butoir s'approchant de plus en plus, et d'avoir su m'aider à le garder sous contrôle. Tu as toujours été là pour le meilleur et pour le pire de ces trois années les plus difficiles mais passionnantes de ma vie. Merci mon Jojo, pour tout.

Table des matières

Résumé	ii
Remerciements	iv
Table des matières	v
Table des figures	viii
Liste des tableaux	xii
Liste des Abréviations	xiii
Liste des Symboles	xv
Introduction	1
Contexte de l'étude	1
Présentation générale des CMC et justification industrielle du choix des fibres courtes	2
Objectifs et plan de la thèse	4
1 Caractérisation expérimentale des CMC fibres courtes	6
1.1 Présentation des lots de matériau étudiés	8
1.1.1 Composition et élaboration des CMC-FC analysés	8
1.1.2 Justification industrielle du choix des constituants	10
1.1.3 Caractérisation morphologique : observation de la santé matière et évolutions entre les différents lots	12
1.2 Analyse statistique de la morphologie des matériaux	15
1.2.1 Mesure de l'homogénéité des matériaux en termes de taux volumique de fibres par binarisation de tomographies et méthode de bootstrapping	16
1.2.2 Détermination des distributions de longueurs et de diamètres des fibres	19
1.2.3 Mesure des distributions d'orientation des fibres	21
1.3 Essais mécaniques : étude expérimentale de l'influence des paramètres matériau et procédé sur le comportement des CMC-FC	30
1.3.1 Caractérisation des propriétés matricielles et interfaciales par indentation	30
1.3.2 Etude du comportement mécanique à l'ambiante par essais de flexion	38
1.3.3 Analyse expérimentale de la ténacité des CMC-FC et leur scénario d'endommagement par essais de flexion entaillée	42

1.3.4	Endommagement des CMC-FC : analyse de fractographies . . .	53
1.4	Conclusion de l'étude expérimentale	56
2	Construction des modèles numériques	58
2.1	Présentation des objectifs de la modélisation et ses difficultés	59
2.1.1	Intérêts et objectifs de la modélisation des CMC-FC	59
2.1.2	Difficultés de la modélisation liées aux problématiques de changement d'échelle	59
2.2	Construction d'un modèle matériau virtuel à l'échelle microscopique	61
2.2.1	Choix de la méthode de génération de VER	61
2.2.2	Génération de cellules virtuelles par algorithme RSA	62
2.2.3	Modification de l'algorithme de génération de cellules virtuelles : prise en compte des distributions morphologiques	65
2.3	Propriétés thermomécaniques dans le domaine élastique : méthodes d'homogénéisation	70
2.3.1	Introduction aux méthodes d'homogénéisation	70
2.3.2	Homogénéisation en champ moyen : modèle analytique basé sur la théorie d'Eshelby	71
2.3.3	Homogénéisation en champ complet : modèle matériau virtuel et homogénéisation par éléments finis	75
2.3.4	Comparaison et validation des modèles élastiques linéaires	76
2.4	Mise en place des modèles d'endommagement	78
2.4.1	Introduction à la modélisation de l'endommagement	78
2.4.2	Choix des modèles d'endommagement des différents constituants	79
2.4.3	Validation de la physique des modèles	83
2.5	Conclusions sur la constitution des modèles numériques	85
3	Simulations dans les domaines élastique et endommageable du comportement mécanique de CMC-FC	87
3.1	Influence des paramètres morphologiques et matériau sur les propriétés élastiques	88
3.1.1	Etude préliminaire de convergence des modules élastiques en fonction de la taille de cellules	88
3.1.2	Influence de la morphologie des CMC-FC sur les propriétés élastiques	89
3.1.3	Propriétés élastiques des CMC-FC en fonction de celles de leurs constituants	91
3.2	Calculs d'endommagement préliminaires aux études de sensibilité	93
3.2.1	Etude de convergence dans le domaine endommageable	93
3.2.2	Analyse numérique du scénario d'endommagement	95
3.2.3	Mise en place des études de sensibilité dans le domaine endommageable	99
3.3	Etudes de sensibilité : effets des paramètres morphologiques et matériau sur l'endommagement des CMC-FC	110
3.3.1	Sensibilité de l'endommagement des CMC-FC aux paramètres morphologiques	111

3.3.2	Sensibilité de l'endommagement des CMC-FC aux propriétés des constituants	116
3.4	Conclusions sur l'analyse numérique des propriétés mécaniques des CMC-FC	121
	Conclusion	124
	Rappel des objectifs	124
	Discussion sur la méthodologie proposée et les résultats obtenus	124
	Perspectives	128
A	Composantes du tenseur d'Eshelby dans des cas simples	133
B	Représentation des conditions PMUBC	136
	Bibliographie	137

Table des figures

I.1	Réduction de la consommation de carburant selon les générations d'avions depuis 1970 et objectifs de réduction d'ici à 2030 ([DM16])	1
I.2	Diagrammes d'Ashby	2
I.3	Schéma d'un moteur d'avion et position de la turbine haute pression	4
1.1	Morphologie-type d'un des CMC-FC étudiés, observée au MEB	8
1.2	Schéma de la méthode spark plasma sintering ([Ken10])	10
1.3	Evolution des effets de la peste du MoSi ₂ observée par [CN93]	11
1.4	Micrographies de différents échantillons issus du Lot 1	13
1.5	Micrographies de différents échantillons issus du Lot 2	14
1.6	Amas de particules SiC, observé au MEB	14
1.7	Attaque des fibres par la matrice, observé au MEB	14
1.8	Micrographie d'un échantillon issu du Lot 3	15
1.9	Binarisation d'un extrait à cœur de la tomographie M3	16
1.10	Schéma de la méthode de bootstrapping employée pour l'analyse statistique de la morphologie des matériaux	17
1.11	Comparaison de la distribution du taux volumique de fibres entre les lots 1 et 2	18
1.12	Evolution des taux de renforts en fonction de la taille de cellule (résolution : 0.7 $\mu\text{m px}^{-1}$)	19
1.13	Représentation du fonctionnement de l'algorithme de poursuite ([Rig+12])	20
1.14	Définition de p en fonction des angles d'Euler	22
1.15	Empreinte elliptique d'une fibre ([Lee+02])	23
1.16	Calcul des gradients de niveaux de gris dans les trois directions	24
1.17	Calcul du tenseur d'orientation par <i>template matching</i>	25
1.18	Distribution d'orientation obtenue en analysant 1000 échantillons de tomographie de 100 μm de côté d'un échantillon du lot 1 (TiSi ₂ + 15% HNS + PyC)	27
1.19	Distribution d'orientation obtenue en analysant 1000 échantillons de tomographie de 100 μm de côté d'un échantillon M3 du lot 2	28
1.20	Distribution d'orientation obtenue en analysant 1000 échantillons de tomographie de 100 μm de côté d'un échantillon M4 du lot 2	29
1.21	Evolution des termes diagonaux des tenseurs d'orientation d'ordre 2 en fonction de la taille de cellule (résolution : 0.7 $\mu\text{m px}^{-1}$)	29
1.22	Schéma d'une empreinte Vickers ([MF99])	31
1.23	Courbe force-déplacement typique d'un essai de push-out ([Bue+14])	33
1.24	Endommagement matriciel sur les deux faces du même site d'indentation, observé au MEB	34

1.25	Courbes force-déplacement obtenues lors de la campagne d'essais de push-out par micro-indentation sur un échantillon M3 sans interphase (Lot 2)	34
1.26	Déchaussement de fibres au niveau de deux sites d'indentation, échantillon M3 + PyC du lot 3	35
1.27	Courbes force-déplacement obtenues lors de la campagne d'essais de push-out par micro-indentation sur un échantillon M3 + PyC (Lot 3)	35
1.28	Abaque des conditions de décohésion ([Pom03])	36
1.29	Mise en place d'un essai de flexion quatre points	39
1.30	Comparaison entre la corrélation d'images classique et la corrélation d'images intégrée BEAM-DIC	40
1.31	Comparaison des courbes contrainte-déformation pour les faces en traction et en compression en flexion quatre points mesurées par BEAM-DIC entre échantillons des lots 2 et 3	41
1.32	Influence du rayon de fond d'entaille sur la mesure de la ténacité, [FWT08]	43
1.33	Description de l'entailleuse automatique	44
1.34	Exemple d'entaille réalisée par l'entailleuse sur un échantillon de composition M3 observée au microscope numérique Keyence	45
1.35	Schéma d'un essai de flexion entaillée	45
1.36	Repère associé à une fissure en 2D	46
1.37	Maillage appliqué à la pointe de fissure et repère image	47
1.38	Calcul du champ de déplacement	48
1.39	Champ de déplacement et projection sur les séries de Williams pour un échantillon du Lot 2 (fragile)	49
1.40	Discontinuité du champ de déplacement horizontal due à la <i>process zone</i> pour un échantillon du Lot 3 (endommageable)	49
1.41	Champ de déplacement et projection sur les séries de Williams pour un échantillon du Lot 3 après optimisation de la position de la pointe de fissure	50
1.42	Schéma représentant une fissure élastique équivalente à une <i>process zone</i> liée à l'endommagement	50
1.43	Courbes force-déplacement brutes machine issues des essais de flexion entaillée sur les CMC-FC étudiés	51
1.44	Faciès de rupture d'un échantillon de composition M1 observé au MEB	53
1.45	Faciès de rupture d'un échantillon de composition M2 observé au MEB	54
1.46	Faciès de rupture d'un échantillon de composition M3 observé au MEB	54
1.47	Faciès de rupture d'un échantillon de composition M4 observé au MEB	55
1.48	Faciès de rupture d'un échantillon de composition M3 avec PyC observé au MEB	56
2.1	Visualisation des différentes échelles à considérer dans la modélisation des CMC-FC	60
2.2	Schéma de l'algorithme RSA dans sa version de base, avec prise en compte de la périodicité	63
2.3	Exemple de cellule virtuelle générée par algorithme RSA modifié et vérification de la périodicité	64

2.4	Schéma de l'algorithme RSA amélioré, avec prise en compte des distributions de longueur et diamètre de fibre	66
2.5	Algorithme complet de génération de VESR	68
2.6	Cellule virtuelle statistiquement représentative du matériau réel . . .	69
2.7	Le problème d'Eshelby	71
2.8	Comparaison des modèles analytique et matériau virtuel et vérification de leur cohérence énergétique	77
2.9	Schématisation de la loi d'endommagement matriciel sélectionnée ([Bén19])	80
2.10	Modèle d'endommagement matriciel	82
2.11	Endommagement d'une cellule unidirectionnelle avec chargement unitaire dans la direction des fibres	84
2.12	Comparaison de faciès de rupture numérique et expérimental	85
3.1	Etude de convergence dans le domaine élastique	89
3.2	Sensibilité des propriétés élastiques de CMC-FC au taux volumique de fibres et à leur facteur de forme	90
3.3	Effet des propriétés matricielles sur les propriétés élastiques de CMC-FC	91
3.4	Cartographie de l'influence des propriétés matricielles et interfaciales sur les propriétés élastiques de CMC-FC	92
3.5	Sensibilité à la taille de cellule et à la taille du maillage des courbes contrainte-déformation d'un VESR soumis à une déformation uniaxiale	94
3.6	Comparaison des chemins de fissuration obtenus pour un maillage fin (gauche) et un maillage grossier (droite) sur un VESR soumis à une déformation uniaxiale	94
3.7	Maillage EF typique utilisé pour les simulations	95
3.8	Evolution de l'endommagement d'un VESR au cours du chargement	96
3.9	Schéma récapitulatif du scénario d'endommagement des CMC-FC dans un cas idéal	98
3.10	Evolution au cours de la sollicitation de l'endommagement moyen des éléments d'interface en fonction de l'orientation de leur normale par rapport à la direction de chargement (x)	100
3.11	Comparaison de l'endommagement d'un VESR avec et sans interphase	102
3.12	Schéma des cellules virtuelles unitaires générées pour l'étude combinée	104
3.13	Comparaison de l'effet de la densité de fibres sur l'endommagement d'un minicomposite virtuel	105
3.14	Comparaison de l'effet du nombre de fibres sur l'endommagement d'un minicomposite virtuel	106
3.15	Comparaison de l'effet du facteur de forme sur l'endommagement d'un minicomposite virtuel	107
3.16	Comparaison des effets de l'interphase et de l'endommagement initial de la matrice sur la réponse à l'endommagement d'un VESR soumis à une déformation uniaxiale	109
3.17	Descripteurs de la perte de rigidité	111
3.18	Sensibilité au taux volumique de fibres de la réponse à l'endommagement de VESR soumis à une déformation uniaxiale	112

3.19	Comparaison des courbes contrainte-déformation issues de l'étude de sensibilité au facteur de forme des fibres de l'endommagement de VESR soumis à une déformation uniaxiale	114
3.20	Comparaison des courbes contrainte-déformation issues de l'étude de sensibilité à l'orientation préférentielle des fibres de l'endommagement de VESR soumis à une déformation uniaxiale	115
3.21	Cartes de sensibilité aux propriétés matricielles de l'endommagement de VESR de CMC-FC soumis à une déformation uniaxiale	117
3.22	Cartes de sensibilité aux propriétés interfaciales de l'endommagement de VESR de CMC-FC soumis à une déformation uniaxiale	119
3.23	Cartes de sensibilité au facteur de forme et à la contrainte maximale de l'interphase de l'endommagement de minicomposites CMC-FC unitaires soumis à une déformation uniaxiale longitudinale	120
3.24	Cartes de sensibilité au facteur de forme et au taux de restitution d'énergie de l'endommagement de minicomposites CMC-FC unitaires soumis à une déformation uniaxiale longitudinale	121
3.25	Comparaison des courbes de réponse obtenues lors des campagnes de simulations paramétriques de l'endommagement	123
C.1	Exemples de pièces céramiques robocastées ([Lar+16])	131
C.2	Impression 3D par SLS de pièces en Nylon basées sur une gyroïde ([Abu+19])	132
C.3	Impression 3D de CMO à fibres courtes ([CL14])	132
A1	Inclusion ellipsoïdale de demi-axes a_1 , a_2 et a_3	133
B1	Notation des faces du VER	136

Liste des tableaux

1.1	Coefficients de dilatation thermique (CET) des différents constituants, [Tou+75], [Bue+14]	11
1.2	Distribution de diamètres de fibres	20
1.3	Distribution de longueurs de fibres	20
1.4	Notation de Voigt modifiée	25
1.5	Tableau comparatif des tenseurs de structure initial et obtenus par <i>template matching</i> et méthode tenseur de structure	26
1.6	Propriétés matricielles mesurées par indentation Vickers	32
1.7	Modules de Young d'échantillons du Lot 2 mesurés par ping-test	32
1.8	Première estimation de propriétés interfaciales permettant la décohésion fibre/matrice	36
1.9	Comparaison des modules de Young de différents échantillons de CMC-FC mesurés par essai de flexion	42
1.10	Ténacité ($\text{MPa m}^{0.5}$) estimée par MLER et calculée par CIN (Lot 2)	52
1.11	Ténacité ($\text{MPa m}^{0.5}$) estimée par MLER et calculée par CIN (Lot 3)	52
2.1	Propriétés du matériau virtuel test	84
3.1	Sensibilité des propriétés élastiques de CMC-FC à l'orientation préférentielle des fibres	90
3.2	Effet de l'interphase sur les propriétés élastiques d'un CMC-FC	91
3.3	Nombre de noeuds de calcul en fonction du nombre de fibres représentées et de la finesse du maillage	94
3.4	Propriétés du matériau virtuel test	101
3.5	Résumé des valeurs calculées des grandeurs d'intérêt choisies en fonction du taux volumique de fibres	113
3.6	Résumé des valeurs calculées des grandeurs d'intérêt choisies en fonction du facteur de forme des fibres autour du seuil de taux volumique identifié	114
3.7	Résumé des valeurs calculées des grandeurs d'intérêt choisies en fonction de l'orientation préférentielle des fibres	116
B.1	Conditions PMUBC appliquées sur les faces d'un VER pour six cas de chargement linéairement indépendants, d'après [PZ08]	136

Liste des Abréviations

AFEM	A ugmented F inite E lement M ethod
BEAM-DIC	BEAM - D igital I mage C orrelation
CIN	C orrélation d' I mages N umériques
CET	C oefficient d' E xpansion T hermique
CMC	C omposite à M atrice C éramique
CMC-FC	C omposite à M atrice C éramique à F ibres C ourtes
CMM	C omposite à M atrice M étallique
CMO	C omposite à M atrice O rganique
CVD	C hemical V apor D eposition
CVI	C hemical V apor I nfiltration
CZM	C ohesive Z one M odel (modèle de zone cohésive)
DU	D éformation U niaxiale
DUU	D éformation U niaxiale U nitaires
EBC	E nvironmental B arrier C oating
EF	E léments F inis
EFEM	E MBEDDED F inite E lement M ethod
ESRF	E uropean S ynchrotron R adiation F acility
FFT	F ast F ourier T ransform
GE	G eneral E lectric
GFEM	G eneralized F inite E lement M ethod
HNS	H i- N icalon S
KUBC	K inematic U niform B oundary C ondition
LCTS	L aboratoire des C omposites T hermo S tructuraux
MEB	M icroscope E lectronique à B alayage
MI	M elt I nfiltration
MLER	M écanique L inéaire E lastique de la R upture
MUBC	M ixed U niform B oundary C ondition
NCC	N ormalized C ross- C orrelation
PBC	P eriodic B oundary C onditions
PMUBC	P eriodicity (compatible) M ixed U niform B oundary C onditions
px	pixel
PyC	P yro C arbone
ROI	R egion O f I nterest
RSA	R andom S equential A bsorption
SENB	S ingle- E dge N otched B eam
SEVNB	S ingle- E dge V - N otched B eam
SLS	S elective L aser S intering
SPS	S park P lasma S intering (frittage flash)
SUBC	S tatic U niform B oundary C ondition

UD	UniDirectionnel
UPLA	Ultra-short Pulsed Laser Ablation
VER	Volume Élémentaire Représentatif
VESR	Volume Élémentaire Statistiquement Représentatif
XFEM	eXtended Finite Element Method

Liste des Symboles

a	demi-diagonale de l'empreinte Vickers	μm
a_1, a_2, a_3	demi-axes d'ellipsoïde	mm
$B_i, i = 1, \dots, 5$	coefficients d'Advani-Tucker	
c	longueur totale fissure Vickers	μm
D	variable d'endommagement	
D_i	variable d'endommagement interfacial	
d	diamètre	μm
$d_{min,max,moy,stdev}$	diamètre minimal, maximal, moyen, écart-type	μm
E	module d'élasticité	GPa
E_f	module de Young des fibres	GPa
E_i	module de Young de l'interphase	GPa
E_m	module de Young de la matrice	GPa
$E_{x,y,z}$	module d'élasticité selon l'axe x, y, ou z	GPa
e	épaisseur de l'éprouvette	mm
e_i	épaisseur de l'interphase	nm
F_d	limite élastique	N
F_g	force de décohésion	N
f	facteur de forme	
$f_{critique}$	facteur de forme critique	
f_{obj}	fonction objectif	
G	énergie stockée dans la matrice	J
G_c	taux de restitution d'énergie critique	J/m^2
G_c^i	énergie dissipée	J/m^2
g	densité d'énergie	J/m^3
g_0	taux de restitution d'énergie interfacial analytique	J/m^2
H	dureté	GPa
h	hauteur de l'éprouvette	mm
I	milieu inclus dans M (inclusion, renfort)	
∂I	interface entre I et M	
J	fonction de niveaux de gris	
K_i	rigidité de l'élément d'interface	MPa mm^{-1}
K_I	facteur d'intensité de contrainte en mode I	$\text{MPa m}^{0.5}$
K_I^σ	facteur d'intensité « statique »	$\text{MPa m}^{0.5}$
K_I^u	facteur d'intensité « cinématique »	$\text{MPa m}^{0.5}$
K_{Ic}	ténacité	$\text{MPa m}^{0.5}$
K_{Ic_f}	ténacité des fibres	$\text{MPa m}^{0.5}$
K_{Ic_m}	ténacité de la matrice	$\text{MPa m}^{0.5}$
K_{II}	facteur d'intensité de contrainte en mode II	$\text{MPa m}^{0.5}$

k	taille de la fenêtre d'intégration	px
L	longueur volume représentatif	μm
L_c	taille caractéristique de l'élément	
L_e	écart entre les appuis extérieurs	mm
L_i	écart entre les appuis intérieurs	mm
l	longueur fibre	μm
l_{dec}	longueur de décohésion	μm
l_{notch}	longueur de l'entaille	mm
$l_{min,max,moy,stdev}$	longueur fibre minimale, maximale, moyenne, écart-type	μm
ℓ	longueur de la fissure au sommet d'une empreinte Vickers	μm
M	milieu infini homogène (matrice)	
m	paramètre de Weibull	
n_f	nombre de fibres	
P	chargement	N
r	rayon renfort	μm
S	fonction de similarité	
T	température	K
T_{amb}	température ambiante	K
u_1, u_2	composantes du champ de déplacement	
V	volume total	
V_0	volume occupé par M (matrice)	
V_1	volume occupé par I (inclusion, renfort)	
V_f	volume total de fibres	
v_f	taux de renforts	%
$v(z)$	champ de déplacement	
W	fenêtre d'intégration (méthode tenseur de structure)	
Γ_v	contour du volume élémentaire	
$\Gamma(z)$	fonction Gamma	
$\Delta\epsilon$	écart relatif de déformation	%
$\Delta\sigma$	écart relatif de contrainte	%
δ_0^i	ouverture de la fissure	
δ_c^i	saut de déplacement lors de la séparation complète	
δ_{ij}	symbole de Kronecker	
δ_{eq}	déformation normalisée équivalente à l'instant t	
δ_{eq}^0	déformation normalisée équivalente à l'amorçage	
δ_{eq}^0	déformation normalisée équivalente à rupture	
ϵ_{max}	déformation à contrainte maximale	
θ	angle de nutation	rad
κ	constante de Kolossov	
λ_i	i^{eme} valeur propre	
μ	module de cisaillement	GPa
$\bar{\mu}$	moyenne	
μ_f	coefficient de frottement	
ν	coefficient de Poisson	
ν_f	coefficient de Poisson des fibres	
ν_m	coefficient de Poisson de la matrice	
ρ	rayon de fond d'entaille	μm

Σ	surface totale d'interface	m ²
σ	contrainte	MPa
σ_0^i	contrainte maximale avant initiation de l'endommagement interfacial	MPa
σ_f	contrainte à rupture des fibres	MPa
σ_{0_i}	contrainte maximale de l'interphase	MPa
σ_m	contrainte maximale de la matrice	MPa
σ_n^d	contrainte normale de décohésion	MPa
σ_d	écart-type	
σ_{max}	contrainte maximale	MPa
σ_s	paramètre de Weibull	GPa
τ	contrainte de cisaillement interfacial	MPa
Φ_{max}	taux de remplissage maximal	
ϕ	angle de rotation propre	rad
ψ	fonction de distribution d'orientation	

n	vecteur normal
p	vecteur orientation unitaire
q	centre de la fenêtre d'intégration
t	vecteur contrainte
u	vecteur déplacement
v_i	i ^{ème} vecteur propre
x	position

A_2, A_{ij}	tenseur orientation d'ordre 2
b_{ij}	partie déviatorique du tenseur d'orientation d'ordre 2
S	tenseur de structure
ϵ	tenseur des déformations
ϵ_0	tenseur des déformations uniformes
ϵ^t	tenseur de déformation libre
ϵ^I	tenseur de déformation finale dans l'inclusion
σ	tenseur des contraintes
σ_0	tenseur des contraintes uniformes
τ, τ'	tenseurs de polarisation (<i>eigenstrain</i>)

A^{dil}	tenseur d'approximation diluée
A^{MT}	tenseur d'approximation de Mori-Tanaka
A_4, A_{ijkl}	tenseur orientation d'ordre 4

A_{random}	tenseur d'orientation d'ordre 4 aléatoire	
A_{target}	tenseur d'orientation d'ordre 4 cible	
b_{ijkl}	partie déviatorique du tenseur d'orientation d'ordre 4	
C	tenseur de rigidité	MPa
$\langle C \rangle$	moyenne d'espace du tenseur de rigidité	
C_{eff}	tenseur de rigidité effectif	
C^V	tenseur de rigidité de Voigt	
C_1	tenseur de rigidité de I (de l'inclusion/du renfort)	
E	tenseur d'Eshelby	
I	tenseur identité	
P	tenseur de Hill	
S	tenseur de souplesse	
$\langle S \rangle$	moyenne d'espace du tenseur de souplesse	
S^R	tenseur de souplesse de Reuss	
S_1	tenseur de souplesse de I (inclusion, renfort)	
T	tenseur arbitraire d'ordre 4	
$\langle T \rangle$	moyenne d'orientation du tenseur T	

Introduction

Contexte de l'étude

Parmi les défis actuels du monde aéronautique, la baisse de la consommation de carburant et des émissions de gaz polluants est un objectif majeur des industriels du secteur. Avant de produire un avion « zéro émission » en 2050 via l'utilisation de biocarburants, puis l'avion hybride avant la propulsion électrique, des innovations au niveau des moteurs (moteur LEAP par exemple) ou de la structure des avions ont déjà permis de réduire de 12 à 15% les émissions de CO₂ (figure I.1).

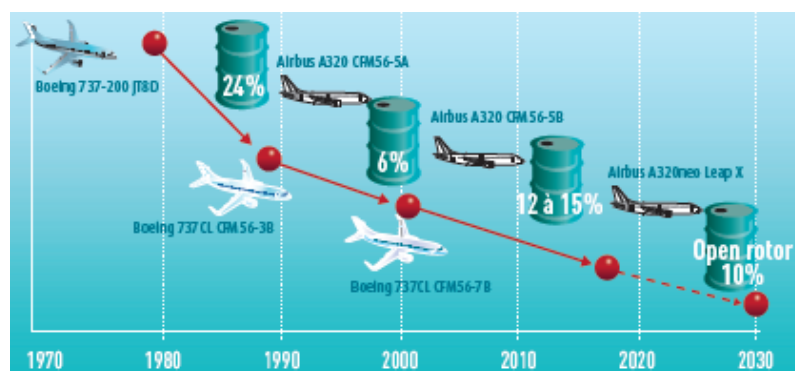


FIGURE I.1 – Réduction de la consommation de carburant selon les générations d'avions depuis 1970 et objectifs de réduction d'ici à 2030 ([DM16])

Actuellement, les efforts se concentrent, entre autres, sur la diminution de la masse de l'avion et sur l'amélioration du rendement moteur à travers l'augmentation de la température des gaz chauds. Cependant, les alliages métalliques utilisés pour le moment ne sont pas adaptés aux températures visées qui se situent au-delà de 1300 °C. Les motoristes tels que SAFRAN ou General Electric (GE) s'intéressent donc tout particulièrement aux matériaux céramiques qui présentent des caractéristiques permettant de répondre aux problématiques évoquées plus tôt ([Gra13]). En effet, ces matériaux sont de faible densité, présentent une rigidité et une contrainte à rupture élevées, leur conférant ainsi d'excellentes propriétés spécifiques, tel que l'on peut le voir dans le diagramme d'Ashby (figure I.2a). Cependant, c'est surtout pour leur qualité réfractaire que les céramiques sont particulièrement adaptées à cet usage : leurs propriétés ne se dégradent pas à haute température, comme le montre la figure I.2b. Ainsi, cette catégorie de matériaux semble bien adaptée pour remplacer des pièces en alliage métallique actuellement employées dans les moteurs aéronautiques.

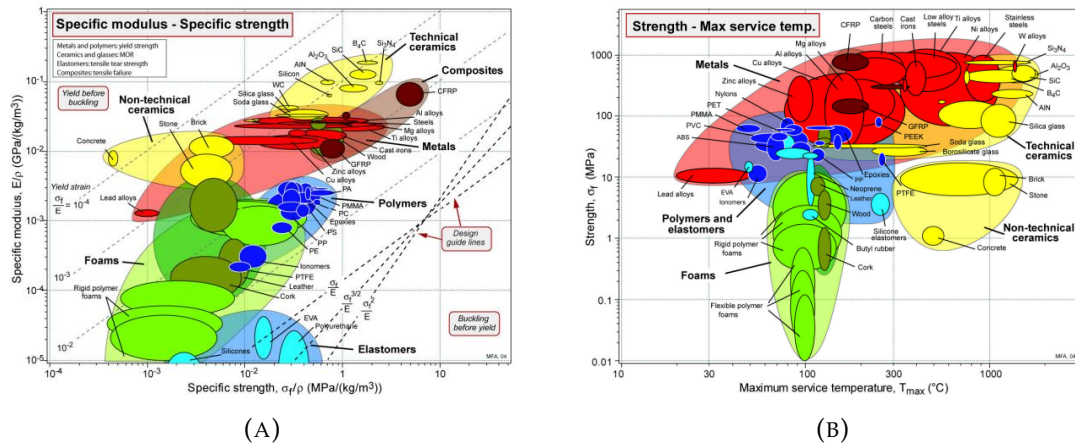


FIGURE I.2 – Diagrammes d’Ashby. a : module de Young spécifique et contrainte maximale spécifique. b : contrainte maximale et température maximale d’usage

Présentation générale des CMC et justification industrielle du choix des fibres courtes

Avant de présenter les composites à matrice céramique (CMC), il est important de commencer par définir ce qu’est une céramique. Selon [EPS19] il s’agit de matériaux inorganiques constitués d’une combinaison d’éléments métalliques et non-métalliques. Les matériaux céramiques sont caractérisés par les fortes liaisons chimiques entre leurs constituants, qui expliquent leurs propriétés si particulières : température de fusion élevée, forte rigidité mais faibles ductilité et ténacité, comme cité plus haut.

Nous nous intéressons ici aux céramiques techniques, que l’on peut classer comme suit :

- les céramiques oxydes : alumine, oxydes de zirconium, etc.
- les céramiques non-oxydes : carbone, carbure, borure, nitrure, intermétalliques (céramiques composées d’atomes de silicium et de métaux tels que le tungstène, le titane, le magnésium...), etc.

Les applications de ces matériaux sont nombreuses : batteries, combustibles nucléaires, semi-conducteurs, prothèses, ou encore boucliers thermiques. Cependant, leur principal désavantage est leur importante fragilité : le moindre défaut sert d’initiateur de fissure dont la propagation provoque la rupture catastrophique du matériau.

Une solution pour limiter cette propagation consiste en l’ajout de renforts, créant ainsi des composites à matrice céramique ou CMC. Les CMC sont donc des matériaux multiphasés, constitués d’une matrice, de renforts et d’une interphase. La matrice est en général un oxyde, un non-oxyde ou du carbone, dont le but est d’assurer l’intégrité du matériau, de transférer les efforts aux renforts, et de contribuer aux propriétés physiques, chimiques et mécaniques globales. Le comportement à rupture dépend par ailleurs très fortement de la microstructure de la matrice. Les fibres utilisées dans les CMC sont faites de matériaux inorganiques minéraux. On en distingue trois types : les fibres de carbone, les fibres de carbure de silicium, et les

fibres oxydes (principalement alumine, basalte et mullite). Quant à l'interphase, il s'agit d'une fine couche intermédiaire entre la fibre et la matrice qui empêche la rupture catastrophique du matériau au-delà de son domaine élastique en permettant la déviation de fissures matricielles. Le défi majeur des CMC repose toutefois sur ce point : ajouter des renforts dont la rigidité est proche de celle de la matrice pour laquelle un défaut constitue un potentiel site de départ d'endommagement (d'autant plus que l'écart entre les coefficients de dilatation thermique des différentes phases constitutives du CMC créent des contraintes résiduelles dans le matériau au vu des méthodes de fabrication à haute température) sans fragiliser un matériau que l'on cherche, au contraire, à renforcer ([Cha98]). Plusieurs particularités sont toutefois ici à prendre en compte du fait de la nature des céramiques :

- Déjà, contrairement aux composites à matrice organique (CMO) où le rapport entre les modules de Young des fibres et de la matrice est élevé, ce dernier est souvent proche de l'unité, ce qui fait que la répartition des chargements entre la matrice et les renforts est très différente entre ces deux familles de composites.
- Ensuite, la faible ductilité de la matrice, les températures de fabrication élevées, et l'écart entre les coefficients de dilatation thermique des constituants induisent des contraintes résiduelles dans le matériau, dont l'impact sur les performances des CMC peut être important.
- Enfin, la compatibilité chimique entre les constituants ne peut être négligée. En effet, des réactions au niveau des interfaces fibre/matrice peuvent avoir des conséquences dommageables pour le matériau dans son ensemble ([Hwa96])

Typiquement, les fibres continues représentent le meilleur compromis, et sont notamment utilisées sous forme de renforts textiles dont le rôle de déviateurs de fissures surpasse leur potentiel à concentrer des contraintes. En 2015, SAFRAN a par exemple certifié l'utilisation d'un cône d'échappement en CMC tissé SiC/SiC, et des pièces fixes de la partie chaude de son moteur LEAP, développé conjointement avec GE, sont également fabriquées en CMC. La NASA développe également des pièces en CMC pour ses barrières environnementales (EBC), ou encore ses tuyères d'éjection ([Gar15]).

Les CMC étudiés dans le cadre de cette thèse ont été conçus pour une application dans des turbines haute pression de moteurs aéronautiques de SAFRAN, plus spécifiquement pour remplacer les aubes de turbines métalliques (figure I.3). Ces pièces sont de petite taille et ont une géométrie particulière, si bien que les CMC tissés sont ici peu adaptés, d'où l'idée d'utiliser des fibres courtes comme renforts dans ce cas de figure. On souhaite alors que ces pièces CMC-FC présentent des propriétés proches de CMC tissés de composition similaire, à savoir une forte rigidité (≈ 400 GPa), une contrainte à rupture aussi élevée que possible, et une déformation maximale d'au moins 0,2%.

Cette solution fibres courtes est déjà employée et étudiée dans le cas de composites à matrice organique (CMO) et à matrice métallique (CMM) ([FLM09], [Tve90]) pour des applications dans l'industrie des transports ou encore dans la construction. [FLM09] présente les CMO à fibres courtes comme des matériaux dont la fabrication est relativement aisée et peu coûteuse (typiquement fabriqués par moulage par injection), et ayant des propriétés mécaniques supérieures à celles d'une

matrice polymère seule. On leur attribue par exemple une rigidité plus élevée, une meilleure résistance à la rupture et, pour la plupart des matrices polymères, une plus forte ténacité. Différents paramètres pouvant jouer sur le comportement des CMO à fibres courtes ont été identifiés, parmi lesquels le taux volumique de fibres, la distribution d'orientation ou de facteur de forme des fibres, ou encore les propriétés des constituants, notamment les propriétés interfaciales. Par ailleurs, les propriétés mécaniques des CMO à fibres courtes dépendent en grande partie de la capacité des renforts à reprendre les charges transférées par la matrice lorsqu'elle est sollicitée, principe qui va guider les efforts de conception de ces matériaux. Quant aux CMM renforcés par des fibres courtes, ces mêmes paramètres matériau et procédé influencent les propriétés du composite global, et l'ajout de renforts discontinus permet notamment d'améliorer la résistance en traction et la tenue au fluage des matériaux métalliques ([Gar12]). Enfin, la littérature autour des CMC à fibres courtes se concentre principalement autour de leur élaboration et la fabrication de pièces ([ZH06], [YLH08], [Kre08]), mais fournit peu de données concernant leurs propriétés mécaniques.

Ainsi, alors que les fibres courtes ont déjà fait leurs preuves dans les CMO ou les CMM, la nature même des céramiques implique des différences notables sur le comportement des CMC à fibres courtes (CMC-FC), à commencer par la fragilité inhérente aux céramiques : la balance renfort/initiateur de contrainte est plus difficile à équilibrer avec des fibres courtes. La question se pose alors de savoir si les fibres courtes suffisent à défragiliser la matrice et dans quelle mesure il serait possible de les implémenter dans une turbine haute pression d'un turboréacteur.

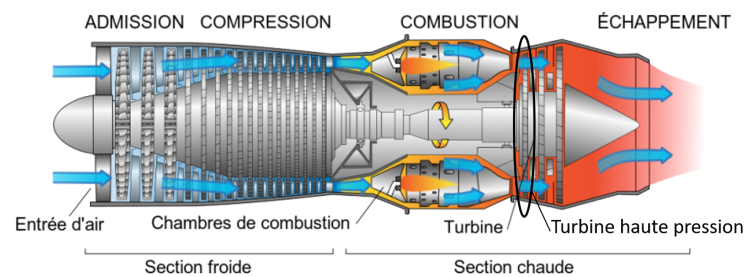


FIGURE I.3 – Schéma d'un moteur d'avion et position de la turbine haute pression

Objectifs et plan de la thèse

Ces travaux de thèse vont ainsi chercher à répondre à cette interrogation. Nous tâcherons ici de comprendre les relations entre la structure de ces matériaux si singuliers et leurs propriétés thermomécaniques grâce à la caractérisation mécanique et la modélisation. Nous évaluerons l'influence des choix matériaux et procédés tels que la nature des fibres et de la matrice, la présence d'interphase et les propriétés interfaciales, le taux volumique de fibres, leur facteur de forme et orientation sur les propriétés des CMC-FC. L'objectif de la thèse est de proposer une méthodologie permettant de simuler le comportement thermomécanique de CMC-FC en fonction de

facteurs variés afin de, si possible, proposer une définition numérique d'un CMC-FC optimal. Pour ce faire, deux axes d'étude complémentaires sont envisagés.

Tout d'abord, l'axe expérimental sera détaillé dans le **Chapitre 1**. Après une présentation des différents lots de CMC-FC étudiés, nous commencerons par caractériser la morphologie de ces matériaux afin d'analyser leur homogénéité et leur santé matière. Cet examen sera ensuite approfondi par l'analyse statistique d'images de tomographies dans le but d'obtenir des informations de distributions de géométrie et d'orientation des fibres. Enfin, des essais mécaniques seront réalisés dans le but de mesurer les propriétés des différents constituants et leur impact sur le comportement du CMC-FC, autant dans le domaine linéaire que celui de l'endommagement.

En plus d'aider à la compréhension des différents mécanismes d'endommagement présents dans ces matériaux, ces informations permettront d'alimenter et de valider les modèles numériques qui seront construits par la suite. Le **Chapitre 2** décrit les différents modèles numériques mis en place, avec en premier lieu la construction de matériaux virtuels statistiquement représentatifs de la morphologie du matériau réel à l'échelle microscopique. Seront ensuite exposés les modèles élastiques linéaires, ainsi que les modèles d'endommagement pour chacune des phases constitutives du CMC-FC. Une fois ces modèles validés, des simulations seront réalisées et présentées dans le **Chapitre 3**. Nous examinerons dans un premier temps les effets des paramètres matériaux et procédé sur les propriétés élastiques des CMC-FC, puis nous chercherons à analyser et expliquer les différents mécanismes d'endommagement des CMC-FC, en étudiant notamment les facteurs pouvant entrer en jeu. Enfin, une fois ces facteurs identifiés, des études paramétriques seront menées, dans le but de déterminer le CMC-FC optimal selon le cahier des charges attendu.

Chapitre 1

Caractérisation expérimentale des CMC fibres courtes

Sommaire

1.1	Présentation des lots de matériau étudiés	8
1.1.1	Composition et élaboration des CMC-FC analysés	8
1.1.2	Justification industrielle du choix des constituants	10
1.1.3	Caractérisation morphologique : observation de la santé matière et évolutions entre les différents lots	12
1.2	Analyse statistique de la morphologie des matériaux	15
1.2.1	Mesure de l'homogénéité des matériaux en termes de taux volumique de fibres par binarisation de tomographies et méthode de bootstrapping	16
1.2.2	Détermination des distributions de longueurs et de diamètres des fibres	19
1.2.3	Mesure des distributions d'orientation des fibres	21
1.2.3.1	Présentation des objectifs et principes du calcul du tenseur d'orientation	21
1.2.3.2	Calcul du tenseur d'orientation par l'analyse de tomographies	24
1.2.3.3	Analyse statistique de l'orientation des fibres par méthode tenseur de structure et bootstrapping	26
1.3	Essais mécaniques : étude expérimentale de l'influence des paramètres matériau et procédé sur le comportement des CMC-FC	30
1.3.1	Caractérisation des propriétés matricielles et interfaciales par indentation	30
1.3.1.1	Mesure des propriétés matricielles : indentation Vickers	30
1.3.1.2	Détermination des propriétés interfaciales	32
1.3.2	Etude du comportement mécanique à l'ambiante par essais de flexion	38
1.3.2.1	Mise en place des essais de flexion : instrumentation et algorithme de corrélation d'images BEAM-DIC	38
1.3.2.2	Campagne d'essais de flexion à température ambiante sur échantillons des lots 2 et 3	40

1.3.3	Analyse expérimentale de la ténacité des CMC-FC et leur scénario d'endommagement par essais de flexion entaillée .	42
1.3.3.1	Préparation des essais de flexion entaillée : conception d'une machine réalisant des entailles fines et de façon répétable	42
1.3.3.2	Mise en place du calcul de la ténacité par corrélation d'images	45
1.3.3.3	Réalisation de la campagne d'essais de flexion entaillée à température ambiante sur échantillons des lots 2 et 3	50
1.3.4	Endommagement des CMC-FC : analyse de fractographies .	53
1.4	Conclusion de l'étude expérimentale	56

Ce premier chapitre est dédié à la présentation des travaux expérimentaux réalisés lors de cette thèse, en commençant par la description des différents lots de matériaux étudiés et l'explication du choix des constituants et des attentes quant à ces choix (partie 1.1). Une première étude morphologique sera menée avant d'être approfondie en partie 1.2 par une analyse statistique. Les distributions de longueur et de diamètre de fibre seront étudiées, puis l'homogénéité des CMC-FC sera examinée par échantillonnage de tomographies, d'abord en termes de taux volumique de fibres, puis de distribution d'orientation. Enfin, la partie 1.3 détaille la campagne d'essais mécaniques réalisée dans le but de mesurer les propriétés des CMC-FC et comprendre expérimentalement les effets de différents paramètres sur le comportement du matériau. L'objectif global de cette partie est d'alimenter les modèles qui seront construits par la suite, et d'obtenir les informations permettant de les valider.

1.1 Présentation des lots de matériau étudiés

1.1.1 Composition et élaboration des CMC-FC analysés

Au cours de cette thèse sont étudiés trois différents lots d'éprouvettes de CMC-FC. Leur composition est similaire, à savoir une matrice intermétallique, des fibres SiC Hi-Nicalon S (HNS) de NGS Advanced Fibers, et la présence ou non d'interphase pyrocarbone (PyC) et de charges particulaires SiC (cf figure 1.1), mais chaque lot présente des variations de cette composition-type. Les raisons pour ces évolutions seront expliquées au fur et à mesure dans le manuscrit.

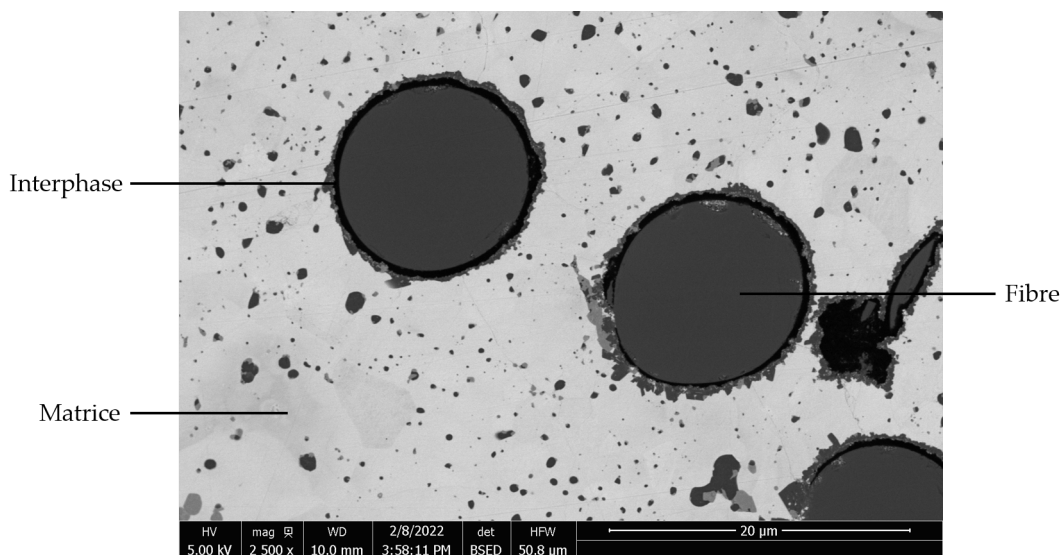


FIGURE 1.1 – Morphologie-type d'un des CMC-FC étudiés, observée au MEB

Le premier lot, que nous appellerons dorénavant Lot 1, contient des éprouvettes constituées de :

- une matrice TiSi_2 ou MoSi_2
- 0, 15, 30 ou 45% volumique de fibres Hi-Nicalon S
- de 0, 5, 10 ou 15% volumique de charges SiC
- la moitié des éprouvettes contiennent une interphase PyC

Le deuxième lot, noté Lot 2, apporte des changements notables au niveau de la composition de la matrice. Elle se base en effet sur une solution solide $\text{MoSi}_2 + \text{TiSi}_2$. Ce lot peut être divisé en quatre déclinaisons :

- M1 : matrice seule : mélange $\text{MoSi}_2 + \text{TiSi}_2$
- M2 : matrice chargée : mélange $\text{MoSi}_2 + \text{TiSi}_2 +$ particules SiC
- M3 : matrice M1 avec fibres HNS
- M4 : matrice M2 avec fibres HNS

Quant au dernier lot, le Lot 3, il n'est composé que d'échantillons de type M3 du lot précédent, auxquels on a ajouté une interphase PyC.

Tous ces échantillons sont issus de disques fabriqués par spark plasma sintering, ou SPS. [Mam02] explique qu'il s'agit d'une technique de fabrication des céramiques techniques où un courant électrique pulsé est utilisé en combinaison d'un chauffage rapide et une pression élevée pour fritter des poudres céramiques rapidement, comme résumé par la figure 1.2. Les décharges électriques génèrent un plasma qui facilite l'élimination d'une éventuelle couche d'oxyde et autres impuretés à la surface des poudres, et contribuent avec une haute pression à aider à la diffusion entre les particules de poudre. En effet, sous l'effet du courant, des étincelles se forment à la surface des particules et chauffent très fortement les surfaces de contact, si bien que les transferts thermiques se font de manière plus efficace qu'avec le seul effet Joule d'un procédé de frittage plus classique. De plus, le champ électrique aide à la diffusion des ions. Cette méthode de fabrication permet alors l'augmentation de la diffusion aux joints de grains et favorise le transfert de matière et le grossissement des grains ([NS03]). Ainsi, outre une meilleure cinétique de frittage favorable à une industrialisation rapide et moins coûteuse du procédé, cette méthode présente également l'avantage d'être particulièrement adaptée aux CMC-FC ([Ber98]). Cependant, les difficultés reposent sur l'homogénéité de la poudre afin d'éviter les agglomérats, mais aussi sur l'optimisation des paramètres du procédé de fabrication (tension, intensité du courant, temps de chauffe, température, pression, etc) permettant une densification optimale du matériau et minimisant les contraintes résiduelles. Enfin, ce procédé induit dans la pièce une orientation préférentielle des fibres du fait de l'application d'une pression. Ce dernier point pourrait être un facteur important dans le dimensionnement des pièces en CMC-FC, ce que nous aborderons en parties 1.2 et 3.3.

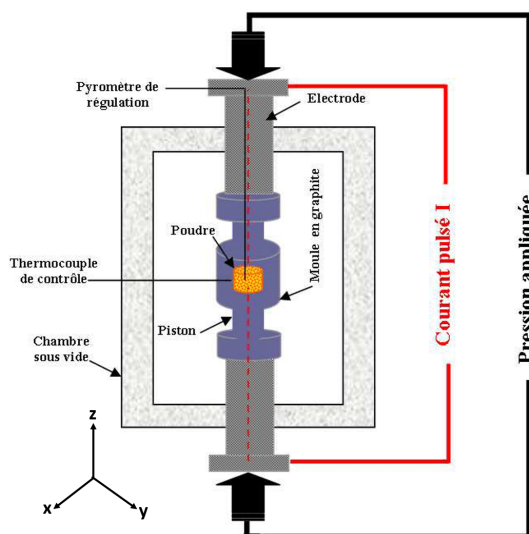


FIGURE 1.2 – Schéma de la méthode spark plasma sintering ([Ken10]).
La compression se fait selon l'axe z.

1.1.2 Justification industrielle du choix des constituants

Le choix des constituants peut s'expliquer en grande partie par l'application finale prévue pour ces matériaux CMC-FC et exposée en Introduction, mais également par un souci d'industrialisation du procédé de fabrication à grande échelle et à bas coût.

Selon [Sau95], un composé intermétallique se définit par l'association chimique de plusieurs métaux et métalloïdes. Les siliciures tels que le TiSi_2 et le MoSi_2 sont une famille particulière d'intermétalliques présentant plusieurs propriétés intéressantes pour l'application haute température des CMC-FC étudiés ici, notamment une excellente tenue aux hautes températures ainsi qu'une bonne résistance à l'oxydation à haute température ([Sha92]). Dans le cas précis du MoSi_2 , il s'agit en plus d'un matériau très rigide à l'ambiante ($E_{\text{MoSi}_2} \approx 450 \text{ GPa}$) et de faible ténacité, ce dernier point confortant l'idée d'inclure des renforts fibreux. De plus, bien que présentant un comportement fragile à température ambiante, ce matériau transitionne vers un comportement ductile autour de $900 \text{ }^\circ\text{C}$ ([Pet95]) d'où l'importance d'améliorer le comportement en fluage de ce matériau, ici encore en ajoutant des renforts par exemple ([Sad+92]). Le MoSi_2 semble ainsi être un bon candidat pour constituer la matrice d'un CMC-FC, mais présente un désavantage conséquent : à faible température (entre $350 \text{ }^\circ\text{C}$ et $550 \text{ }^\circ\text{C}$), le MoSi_2 est sujet à un phénomène de « peste » due à l'oxydation sous air, dégradant considérablement le matériau de différentes façons, allant de la formation de fissures à la désagrégation, comme le montre la figure 1.3 ci-dessous ([CN93]). C'est pour pallier cette « peste » que du TiSi_2 a été adjoint au MoSi_2 par la formation d'une solution solide, constitutive des matrices des lots 2 et 3. En effet, selon les travaux de [FR04], le TiSi_2 présente également une excellente résistance à l'oxydation, une bonne rigidité ($\approx 250 \text{ GPa}$ à l'ambiante), et une bonne résistance au fluage, mais aussi une faible ténacité en-dessous de sa température de transition fragile-ductile. Cependant, cette nouvelle formulation ne permet

pas de diminuer suffisamment l'écart entre les coefficients de dilatation thermique des deux phases constitutives du composite (voir tableau 1.1), ce qui, comme évoqué dans l'Introduction, induit des contraintes résiduelles dans le matériau pouvant mener à la formation de microfissures.

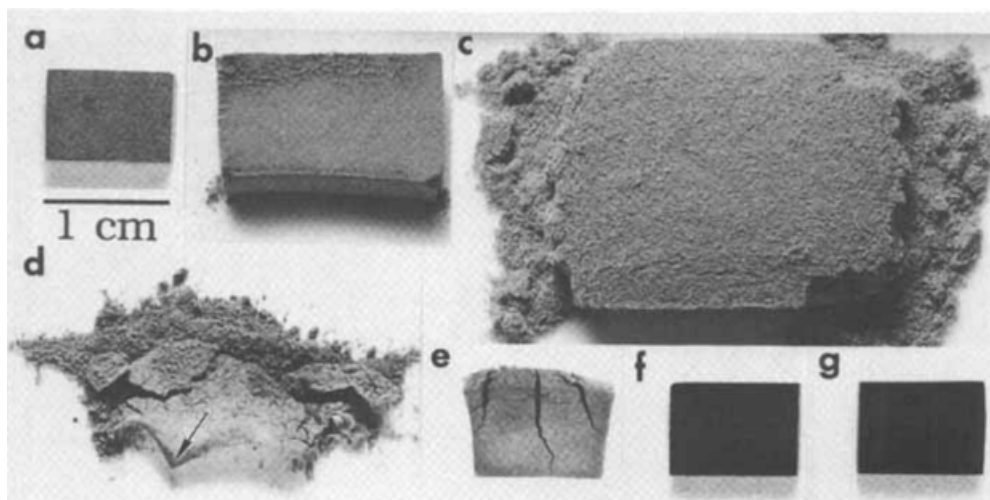


FIGURE 1.3 – Evolution des effets de la peste du MoSi_2 observée par [CN93]. a) : état initial; puis après oxydation 23 h sous $400\text{ }^\circ\text{C}$ (b); 23 h sous $450\text{ }^\circ\text{C}$ (c); 21 h sous $500\text{ }^\circ\text{C}$ (d); 70 h sous $550\text{ }^\circ\text{C}$ (e); 100 h sous $600\text{ }^\circ\text{C}$ (f); et 20 h sous $675\text{ }^\circ\text{C}$

Matériau	CET à T_{amb} ($\times 10^{-6}\text{ K}^{-1}$)	CET à $T = 1573\text{ K}$ ($\times 10^{-6}\text{ K}^{-1}$)
MoSi_2	6,8	8,7
TiSi_2	11,0	11,2
SiC matrice	1,5	4,9
SiC HNS	3,0	4,8

TABLE 1.1 – Coefficients de dilatation thermique (CET) des différents constituants, [Tou+75], [Bue+14]

Parmi les différentes catégories de renforts céramiques l'on distingue les fibres non-oxyde et les fibres oxydes ([Kre08]). Ces dernières, bien que par définition résistantes à l'oxydation, font état d'une faible résistance au fluage. C'est pour cela que la deuxième catégorie des fibres non-oxyde, telles que les fibres carbone ou SiC, est plus usitée dans les CMC haute température. Ces fibres sont toutefois limitées par leur résistance à l'oxydation, d'où le développement de fibres SiC particulières qui corrigent ce défaut, telles que les fibres de la famille Nicalon. Le choix des fibres Hi-Nicalon S comme renforts pour ces CMC-FC s'explique par leur rigidité très élevée ($\approx 420\text{ GPa}$), mais surtout leur excellente tenue aux hautes températures (stabilité chimique, résistance au fluage, résistance à l'oxydation) qui en fait un matériau bien adapté pour renforcer des CMC pour des applications à très haute température ([Ich00]).

Enfin, comme énoncé par [Kre08], la différence majeure entre les CMC et d'autres types de composites repose sur le fait qu'au cours du chargement, la matrice fragile s'endommage en premier. C'est pour cette raison qu'il est important de ralentir et dévier la propagation de fissures aux interfaces en affaiblissant la liaison fibre/matrice. Pour ce faire, les fibres sont enrobées d'une interphase jouant le rôle de fusible mécanique, présentant le plus souvent une structure stratifiée tels que le nitrure de bore (BN) ou le pyrocarbone (PyC).

1.1.3 Caractérisation morphologique : observation de la santé matière et évolutions entre les différents lots

Les différents lots de CMC-FC ont tous été observés au microscope optique Nikon ME600L afin d'étudier la santé matière et d'avoir un premier aperçu de l'homogénéité des matériaux.

La figure 1.4 ci-dessous rassemble des micrographies d'échantillons issus du Lot 1. Les micrographies 1.4a et 1.4b montrent notamment les défauts de densification déjà présents dans la matrice seule, autant pour le TiSi_2 que pour le MoSi_2 , mais les micrographies 1.4c et 1.4d sont les plus remarquables. En effet, on peut observer sur 1.4c une forte hétérogénéité au niveau du taux de renforts, mais surtout une très forte fissuration matricielle et la présence de nombreuses porosités. Ces porosités se retrouvent également en 1.4d, où l'on peut aussi souligner la présence de paquets de fibres. En parallèle de ces observations, des mesures de module de Young ont été réalisées sur ces échantillons par ping test et doublées par des essais de résonance ultrasonore, qui ont révélé des valeurs bien inférieures à ce qui était attendu : en moyenne autour de 70 GPa pour les échantillons de CMC-FC à matrice TiSi_2 et 175 GPa pour ceux constitués d'une matrice MoSi_2 . Les analyses morphologiques permettent de justifier qualitativement ces faibles valeurs, et il a été conclu par l'industriel que ces soucis étaient dûs à de mauvais paramètres d'élaboration du matériau que nous n'explicitons pas ici. Ceci explique pourquoi nous nous intéresserons que très peu à ce lot au cours de cette étude, en y faisant mention principalement à des fins de comparaison.

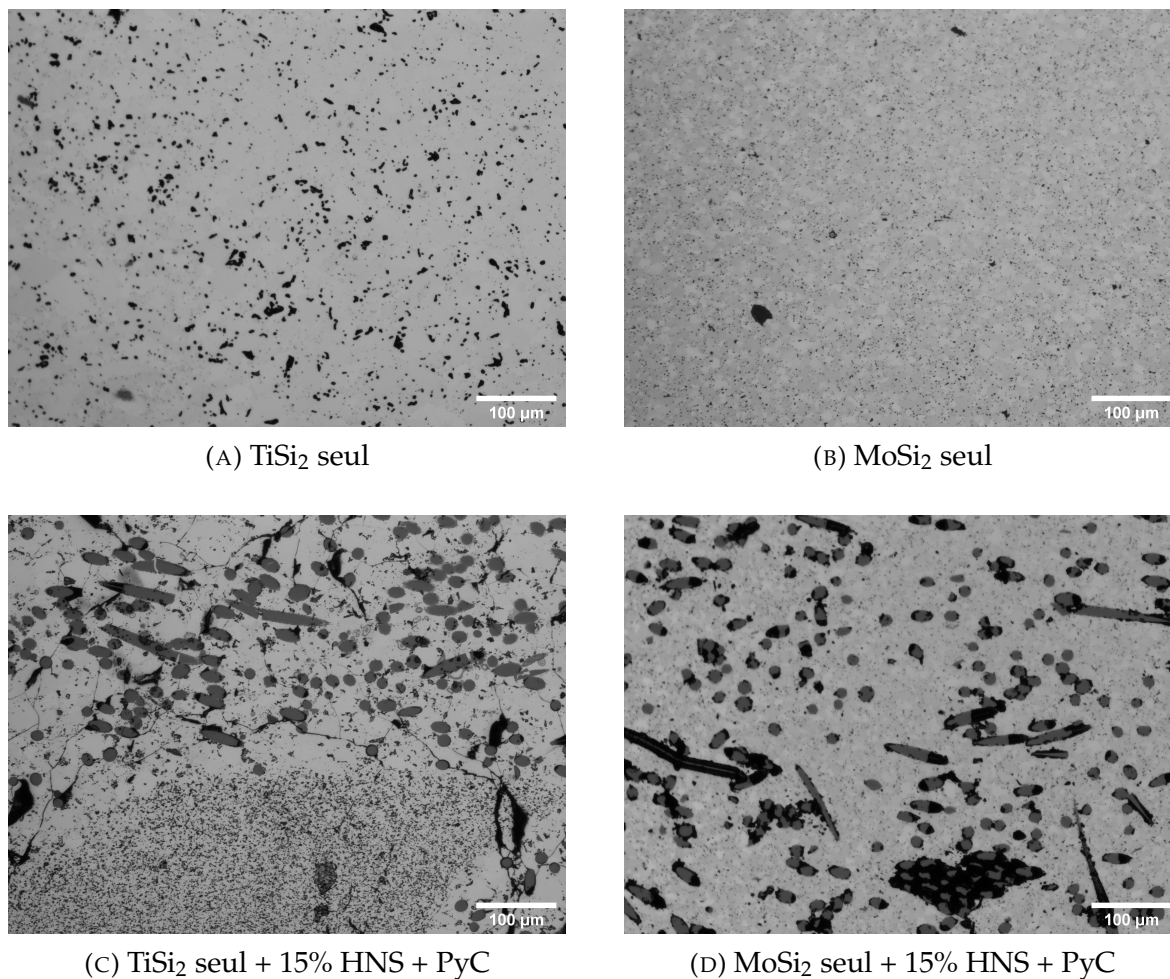


FIGURE 1.4 – Micrographies de différents échantillons issus du Lot 1

Nous nous concentrerons ainsi principalement sur les lots 2 et 3 de CMC-FC pour les essais mécaniques et en tant que base pour les modèles numériques. Sur la figure 1.5 ci-dessous sont représentées des micrographies d'échantillons du Lot 2. On remarque en premier lieu une bien meilleure densification des matériaux ainsi que l'absence de fissures matricielles. On observe tout de même sur les échantillons constitués d'une matrice type M2 de nombreux amas de particules SiC (1.5b, 1.5d, 1.6) qui pourraient constituer des défauts majeurs dans ces CMC. De plus, ces premières analyses semblent indiquer que la répartition des fibres est plus homogène dans les échantillons du lot 2 par rapport au lot 1. Cependant, la figure 1.7 montre l'attaque des fibres par la matrice, en l'absence d'interphase. Les propriétés d'interface s'en trouvent modifiées, ce qui peut impacter le rôle de fusible mécanique de ces dernières. Cet effet sera étudié plus en détail lors des essais mécaniques de la partie 1.3 et des simulations. Enfin, la figure 1.8 montre que les échantillons du lot 3 présentent à nouveau des fissures matricielles, bien que dans une moindre mesure que pour le lot 1. Lors des essais mécaniques et des simulations, il sera donc important de tenter de comprendre les effets de l'ajout d'interphase d'une part, et de l'endommagement matriciel initial d'autre part.

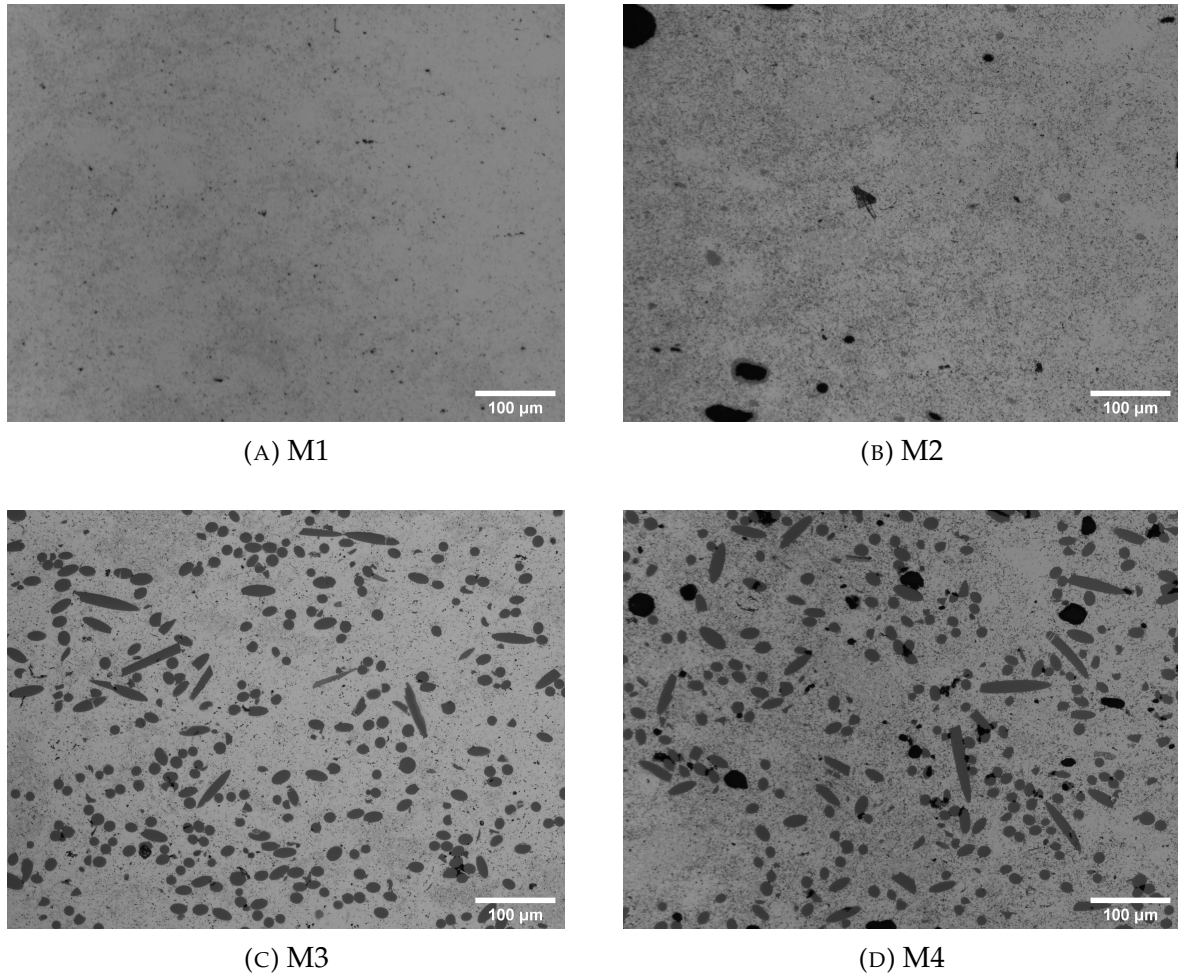


FIGURE 1.5 – Micrographies de différents échantillons issus du Lot 2

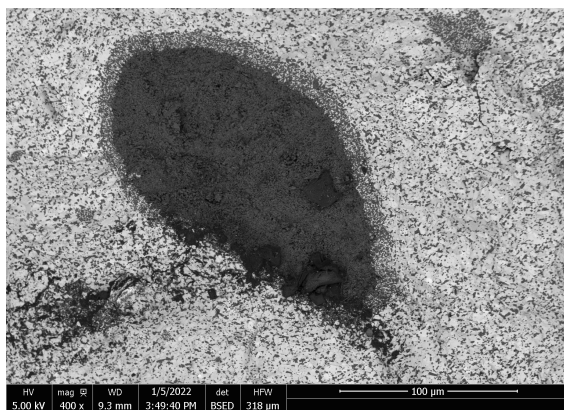


FIGURE 1.6 – Amas de particules SiC, observé au MEB

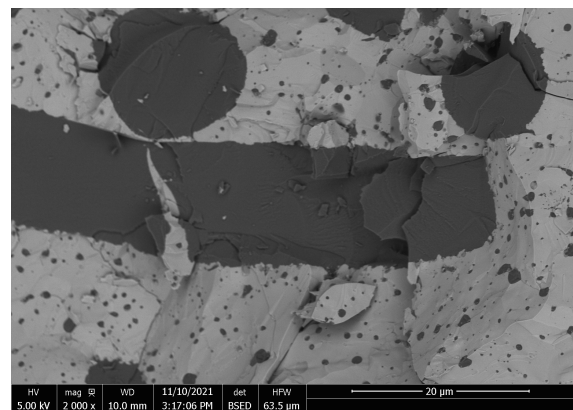


FIGURE 1.7 – Attaque des fibres par la matrice, observé au MEB

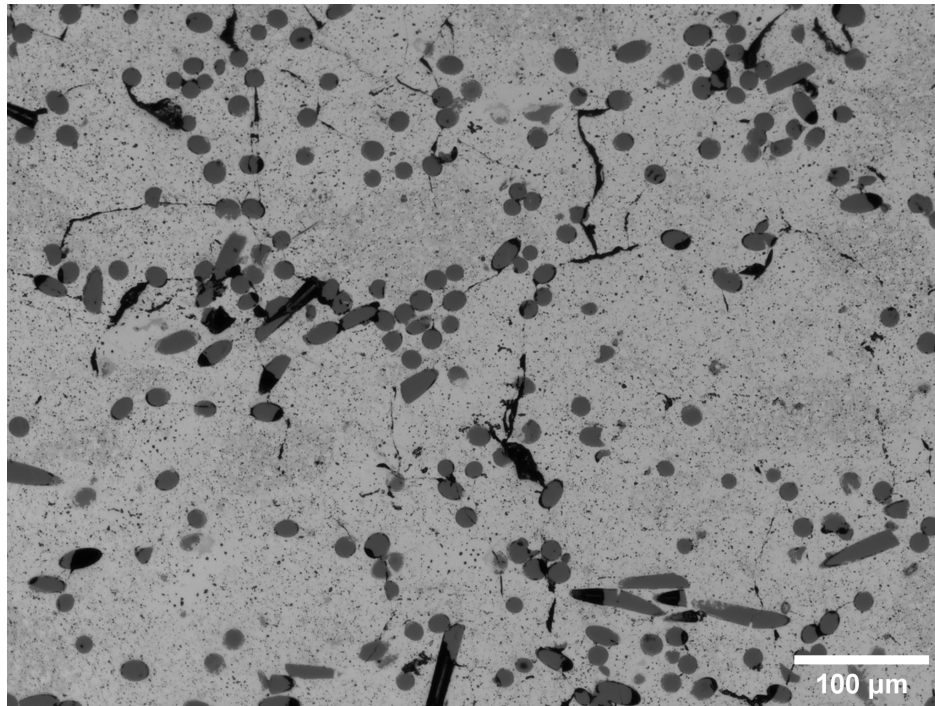


FIGURE 1.8 – Micrographie d'un échantillon issu du Lot 3

Ces études morphologiques ont permis de mettre en lumière différents éléments à étudier plus en détail expérimentalement et numériquement afin d'en connaître l'influence sur les mécanismes d'endommagement des CMC-FC. Tout d'abord, l'homogénéité des matériaux semble représenter un paramètre important pour l'endommagement. En effet, une fissure matricielle se formant dans une zone contenant peu de renforts risque de ne pas être suffisamment ralentie et ainsi mener à la ruine du matériau. Ensuite, la préfissuration matricielle pourrait soit impacter négativement le matériau dans le sens où il serait moins rigide, mais à l'inverse la matrice accumulerait moins d'énergie élastique à dissiper aux interfaces, ce qui rendrait les CMC-FC moins fragiles. Toutes les micrographies réalisées au microscope optique illustrent l'orientation préférentielle des fibres dues au procédé SPS, dont il a été fait mention en Introduction. Nous pouvons aussi y voir une distribution de diamètres de fibres. Ainsi, afin de rendre compte de ces différents aspects dans les modèles numériques, l'homogénéité des matériaux, l'orientation des fibres mais aussi leur géométrie seront analysés statistiquement, tandis que le rôle de la fissuration matricielle sera étudié ultérieurement une fois les modèles numériques établis.

1.2 Analyse statistique de la morphologie des matériaux

L'étude morphologique menée dans la partie précédente est ici approfondie par des analyses statistiques. Le but est d'obtenir des informations statistiques précises sur les distributions de taux volumique de renforts, d'orientation, de longueur et de diamètre de fibres afin de construire un jumeau numérique sous forme de matériau virtuel aussi proche que possible du matériau réel, pour étudier les effets de ces distributions sur les propriétés mécaniques des CMC-FC.

1.2.1 Mesure de l'homogénéité des matériaux en termes de taux volumique de fibres par binarisation de tomographies et méthode de bootstrapping

Nous avons remarqué à l'aide des micrographies une évolution dans l'homogénéité globale des CMC-FC en termes de taux volumique de renforts, mais également qu'il subsiste des hétérogénéités locales dans le matériau. Afin de les mesurer et les comparer, nous étudierons des tomographies réalisées par SAFRAN Ceramics avec une résolution de $1 \mu\text{m px}^{-1}$ dans le cas du Lot 1, et à l'ESRF à Grenoble dans le cas du Lot 2 (compositions M3 et M4 uniquement) avec une résolution de $0.7 \mu\text{m px}^{-1}$, le Lot 3 n'ayant pas été tomographié.

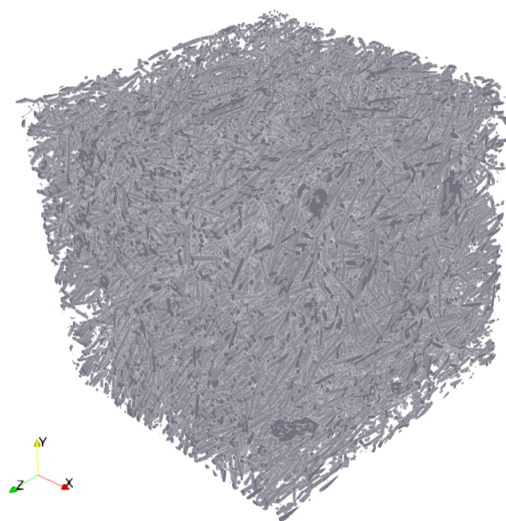


FIGURE 1.9 – Binarisation d'un extrait à cœur de la tomographie M3

Dans un premier temps, les tomographies sont binarisées à l'aide du logiciel FIJI ([Sch+12]), en appliquant un seuillage des niveaux de gris par méthode Otsu ([Ots79]). On obtient ainsi une image binaire avec les fibres d'une part, et la matrice d'autre part (figure 1.9 ci-contre). Nous ne chercherons pas ici à segmenter les fibres, c'est-à-dire à identifier les unités élémentaires, car nous avons seulement besoin de compter les voxels appartenant aux fibres et ceux constituant la matrice afin de mesurer un taux volumique de renforts

Toutefois, nous ne contenterons pas de déterminer le taux volumique de fibres de la cellule tomographiée complète. En effet, le but de cette analyse statistique est d'obtenir une mesure de l'hétérogénéité des CMC-FC, d'où la nécessité de calculer des distributions de taux volumiques. De plus, le choix de la taille x de la cellule de tomographie considérée a également un impact sur la mesure de la distribution, et les différences ainsi déterminées peuvent fournir des informations supplémentaires sur les hétérogénéités locales. Par conséquent, nous effectuerons ces analyses statistiques par méthode de bootstrapping : une technique de rééchantillonnage qui présente l'avantage de pouvoir calculer différents paramètres statistiques à partir d'un seul jeu de données, illustrée en figure 1.10. Dans notre cas, cela veut dire qu'il est inutile de réaliser plusieurs tomographies d'échantillons différents d'une même composition dans le but de déterminer une distribution de l'orientation ou du taux de renforts, ce qui serait peu pratique et long à mettre en oeuvre, mais de ne se baser que sur une seule tomographie qui sera ainsi rééchantillonnée. Une fois la taille des sous-volumes et le nombre d'échantillons choisis, la tomographie est divisée selon ces paramètres, chaque sous-volume (cubique) étant sélectionné au hasard dans la pile d'images initiale constituant la tomographie. Sur chacun de ces sous-volumes est déterminé le taux de renforts par seuillage tel que décrit plus haut. La distribution du taux de renforts est ensuite tracée sous forme d'histogramme, puis la

moyenne et l'écart-type sont déterminés pour chaque taille de sous-image considérée.

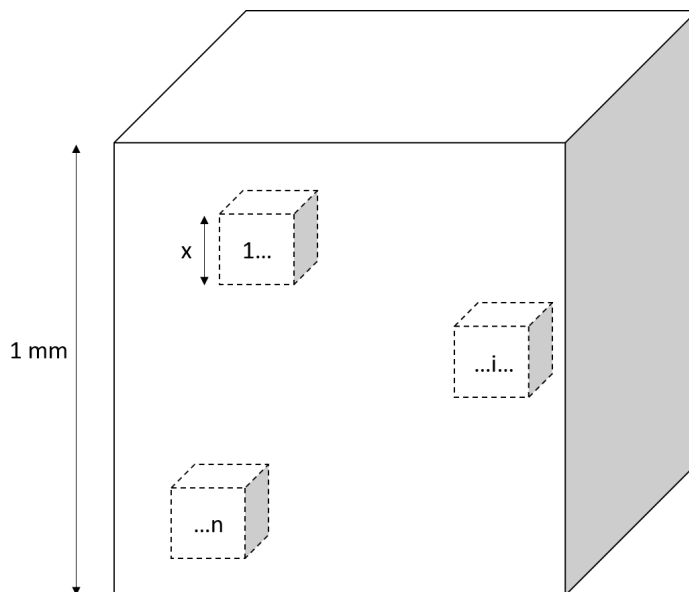
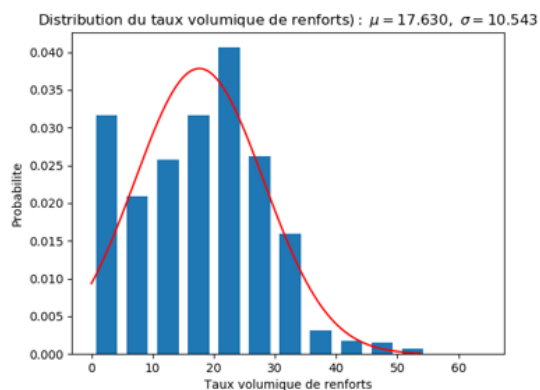
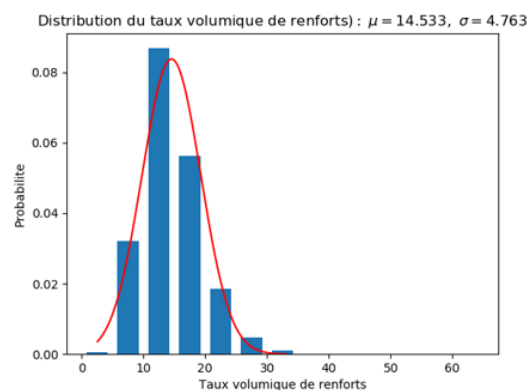


FIGURE 1.10 – Schéma de la méthode de bootstrapping employée pour l'analyse statistique de la morphologie des matériaux

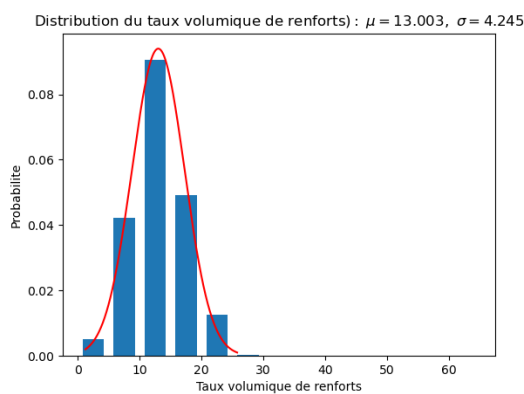
La figure 1.11 ci-dessous illustre l'évolution dans l'homogénéité en taux de fibres des CMC-FC entre le Lot 1 et le Lot 2 observée qualitativement dans la partie 1.1.3. Cette distribution a été obtenue avec 1000 tirages aléatoires de cellules de 100 μm de côté issues d'un extrait à coeur de la tomographie de 1 mm de côté. On peut y voir que l'écart à la moyenne est plus faible pour les matériaux du Lot 2, ce qui va dans le sens des observations micrographiques. Cette amélioration a été obtenue grâce à l'optimisation du mélange des poudres. La figure 1.12 montre que la moyenne des taux volumiques de fibres des extraits de l'échantillon correspond au taux volumique moyen de l'échantillon complet. Elle met aussi en avant la dépendance de cette distribution à la taille de cellule, due aux hétérogénéités locales. En effet, plus une cellule est petite, plus il est possible qu'elle ne contienne que de la matrice ou, à l'inverse, des fibres, ce qui explique la plus forte dispersion des résultats pour les cellules de petite taille. Afin de tenir compte de ces hétérogénéités dans le modèle numérique, on peut soit générer une cellule du jumeau numérique de grande taille puis sélectionner au hasard des extraits de ce jumeau, reprenant le principe du bootstrapping, soit générer directement plusieurs jumeaux numériques d'une taille donnée. La deuxième méthode a été retenue ici, car une des exigences du modèle repose sur la périodicité des cellules numériques, ce qui sera plus amplement détaillé dans le Chapitre 2.



(A) Distribution des taux de renforts dans une cellule de 100 μm de côté d'un échantillon du lot 1 (TiSi₂ + 15% HNS + PyC)



(B) Distribution des taux de renforts dans une cellule de 100 μm de côté d'un échantillon M3 du lot 2



(C) Distribution des taux de renforts dans une cellule de 100 μm de côté d'un échantillon M4 du lot 2

FIGURE 1.11 – Comparaison de la distribution du taux volumique de fibres entre les lots 1 et 2

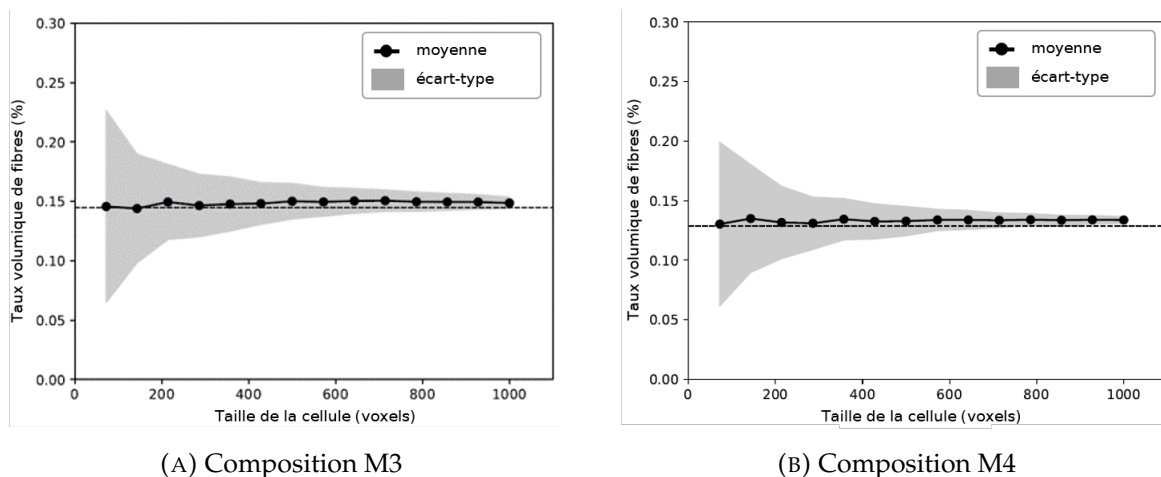


FIGURE 1.12 – Evolution des taux de renforts en fonction de la taille de cellule (résolution : $0.7 \mu\text{m px}^{-1}$). Pour chaque taille de cellule, 1000 tirages aléatoires sont effectués.

1.2.2 Détermination des distributions de longueurs et de diamètres des fibres

Nous poursuivons cette étude statistique des CMC-FC par l'analyse de la distribution de géométrie des fibres. En effet, nous avons pu voir sur les micrographies qu'il existe des disparités dans le diamètre des fibres d'une part. D'autre part, ces fibres courtes résultant du broyage de fils de Hi-Nicalon S puis d'un revêtement de PyC dans un lit fluidisé ([Man21]), leur longueur ne sera pas identique. Ces disparités dans le facteur de forme peuvent altérer la capacité des renforts à dévier les fissures matricielles, d'où l'intérêt d'intégrer une distribution de facteurs de forme dans le jumeau numérique. Dans ce but, deux solutions sont envisageables.

La première consiste en l'analyse des tomographies déjà étudiées dans le cas de l'étude des distributions de taux volumique de fibres et sur la segmentation des renforts. Bien que l'on puisse songer à segmenter manuellement, ce procédé est difficilement répétable et peut s'avérer fastidieux, ce qui explique pourquoi l'automatisation par algorithme de poursuite paraît plus intéressante. Cette technique, employée notamment en biologie pour la segmentation de filaments de protéines ([Rig+12]), ou de microtubules de cellules embryonnaires ([Web+12]) par exemple, peut tout à fait être adaptée à l'étude de matériaux composites, comme dans le cas de CMO renforcés par des fibres de verre ([BW17]). L'implémentation de cet algorithme se fait en deux étapes :

1. une étape de *template matching*, détaillée plus explicitement en section 1.2.3.2, qui calcule une cartographie des coefficients de corrélation mesurant la similarité entre le motif élémentaire choisi et la tomographie, et une cartographie de l'orientation de ces motifs.
2. l'algorithme de poursuite, illustré par la figure 1.13. Une fonction de similarité $S(x, x_0)$ est calculée à partir des deux cartographies de l'étape précédente, qui évalue la probabilité que deux voxels voisins appartiennent à la phase des renforts. L'algorithme commence par le voxel x_i correspondant au

coefficient de corrélation le plus élevé, puis construit des cônes de recherche dans la direction donnée par la cartographie des orientations dans lequel on recherche le voxel x_{i+1} donnant la plus grande valeur de similarité calculée par la fonction S.

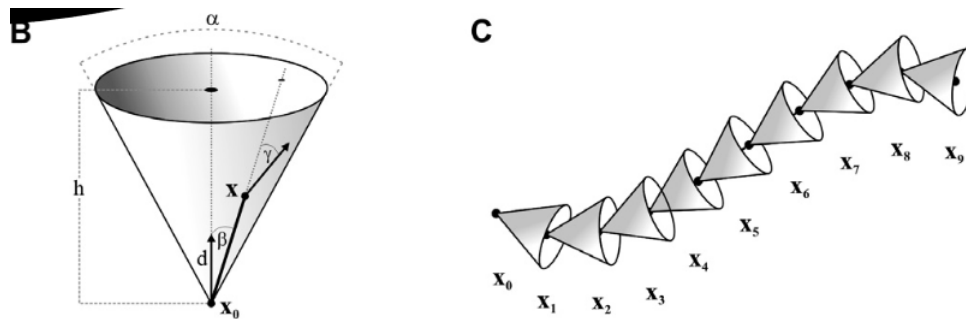


FIGURE 1.13 – Représentation du fonctionnement de l'algorithme de poursuite ([Rig+12]). A gauche : cône de recherche. A droite : schéma du tracé de la ligne moyenne de la géométrie considérée

La seconde méthode se base sur l'analyse automatisée d'images statiques ([Wil08]) pour compter et analyser les fibres, soit avant leur intégration dans le CMC, soit après, en attaquant la matrice. Celles-ci sont dispersées sur une platine d'observation en verre, et sont photographiées individuellement puis analysées. Cette technique présente l'avantage de ne pas avoir besoin de faire l'hypothèse que les particules analysées sont quasi-sphériques tel que dans le cas de la diffractométrie laser ([Ma+00]), ce qui peut fausser les résultats dans le cas de particules plus allongées telles que des fibres courtes. De plus, grâce à la puissance de calcul des ordinateurs actuels, on peut étudier une grande quantité de fibres dans un temps raisonnable et ainsi calculer plus précisément la distribution. Nous ferons le choix pragmatique d'employer cette approche. Les résultats des mesures sont rassemblés dans les tableaux 1.2 et 1.3 suivants.

d_{min} (μm)	8,50
d_{max} (μm)	53,30
d_{moy} (μm)	16,66
d_{stdev} (μm)	3,80

TABLE 1.2 – Distribution de diamètres de fibres

l_{min} (μm)	24,41
l_{max} (μm)	2271,60
l_{moy} (μm)	152,20
l_{stdev} (μm)	120,26

TABLE 1.3 – Distribution de longueurs de fibres

On remarque une dispersion relativement importante des diamètres de fibres autour de la moyenne, tout comme pour la longueur des fibres. Nous étudierons en détail les effets éventuels de ces différences dans la surface d'interface disponible autour de chaque fibre pour dévier les fissures matricielles à l'aide des simulations afin de savoir quel cas serait le plus favorable entre une uniformisation idéale de la géométrie des renforts ou, à l'inverse, si une distribution permettrait une meilleure défragilisation du matériau. En effet, dans le cas où les diamètres sont identiques,

n fibres de longueur l ont une surface d'interface plus grande qu'une seule fibre de longueur $n \times l$ ($n \in \mathbb{N}, n > 1$), ce qui est bien sûr également le cas si on augmente le diamètre (à longueur identique), ou pour une fibre dont le diamètre et la longueur sont supérieurs à la moyenne. On peut ainsi aisément comprendre que ces distributions peuvent avoir un rôle important dans l'endommagement des CMC-FC.

1.2.3 Mesure des distributions d'orientation des fibres

1.2.3.1 Présentation des objectifs et principes du calcul du tenseur d'orientation

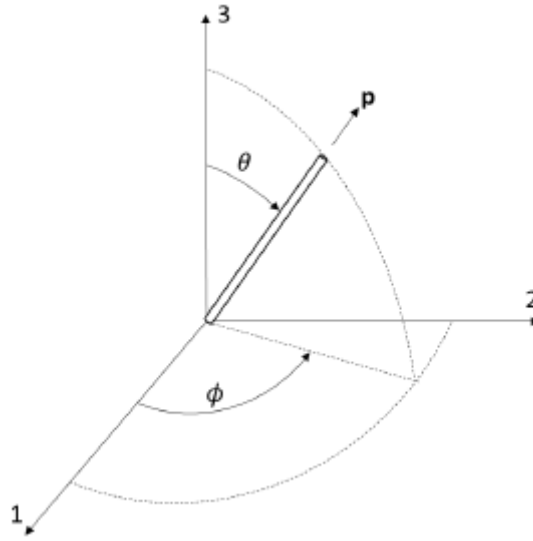
Le dernier paramètre morphologique pouvant affecter les propriétés mécaniques des CMC-FC est l'orientation des fibres, que l'on sait ici influencée par le procédé de fabrication SPS qui tend à favoriser une orientation isotrope transverse. [Fu96] et [FLM09] ont montré que l'orientation des fibres, induite par la méthode de fabrication, a une influence sur le comportement des CMO à fibres courtes. On peut par exemple citer le moulage par injection à l'origine d'un effet coeur-peau observé dans ces matériaux. Quant aux CMM à fibres courtes, [BEH02] indique que l'orientation des fibres par rapport à la direction de la sollicitation modifierait leur capacité à reprendre le chargement. On peut ainsi légitimement penser que la distribution d'orientation des fibres courtes auraient une influence sur les propriétés élastiques et l'endommagement des CMC-FC. Cette section se consacre ainsi au développement d'outils permettant de calculer la distribution d'orientation des fibres à partir d'images de tomographie.

On peut définir l'orientation des fibres courtes de deux manières ([AT87]) :

- soit en connaissant la fonction de distribution d'orientation $\psi(\theta, \phi)$, qui permet de définir la probabilité de trouver une fibre telle que $\theta \in [\theta_1, \theta_1 + d\theta]$ et $\phi \in [\phi_1, \phi_1 + d\phi]$:

$$P(\theta_1 \leq \theta \leq \theta_1 + d\theta, \phi_1 \leq \phi \leq \phi_1 + d\phi) = \psi(\theta_1, \phi_1) \sin \theta_1 d\theta d\phi \quad (1.1)$$

- soit en associant à chaque fibre un vecteur orientation unitaire \mathbf{p} . On peut ainsi noter la fonction de distribution d'orientation $\psi(\mathbf{p})$. Le vecteur \mathbf{p} peut s'exprimer à partir des angles d'Euler θ et ϕ (voir figure 1.14, équation 1.2). On peut ensuite déterminer le tenseur orientation d'ordre 4, noté A_4 et de coefficients A_{ijkl} , mais aussi le tenseur d'ordre 2, noté A_2 et de coefficients A_{ij} , à des fins de visualisation (équation 1.3).

FIGURE 1.14 – Définition de \mathbf{p} en fonction des angles d'Euler

$$\begin{cases} p_1 = \sin \theta \cos \phi \\ p_2 = \sin \theta \sin \phi \\ p_3 = \cos \theta \end{cases} \quad (1.2)$$

$$A_{ijkl} = \oint p_i p_j p_k p_l \psi(\mathbf{p}) d\mathbf{p} \quad (1.3a)$$

$$A_{ij} = \oint p_i p_j \psi(\mathbf{p}) d\mathbf{p} \quad (1.3b)$$

Il existe diverses méthodes de calcul de l'orientation de fibres. On peut tout d'abord citer l'étude par ellipsométrie ([Lee+02]), où l'empreinte elliptique sur la section de matériau étudiée est analysée afin d'en déduire les angles θ et ϕ . Une micrographie de la section ou une image issue d'une tomographie est d'abord segmentée afin d'ajuster une ellipse sur chaque fibre identifiée. Les coordonnées des axes de cette ellipse (cf figure 1.15) permettent de calculer celles du vecteur \mathbf{p} (équation 1.4) puis les coefficients du tenseur orientation avec l'équation 1.3.

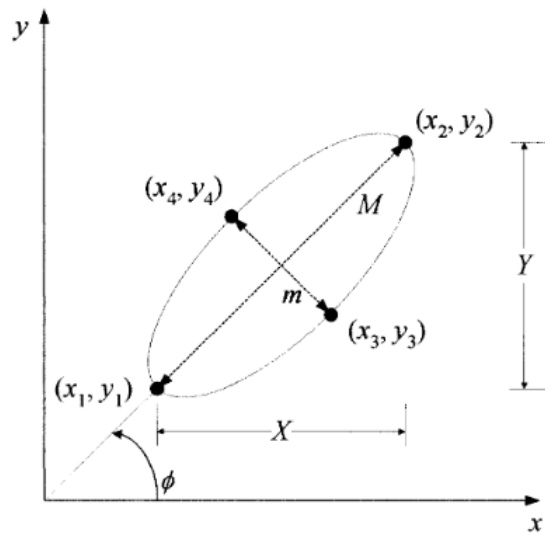


FIGURE 1.15 – Empreinte elliptique d'une fibre ([Lee+02])

$$\left\{ \begin{array}{l} m = \sqrt{(x_3 - x_4)^2 + (y_3 - y_4)^2} \\ X = x_2 - x_1 \\ Y = y_2 - y_1 \\ M = \sqrt{X^2 + Y^2} \\ \sin \phi = \frac{X}{M} \\ \cos \phi = \frac{Y}{M} \\ \sin \theta = \frac{m}{M} \\ |\cos \theta| = \sqrt{1 - \frac{m^2}{M^2}} \end{array} \right. \quad (1.4)$$

Toutefois, cette méthode présente deux principales limitations ([SLW14], [Kar+20]). Tout d'abord, deux fibres dont les angles d'Euler valent (ϕ_1, θ_1) et $(\phi_1, \pi - \theta_1)$ auront la même empreinte, on peut donc perdre certaines informations d'orientation. Enfin, plus une fibre est perpendiculaire à la section observée, plus l'incertitude de mesure sera importante. Par ailleurs, l'ellipsométrie s'avère peu pratique pour l'analyse d'échantillons de grande taille. Ces désavantages affectent bien sûr notre capacité à déterminer précisément une distribution d'orientation, et découlent de l'utilisation d'images bidimensionnelles pour décrire une géométrie tridimensionnelle. Ainsi, étudier directement les images tridimensionnelles de tomographie semble être une solution évidente. Nous nous intéresserons notamment ici aux méthodes tenseur de structure ([Kra+10], [Kar+20], [SLW14], [PDW15], [Pin+18], [Sem+20]) et *template matching* ([Rig+12], [Pad12], [Lew95], [BH01]).

1.2.3.2 Calcul du tenseur d'orientation par l'analyse de tomographies

Concernant la méthode tenseur de structure, la tomographie est représentée par une fonction de niveaux de gris tridimensionnelle $J(x, y, z)$. On commence par calculer les gradients de niveaux de gris dans les trois directions (figure 1.16). Le tenseur de structure se définit ensuite par :

$$S(\mathbf{q}) = \int_{W(\mathbf{q})} S'(\mathbf{r}) d\mathbf{r}, S'(\mathbf{r}) = S'(x, y, z) = \begin{bmatrix} \left(\frac{\partial J}{\partial x}\right)^2 & \frac{\partial J}{\partial x} \frac{\partial J}{\partial y} & \frac{\partial J}{\partial x} \frac{\partial J}{\partial z} \\ & \left(\frac{\partial J}{\partial y}\right)^2 & \frac{\partial J}{\partial y} \frac{\partial J}{\partial z} \\ \text{sym} & & \left(\frac{\partial J}{\partial z}\right)^2 \end{bmatrix} \quad (1.5)$$

où \mathbf{q} est le vecteur au centre de la fenêtre d'intégration $W(\mathbf{q})$. On définit également un paramètre k qui caractérise la taille de cette fenêtre d'intégration, dont le volume vaut ainsi $2k + 1$. Le vecteur \mathbf{r} représente le point d'où sont échantillonnées les dérivées partielles de l'équation 1.5.

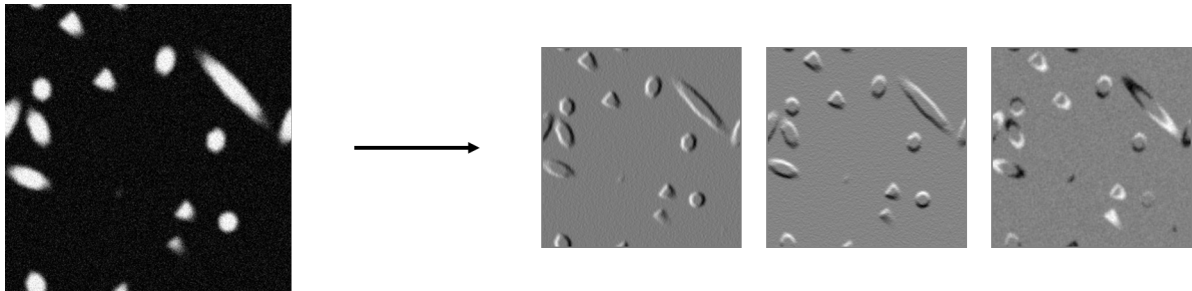
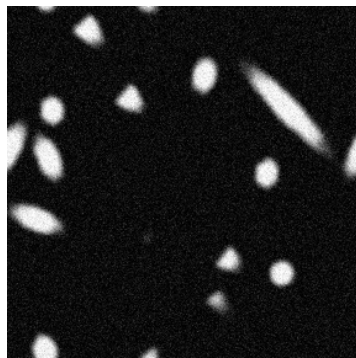


FIGURE 1.16 – Calcul des gradients de niveaux de gris dans les trois directions. A gauche : Extrait de la visualisation d'un matériau virtuel test isotrope. A droite : Gradients de niveaux de gris selon x, y, z .

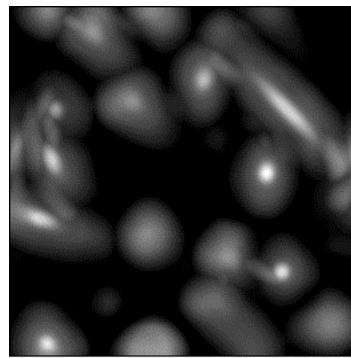
La décomposition en vecteurs propres du tenseur de structure donne pour vecteurs propres v_1, v_2, v_3 et valeurs propres $\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3$ à partir desquels est déduite l'orientation principale dans la fenêtre d'intégration. En effet, le vecteur propre correspondant à la plus petite valeur propre correspond à la direction selon laquelle la microstructure présente le moins de variabilité et donc à l'orientation locale. Ainsi, connaissant le vecteur directeur pour chaque voxel, on peut en déduire les coefficients du tenseur d'orientation d'ordre 4.

La méthode *template matching*, déjà mentionnée dans la section 1.2.2 est une autre méthode de calcul de tenseur d'orientation. Un motif élémentaire, ou *template*, est d'abord défini, soit dans notre cas un cylindre dont le diamètre et la longueur (en pixels) sont adaptés aux fibres dans la tomographie. Ensuite, plusieurs familles de motifs sont créées à partir du motif initial selon une discrétisation angulaire spécifique de la sphère unité. Pour cette discrétisation, une première approximation consiste à représenter la sphère unité par un polyèdre régulier convexe, comme un icosaèdre, puis subdiviser chaque face et normaliser les points obtenus pour qu'ils

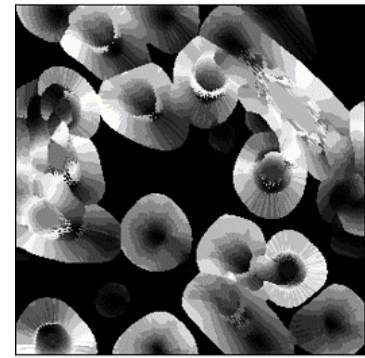
soient situés sur la sphère initiale, et recommencer le procédé autant de fois que nécessaire. On peut également se servir d'une discrétisation basée sur les travaux de Rob Womersley ([Wom18]), les ensembles de points ainsi générés présentant des géométries intéressantes notamment pour des applications telles que l'intégration numérique sur une sphère. On fait ensuite parcourir la tomographie aux différentes familles de motifs, et on utilise un algorithme de corrélation d'images, plus particulièrement un algorithme de *fast-NCC* ou corrélation croisée normalisée rapide. On cherchera de cette manière à déterminer le motif orienté ayant le coefficient de corrélation le plus élevé (figure 1.17b). Pour chaque voxel, on retient le motif permettant d'obtenir le coefficient de corrélation maximal, et l'on considère que la direction de la fibre est celle du motif correspondant (figure 1.17c).



(A) Extrait de la visualisation d'un matériau virtuel test isotrope



(B) Coefficient de corrélation



(C) Indice du vecteur de la discrétisation de la sphère unité correspondant au coefficient de corrélation de plus élevé

FIGURE 1.17 – Calcul du tenseur d'orientation par *template matching*

Ces deux démarches ont été testées sur des cellules virtuelles dont le tenseur d'orientation était connu afin de les comparer et pour déterminer la meilleure solution. La construction de ce matériau virtuel sera expliquée au chapitre 2. Le tableau 1.5 donne les valeurs des coefficients du tenseur d'orientation d'ordre 4 du matériau virtuel et ceux calculés par les méthodes tenseur de structure et *template matching* ainsi que l'écart avec le tenseur initial. Par souci de clarté, seuls les termes diagonaux sont représentés en utilisant une notation de Voigt modifiée (tableau 1.4).

11	→	1
22	→	2
33	→	3
12	→	4
23	→	5
13	→	6

TABLE 1.4 – Notation de Voigt modifiée

Composante du tenseur d'orientation d'ordre 4	A_{11}	A_{22}	A_{33}	A_{44}	A_{55}	A_{66}
Matériau virtuel	0,221	0,176	0,118	0,106	0,069	0,068
Tenseur de structure	0,210	0,177	0,142	0,097	0,071	0,067
<i>Template matching</i>	0,228	0,186	0,140	0,090	0,068	0,065

TABLE 1.5 – Tableau comparatif des tenseurs de structure initial et obtenus par *template matching* et méthode tenseur de structure

Les méthodes tenseur de structure et *template matching* donnent des résultats très similaires. Les tenseurs d'orientation d'ordre 4 obtenus sont également proches du tenseur d'orientation du matériau virtuel test, mais on peut noter un léger écart entre la consigne et la valeur mesurée du coefficient hors plan (A_{33}) probablement dû aux effets de bords inhérents à chacune des deux méthodes. Néanmoins, cette imprécision étant suffisamment modérée, elle a été jugée acceptable pour l'application envisagée dans le cadre de cette thèse, notamment au vu des résultats de simulation présentés au Chapitre 3 quant aux effets de l'orientation des renforts sur la réponse mécanique. En outre, étant donné la similarité des résultats obtenus par ces deux procédés, le choix de l'un d'entre eux reposera essentiellement sur la préférence du lecteur, notamment par la rapidité ou la simplicité de mise en oeuvre de chacune des techniques. Ainsi, la méthode tenseur de structure sera ici retenue, bien que le *template matching* puisse tout-à-fait s'y substituer.

1.2.3.3 Analyse statistique de l'orientation des fibres par méthode tenseur de structure et bootstrapping

Nous avons montré l'efficacité de la méthode tenseur de structure pour mesurer l'orientation des fibres dans une tomographie artificielle de CMC-FC virtuel. Cette technique est maintenant appliquée à l'étude statistique de l'orientation des renforts dans le matériau CMC-FC réel par bootstrapping. Comme dans le cas de l'analyse statistique des taux volumiques de fibres, nous commençons par comparer l'homogénéité en termes d'orientation entre des échantillons des lots 1 (figure 1.18) et 2 (figures 1.19 et 1.20), en calculant ici les tenseurs d'orientation de 1000 cellules de 100 μm de côté prises au hasard dans la tomographie initiale. Pour plus de clarté, seront ici représentés les termes diagonaux A_{ii} du tenseur d'orientation d'ordre 2. Les indices (1, 2, 3) correspondent aux directions (x, y, z) de la tomographie, où z est l'axe de compression du procédé SPS. Ces mesures confirment tout d'abord l'isotropie transverse des CMC-FC, avec $A_{11} \approx A_{22} > A_{33}$. Ensuite, de la même manière que pour le taux volumique de fibres, on observe une diminution de l'écart à la moyenne dans les distributions d'orientation selon les trois axes entre le Lot 1 et le Lot 2, ce qui suggère une meilleure homogénéité pour les échantillons du Lot 2. La figure 1.21 montre également l'isotropie transverse des CMC-FC du Lot 2, bien que moins marquée dans le cas de l'échantillon M3 analysé. Cette figure met aussi en évidence la dépendance de ces observations à la taille du maillage, mais la moyenne des orientations des différents tirages correspond ici aussi à l'orientation moyenne de l'échantillon global, comme relevé dans le cas des taux volumiques de renforts

(section 1.2.1). Ces informations nous permettront de vérifier que les tirages de matériaux virtuels réalisés sont bien représentatifs des statistiques morphologiques du matériau réel. Les simulations permettront en outre de comprendre l'influence de ces états d'orientation sur le comportement des matériaux.

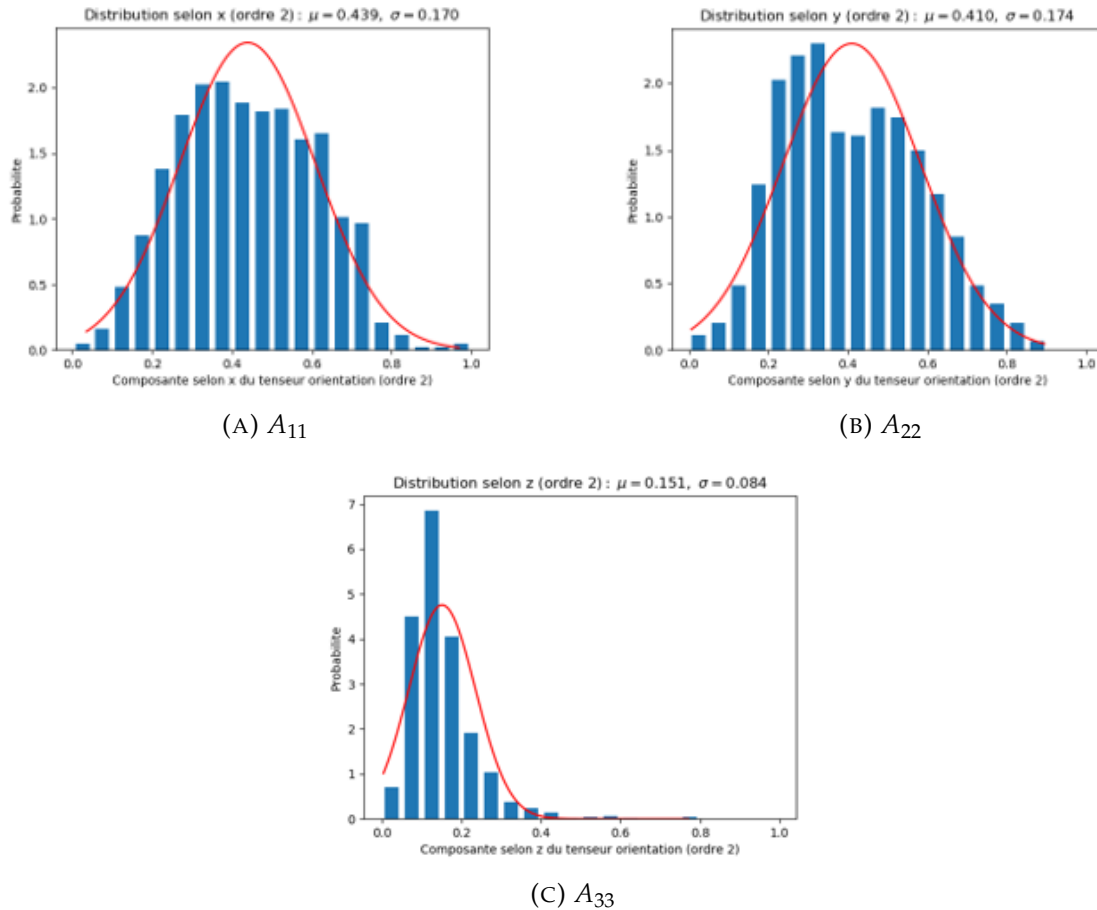


FIGURE 1.18 – Distribution d'orientation obtenue en analysant 1000 échantillons de tomographie de $100 \mu\text{m}$ de côté d'un échantillon du lot 1 ($\text{TiSi}_2 + 15\% \text{HNS} + \text{PyC}$)

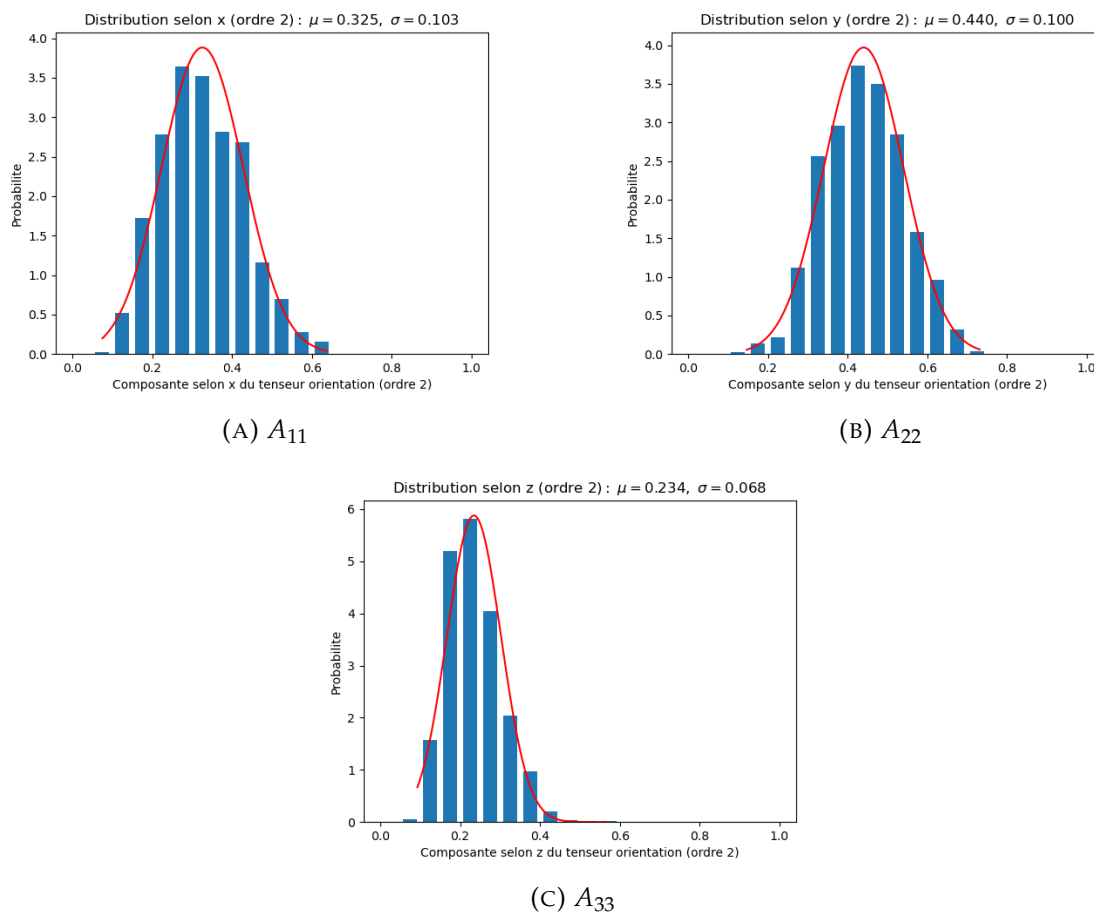


FIGURE 1.19 – Distribution d'orientation obtenue en analysant 1000 échantillons de tomographie de $100\ \mu\text{m}$ de côté d'un échantillon M3 du lot 2

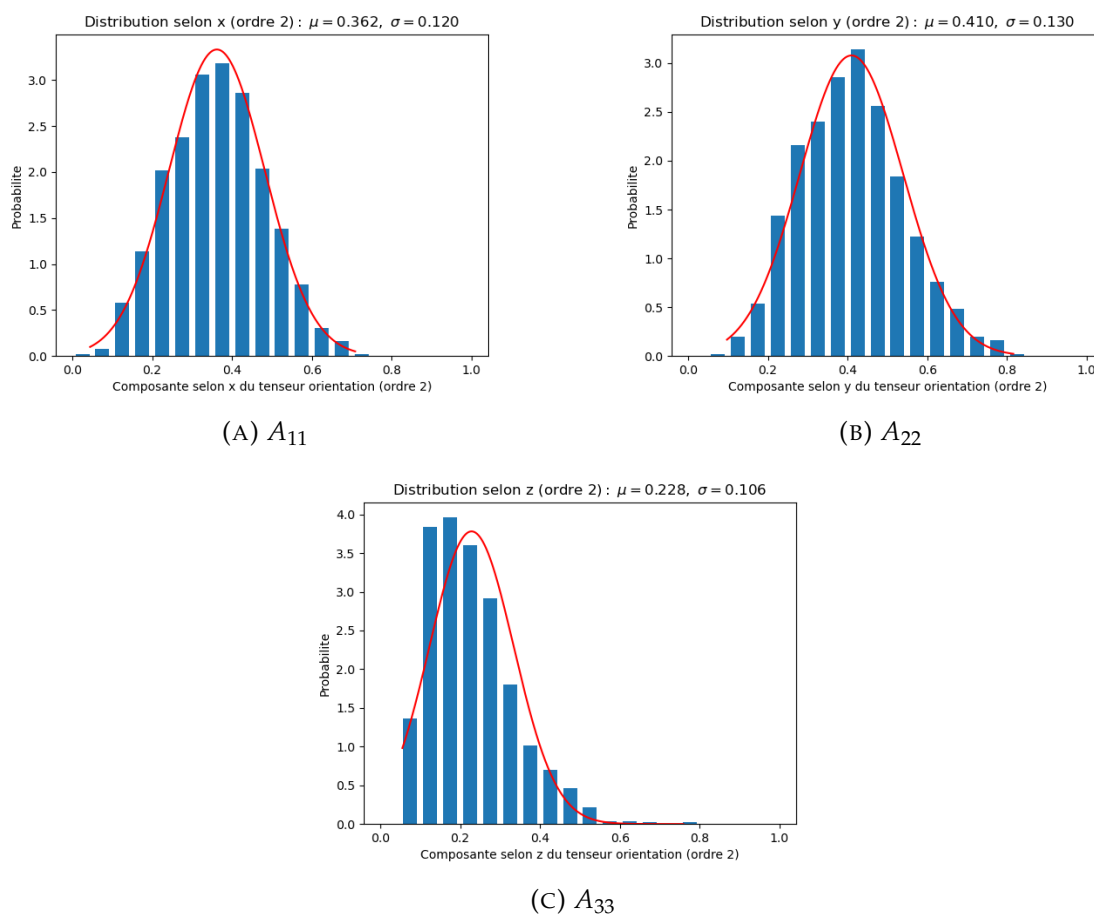


FIGURE 1.20 – Distribution d’orientation obtenue en analysant 1000 échantillons de tomographie de $100\ \mu\text{m}$ de côté d’un échantillon M4 du lot 2

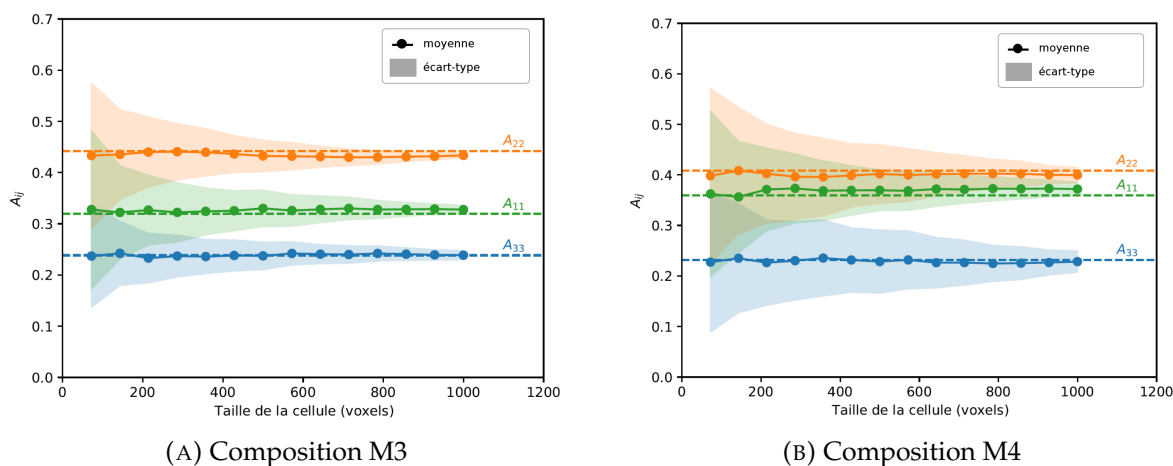


FIGURE 1.21 – Evolution des termes diagonaux des tenseurs d’orientation d’ordre 2 en fonction de la taille de cellule (résolution : $0.7\ \mu\text{m px}^{-1}$). Pour chaque taille de cellule, 1000 tirages aléatoires sont effectués.

Nous disposons ainsi, grâce à l'étude qualitative des micrographies optiques et MEB de la section 1.1.3 et à l'analyse statistique de la morphologie des CMC-FC de la section 1.2, d'une importante base de données morphologiques concernant les matériaux examinés. Ces données permettront la construction de matériaux virtuels statistiquement représentatifs du matériau réel permettant d'explorer en détail les effets de la morphologie et des hétérogénéités du matériau sur les propriétés des CMC-FC par la modélisation et la simulation. Les études par bootstrapping du taux volumique de renforts et de l'orientation ont par ailleurs montré que la moyenne des propriétés mesurées sur les différents tirages correspond à la propriété moyenne sur l'échantillon global. Ceci justifie alors le choix de générer plusieurs cellules virtuelles de petite taille à partir de ces valeurs moyennes globales, plutôt qu'une seule grande cellule virtuelle, pour l'analyse du comportement de ces matériaux virtuels. Enfin, l'étude de la santé matière permet aussi de mettre en évidence des paramètres matériau et procédé à même d'influencer les propriétés du matériau CMC-FC, ce qui doit être approfondi par des mesures expérimentales via des essais mécaniques présentés dans la partie 1.3 suivante.

1.3 Essais mécaniques : étude expérimentale de l'influence des paramètres matériau et procédé sur le comportement des CMC-FC

Les objectifs de cette campagne d'essais mécaniques sont multiples. En effet, il s'agit d'une part de comprendre expérimentalement l'influence des paramètres matériau et procédé sur les propriétés des CMC-FC et leur tenue à l'endommagement. D'autre part ces données alimenteront les modèles numériques, et permettront également leur validation en vérifiant notamment que les modèles construits sont effectivement capables de rendre compte des différents mécanismes observés expérimentalement. Notons que ces essais ont été menés sur des échantillons des lots 2 et 3 car il n'a pas été jugé pertinent de baser les modèles numériques sur les échantillons du lot 1 vu leurs défauts.

1.3.1 Caractérisation des propriétés matricielles et interfaciales par indentation

Le premier aspect de cette campagne expérimentale repose sur des essais d'indentation. Dans un premier temps, la rigidité des échantillons de matrice seule est mesurée par indentation Vickers. L'attention sera ensuite longuement portée sur la détermination des propriétés interfaciales dont l'importance pour le caractère endommageable des CMC-FC est indéniable.

1.3.1.1 Mesure des propriétés matricielles : indentation Vickers

Nous avons tout d'abord cherché à déterminer les propriétés mécaniques des échantillons de matrice seule par indentation Vickers, notamment le module de Young et la ténacité, dans le but d'établir une base de données matricielles pour

les modèles numériques. La caractérisation de la ténacité par indentation Vickers repose sur la mesure de la longueur des fissures aux sommets d'une empreinte réalisée par une pointe d'indenteur de type Vickers sur un matériau avec une charge donnée (voir schéma de la figure 1.22).

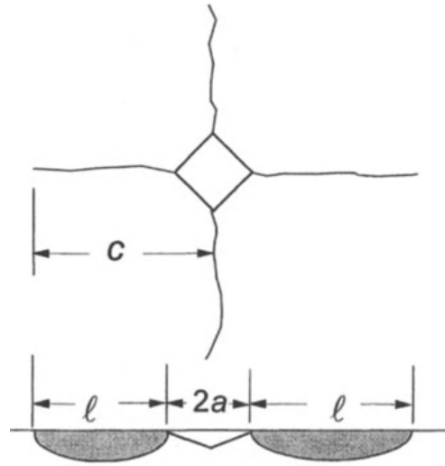


FIGURE 1.22 – Schéma d'une empreinte Vickers ([MF99])

On peut ensuite relier cette longueur $c = \ell + a$ à la ténacité du matériau par la formule 1.6 ([Ans+81]) :

$$K_{Ic} = 0,016 \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{P}{c^{\frac{3}{2}}} \right) \quad (1.6)$$

où $H = \frac{0,5P}{a^2}$ est la dureté du matériau, P le chargement appliqué et E le module élastique mesuré grâce à la méthode Oliver-Pharr ([OP92]).

Ces essais Vickers n'ont pu être menés que sur un échantillon poli miroir de composition M1, où une cinquantaine d'indentations a été réalisée, car les composites M3 et M4 sont peu adaptés à ce type d'essais du fait de la présence des inclusions, explication que l'on peut étendre aux matériaux M2 du fait des nombreux paquets de particules. Les essais ont été réalisés avec des niveaux de charge de 10 à 25 mN. Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau 1.6 suivant.

Propriété	Valeur
E (GPa)	359 ± 17
H (GPa)	$14,7 \pm 1,1$
K_{Ic} (MPa m ^{0,5})	$2,42 \pm 0,9$

TABLE 1.6 – Propriétés matricielles mesurées par indentation Vickers

Composition	E (GPa)
M1	321,1
M2	331,8
M3	263,3
M4	323,1

TABLE 1.7 – Modules de Young d'échantillons du Lot 2 mesurés par ping-test

Afin de pallier la difficulté de mener des essais Vickers sur les autres compositions, des essais de ping-test complémentaires ont été réalisés (cf tableau 1.7). Ces résultats seront également comparés à ceux obtenus lors des essais de flexion, mais on peut déjà relever quelques points notables. Tout d'abord, le module de Young de la matrice estimé par indentation (359 GPa) est supérieur à celui mesuré par ping-test (321.1 GPa, cf M1, tableau 1.7). Mais le fait principal à noter ici est qu'il apparaît que l'ajout de fibres plus rigides que la matrice assouplit le CMC-FC, contrairement à ce qui est attendu en appliquant une loi des mélanges $E = E_m V_m + E_f V_f$. Bien que des fissures matricielles n'aient pas été relevées dans les échantillons du lot 2 dans le cadre des analyses morphologiques, cet écart pourrait s'expliquer par la présence d'un endommagement matriciel diffus dû aux contraintes résiduelles.

1.3.1.2 Détermination des propriétés interfaciales

Comme rapporté en section 1.1.2, l'état de l'art insiste sur l'importance capitale des propriétés interfaciales dans le ralentissement de la propagation des fissures matricielles dans les CMC ([LS91]). C'est pourquoi il est nécessaire de connaître précisément ces données matériaux afin notamment de vérifier qu'elles sont compatibles avec le rôle de fusible mécanique essentiel à cette catégorie de matériau et, si ce n'est pas le cas, de savoir optimiser ce paramètre en choisissant un matériau d'interphase adapté. Des essais de push-out, tels que décrits par [CG01], ont par conséquent été réalisés sur des échantillons minces issus des lots 2 et 3, d'abord à l'aide d'un nano-indenteur. On peut alors déterminer la contrainte normale de décohésion σ_n^d et la contrainte de cisaillement interfacial τ à partir de la limite élastique F_d et de la force F_g nécessaire à la décohésion (figure 1.23 et équation 1.7). Cependant, la charge maximale de l'indenteur avait été atteinte dans les deux cas, sans observer de push-out ni sur la courbe d'essai ni sur l'échantillon. Une seconde tentative a été envisagée en utilisant cette fois un micro-indenteur, toujours adapté à la morphologie du matériau, et pouvant atteindre des niveaux de charges plus élevés.

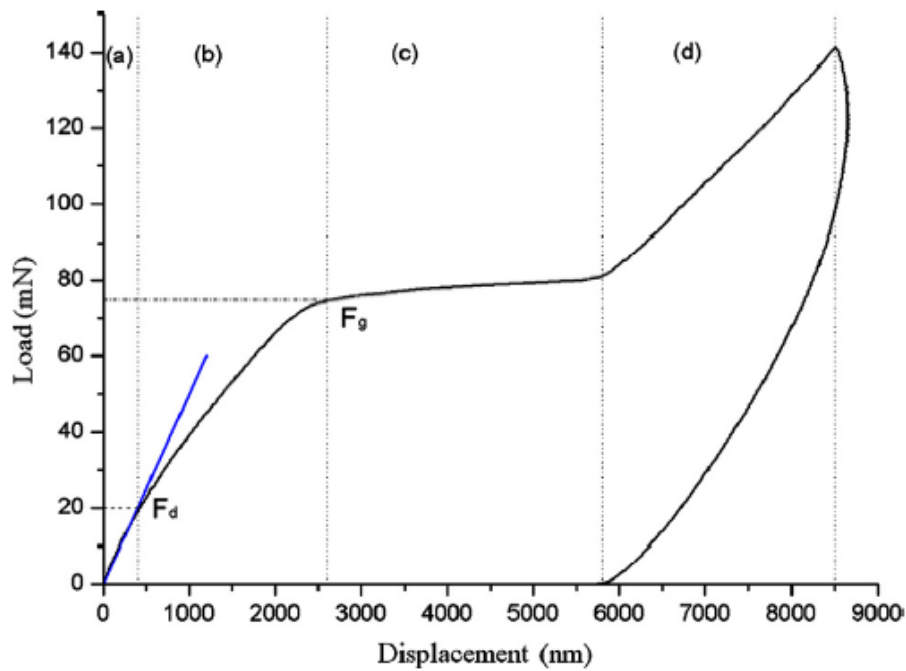


FIGURE 1.23 – Courbe force-déplacement typique d'un essai de push-out ([Bue+14])

$$\sigma_n^d = \frac{F_d}{\pi r^2} \quad (1.7a)$$

$$\tau = \frac{F_g}{2\pi r l} \quad (1.7b)$$

où l est la longueur de la fibre, qui correspond ici à l'épaisseur de l'échantillon ($e = 89 \mu\text{m}$)

Sur l'échantillon sans interphase, les courbes force-déplacement obtenues, représentées en figure 1.25, semblent montrer la présence de push-out. En revanche, l'observation au MEB des sites d'indentation n'a pas permis de retrouver de fibres décohéérées. En outre, la matrice a été sévèrement abîmée sur la face d'indentation et la face opposée (figure 1.24), ce qui suggère que les courbes et les valeurs de contraintes de cisaillement déterminées représentent une mesure de l'endommagement de la matrice autour du site d'indentation. Si ces données ne sont donc pas exploitables pour la mise en place d'un modèle numérique, elles mettent néanmoins la lumière sur l'incapacité d'une fibre non enrobée de faire figure de fusible mécanique pour ces matériaux CMC-FC.

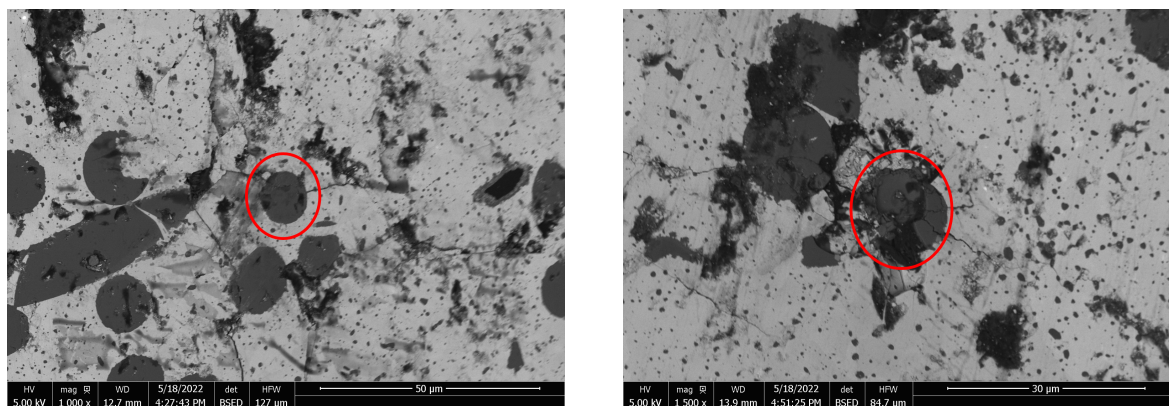


FIGURE 1.24 – Endommagement matriciel sur les deux faces du même site d’indentation, observé au MEB

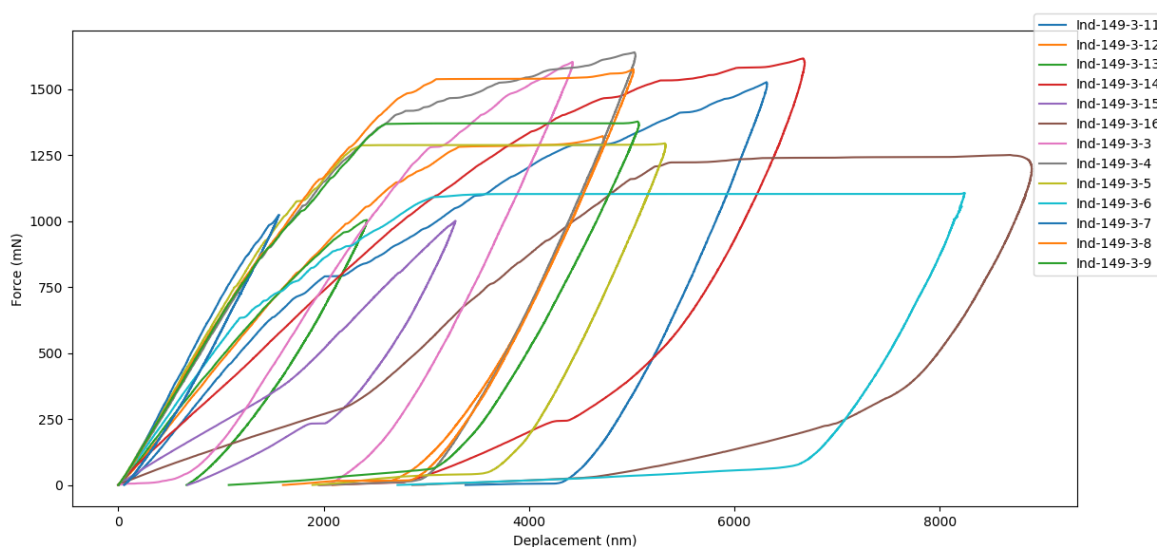


FIGURE 1.25 – Courbes force-déplacement obtenues lors de la campagne d’essais de push-out par micro-indentation sur un échantillon M3 sans interphase (Lot 2)

Du push-out a néanmoins pu être observé sur l’échantillon contenant une interphase PyC (Lot 3) comme en atteste la figure 1.26. Seul deux sites d’indentation y sont représentés, mais le déchaussement a été observé sur la totalité de la quinzaine de fibres testées, sur une longueur de 5 µm à 10 µm environ. On peut également y observer de l’endommagement matriciel, mais ces fissures sont déviées aux interphases qui joueraient donc correctement leur rôle en ralentissant la propagation de l’endommagement, ce qui n’est pas le cas des échantillons sans interphase comme montré au paragraphe précédent. Toutefois, cet endommagement matriciel assez marqué semble être à l’origine de la très forte dispersion des résultats de l’essai tel qu’en témoignent les courbes tracées en figure 1.27. Il a tout de même été possible de déterminer une contrainte de cisaillement interfacial $\tau = 172 \pm 56$ MPa à partir de certains des essais réalisés, mais la très faible précision des résultats rend l’intégration de cette donnée dans le modèle numérique discutable.

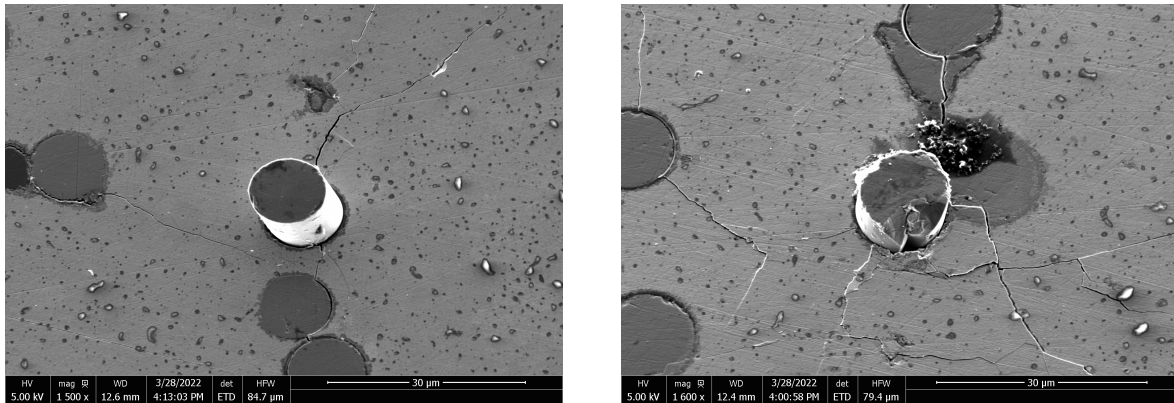


FIGURE 1.26 – Déchaussement de fibres au niveau de deux sites d’indentation, échantillon M3 + PyC du lot 3

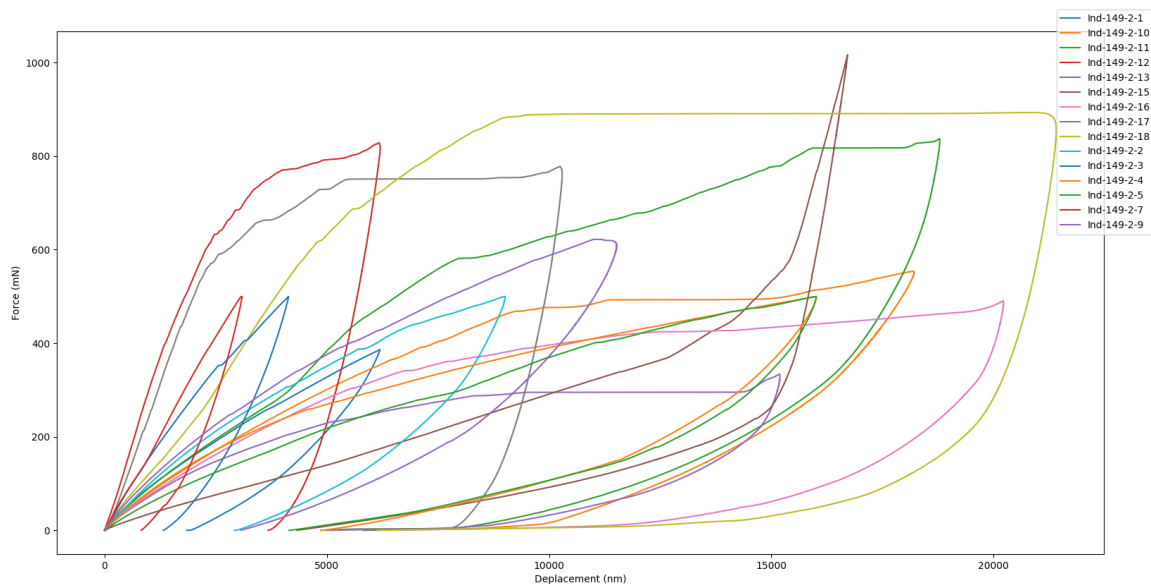


FIGURE 1.27 – Courbes force-déplacement obtenues lors de la campagne d’essais de push-out par micro-indentation sur un échantillon M3 + PyC (Lot 3)

Afin de malgré tout alimenter les modèles numériques en valeurs de propriétés interfaciales réalistes pour des CMC et permettant d’observer des mécanismes de décohésion fibre/matrice, nous baserons ces informations sur des calculs de propriétés du BN, un matériau également très usité pour l’enrobage de fibres céramiques pour des CMC (cf section 1.1.2). Ces calculs ont été menés au LCTS à partir des travaux de [Del19] sur la relation entre la microstructure et l’épaisseur d’une interphase BN (dans notre cas, $e_i = 600$ nm) et ses propriétés mécaniques. Ces travaux sont notamment basés sur le modèle Marshall et Oliver qui permet de tenir compte des effets de glissement et de décohésion. Le tableau 1.8 rassemble ainsi une première estimation de propriétés interfaciales remplissant ces critères.

Propriété	Valeur
σ_{0_i} (MPa)	107
$G_{c_{interf}}$ (J/m ²)	5,87

TABLE 1.8 – Première estimation de propriétés interfaciales permettant la décohésion fibre/matrice

Rappelons toutefois que l'un des objectifs des modèles numériques qui seront construits dans le cadre de cette thèse est de pouvoir réaliser des études paramétriques dans le but de proposer une formulation optimisée des CMC-FC. Un seul jeu de propriétés interfaciales n'est donc pas suffisant ni intéressant. La connaissance d'un intervalle de propriétés pour lequel la décohésion fibre/matrice serait possible est donc ici requise. Concernant la contrainte maximale, [Pom03] propose un abaque donnant les conditions de décohésion en connaissant les propriétés de la matrice et des fibres (figure 1.28). La construction de cet abaque s'est faite dans l'hypothèse d'une fissure au voisinage d'une fibre longue dans un matériau unidirectionnel, mais nous l'appliquerons ici au cas d'une fibre courte en première approximation.

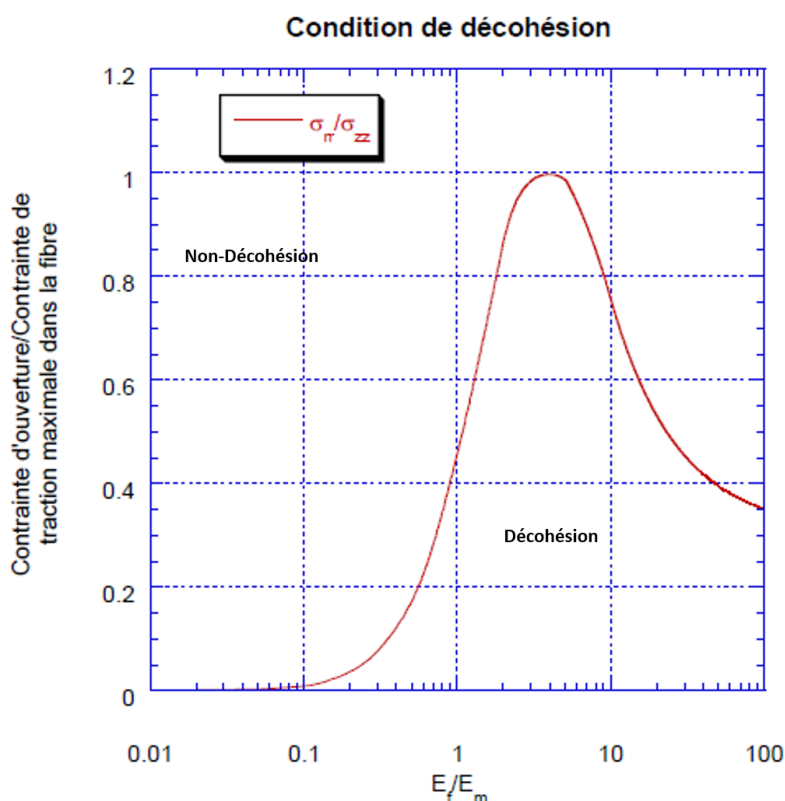


FIGURE 1.28 – Abaque des conditions de décohésion ([Pom03])

On peut en premier lieu vérifier que les propriétés interfaciales calculées et résumées dans le tableau 1.8 sont effectivement compatibles avec la décohésion, étant donné le module de Young des fibres $E_f = 420$ GPa, leur contrainte à rupture

$\sigma_f = 3,5$ GPa ([MO06]), et le module de Young de la matrice $E_m = 359$ GPa mesuré précédemment par indentation Vickers. Dans ces conditions, la résistance en traction de l'interphase devrait être inférieure à 1.404 GPa pour permettre la décohésion fibre/matrice. Cette valeur élevée s'explique toutefois par le fait que l'approche de [Pom03] est une approche en contrainte seule qui ne prend donc pas en compte l'aspect énergétique de l'endommagement interfacial, et car elle fait l'hypothèse que la fissure matricielle est placée à une distance particulière de l'interface. Cette méthode est donc sujette à caution, mais peut être employée pour une première approximation. En conséquence, la contrainte calculée plus haut semble donc compatible avec le mécanisme de décohésion indispensable à un bon ralentissement de l'endommagement des CMC-FC, et nous disposons à présent d'un moyen de vérifier que les intervalles d'étude paramétrique autour de cette grandeur sont pareillement conformes.

Afin de vérifier l'adéquation du taux de restitution d'énergie avec la décohésion, nous pouvons réaliser une succincte étude analytique du taux de restitution d'énergie interfacial g_0 nécessaire pour dissiper aux interfaces l'intégralité de l'énergie élastique stockée dans la matrice. Soit un échantillon cubique de matériau CMC-FC de côté L composé d'une matrice de rigidité E_m et de contrainte à rupture σ_m et dont le taux volumique de fibres, de rayon r et de longueur l , est v_f . Notons que nous choisissons d'utiliser la contrainte matricielle dans cette première approche, bien que le mécanisme réel fait intervenir des fissures matricielles qui s'amorcent à partir d'un défaut et donc pour une contrainte plus faible. Supposons ensuite que toutes les fibres contribuent à la reprise du chargement. L'énergie stockée dans la matrice vaut alors :

$$G = g \times L^3 \text{ où } g = \frac{\sigma_m^2}{2E_m} \quad (1.8)$$

Cette énergie G doit être dissipée par une surface Σ d'interface. On sait que le taux volumique de fibres s'exprime par $v_f = V_f/V = n\pi r^2 l/L^3$. On a alors le nombre de fibres $n = v_f L^3 / \pi r^2 l$. La surface totale d'interface disponible s'écrit alors :

$$\Sigma = n \times 2\pi r l = \frac{2v_f L^3}{r} \quad (1.9)$$

Le taux de restitution d'énergie nécessaire aux interfaces équivaut ainsi à :

$$G = g_0 \times \Sigma \Rightarrow g_0 = \frac{G}{\Sigma} = \frac{gr}{2v_f} \quad (1.10)$$

En prenant l'exemple d'un CMC-FC théorique tel que $E_m = 400$ GPa, $\sigma_m = 200$ MPa (soit l'équivalent des propriétés d'un MoSi₂ monolithique fabriqué par SPS ([Shi+02]) car nous n'avons pas pu déterminer de contrainte à rupture pour la matrice M1 seule, voir section 1.3.2), constitué de 15% de fibres SiC de 8 μm de rayon, proche de la moyenne de la distribution mesurée en section 1.2.2. Dans ces conditions, le taux de restitution d'énergie interfacial nécessaire g_0 s'élève à 1.3 J/m². La valeur calculée précédemment serait donc elle aussi adaptée à la décohésion

fibres/matrice et pourra par la suite constituer une des propriétés d'un « matériau-zéro » servant de base aux études numériques afin de bien comprendre les différents mécanismes en jeu dans l'endommagement des CMC-FC.

Nous disposons par conséquent d'informations matricielles et interfaciales à fournir aux modèles numériques, obtenues expérimentalement ou estimées à l'aide d'abaques ou de calculs analytiques. Nous avons également montré grâce aux essais de push-out que la présence d'une interphase semble indispensable pour permettre la déviation de fissures matricielles aux interfaces, ralentir la propagation de l'endommagement et, subséquemment, la ruine du CMC-FC. Afin de corroborer ces observations, des essais de flexion et de flexion entaillée ont été envisagés pour comprendre l'impact de ces données matériau sur la tenue en flexion et la ténacité des CMC-FC.

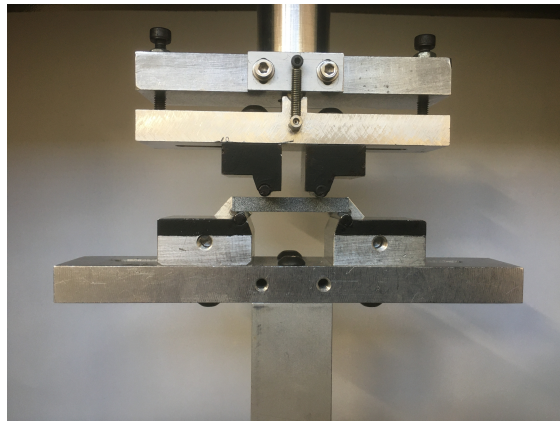
1.3.2 Etude du comportement mécanique à l'ambiante par essais de flexion

Les essais de flexion à l'ambiante ont pour but de mesurer les propriétés élastiques des différents CMC-FC étudiés et de déterminer leur comportement mécanique à l'ambiante en fonction de leur composition, en analysant spécifiquement le caractère endommageable de ces matériaux.

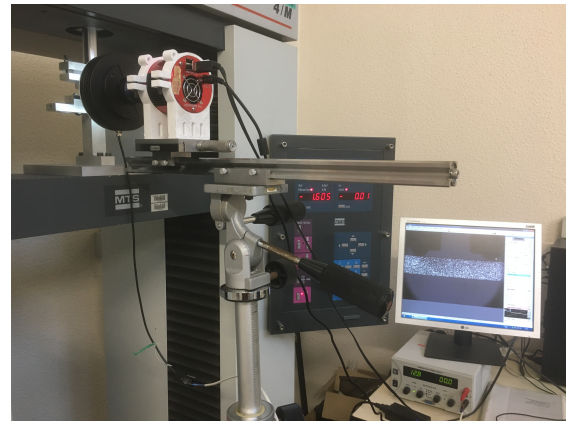
1.3.2.1 Mise en place des essais de flexion : instrumentation et algorithme de corrélation d'images BEAM-DIC

Les essais de flexion ont été réalisés sur des éprouvettes de dimension $40 \times 5 \times 3$ mm³ sur une machine de traction MTS 4/M sur laquelle est fixé un montage de flexion quatre points (figure 1.29a), avec un écart entre les appuis intérieurs L_i de 18 mm et les appuis extérieurs L_e de 34 mm. La vitesse de déplacement de la traverse est de 0.1 mm min^{-1} . Notons qu'il a été fait le choix d'essais de flexion quatre points car, contrairement aux essais de flexion trois points, il n'y a pas d'appui au niveau de la zone de rupture, ce qui peut endommager précocement l'éprouvette et fausser les résultats en provoquant une ruine plus rapide du matériau, mais aussi car l'absence d'efforts tranchants dans la zone située entre les appuis intérieurs permet une propagation plus stable de la fissure principale.

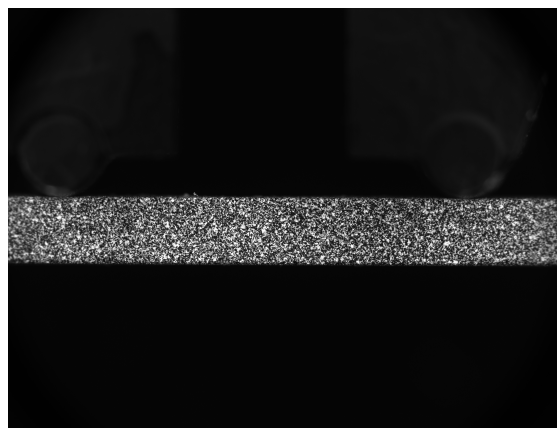
Les barreaux sont mouchetés à l'aide d'aérosols de peinture acrylique mate blanche et noire, après avoir poli les faces sur lesquelles se situent les appuis pour assurer un contact optimal de ces derniers avec l'éprouvette, dans le but de générer un motif permettant de mesurer les champs de déplacement par corrélation d'images et pouvoir ainsi analyser la déformation de l'éprouvette au cours du chargement. Les images sont prises à l'aide d'une caméra ZWO ASI1600MM équipée d'un objectif télécentrique, et d'un éclairage annulaire assurant un éclairage uniforme (figure 1.29c). Enfin, un capteur d'émission acoustique vient compléter l'instrumentation des essais en détectant l'endommagement des éprouvettes au cours de la sollicitation. Le montage complet est représenté en figure 1.29b.



(A) Montage de flexion quatre points



(B) Mise en place de la mesure par corrélation d'images



(C) Barreau moucheté observé au travers d'un objectif télécentrique

FIGURE 1.29 – Mise en place d'un essai de flexion quatre points

Concernant la corrélation d'images, le choix de son emploi pour l'instrumentation de nos essais repose en grande partie sur la nécessité de s'affranchir des effets de complaisance de la machine de traction utilisée. Son principe repose sur la mesure des déplacements de motifs entre une image prise à un instant t de l'essai et une image de référence afin d'en déduire les variations globales et locales du champ de déplacement. Comme chaque image a été prise dans des conditions identiques, on suppose que toute différence entre deux images est exclusivement due au déplacement. On commence par sélectionner une région d'intérêt (ROI : Region Of Interest) dans l'image, elle-même ensuite subdivisée en sous-images composées chacune d'un certain nombre de pixels et de niveaux de gris associés contenant un motif supposé unique. On applique sur chaque sous-image un algorithme de corrélation croisée, ce qui permet d'y associer un déplacement en cherchant à maximiser le coefficient de corrélation pour chaque zone, et par conséquent d'estimer le champ de déplacement à la surface de l'éprouvette considérée. On peut donc comprendre que le choix de la taille de ces sous-images est importante, mais si cette dernière est trop petite une dépendance au bruit peut apparaître. Afin de maximiser la précision des résultats, une approche plus globale peut être envisagée, telle que l'approche intégrée BEAM-DIC proposée par [Lep11]. Les calculs de CIN ont été réalisés avec le logiciel « Kintsugi » développé au LCTS.

L'approche BEAM-DIC fait l'hypothèse d'une cinématique de poutre dans la zone de l'éprouvette située entre les appuis intérieurs. Le champ de déplacement global y est décomposé à partir de cinq degrés de liberté, à savoir la courbure, la rotation, le déplacement vertical et les déformations et déplacements horizontaux apportant une déformation homogène permettant un éventuel décalage vertical de l'axe neutre. Cette méthode permet la mesure précise des champs de déplacement et de déformation, même de faible amplitude, tout en réduisant le bruit sans perte d'information, ce qui est confirmé par la faible valeur de l'erreur de corrélation tout au long de l'essai. La figure 1.30 ci-dessous compare les champs de déformation obtenus par une corrélation d'images classique et par BEAM-DIC pour un essai de flexion quatre points. La réduction du bruit y est très marquée, et l'erreur de corrélation mesurée à 0,5% environ.

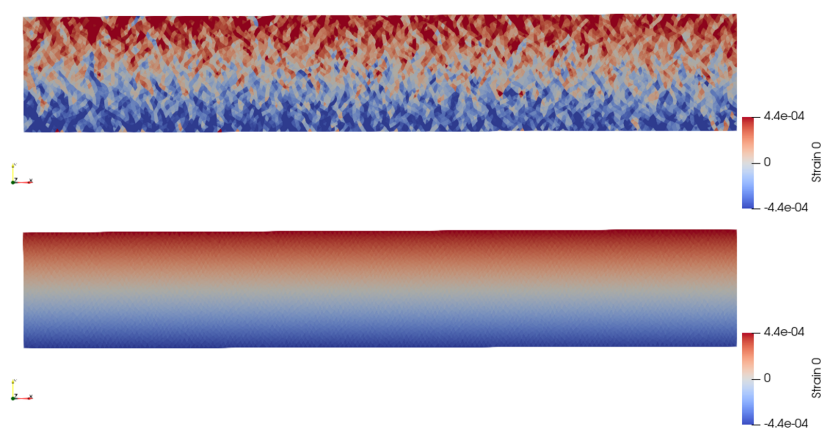


FIGURE 1.30 – Comparaison entre la corrélation d'images classique (en haut) et la corrélation d'images intégrée (en bas), déformation axiale ϵ_{xx}

1.3.2.2 Campagne d'essais de flexion à température ambiante sur échantillons des lots 2 et 3

Les essais de flexion quatre points ont été réalisés sur deux barreaux de composition M4 du Lot 2, ainsi que sur quatre barreaux du Lot 3. Les autres compositions du Lot 2 n'ont pas été testées en flexion quatre points car, au vu du petit nombre de barreaux disponibles, la priorité a été donnée aux essais de flexion entaillée. Les courbes de contrainte-déformation de ces essais de flexion, exploitées via CIN, sont représentées sur la figure 1.31. On observe d'abord, pour les échantillons du Lot 2, des déformations à rupture très faibles et un comportement linéaire élastique jusqu'à la rupture, ce qui souligne le caractère fragile de ces matériaux. En revanche, le comportement des échantillons du Lot 3 paraît plus intéressant à première vue. En effet, on remarque que la perte de rigidité y est importante. La réponse non linéaire est d'ailleurs plus marquée sur la face en traction que sur la face en compression, et cette dissymétrie suggère un déplacement de la ligne moyenne de la poutre vers la face en traction, ce qui indiquerait que le matériau s'endommage plus en traction qu'en compression. De plus, l'émission acoustique détecte de premiers endommagements presque en début de chargement, contrairement aux échantillons du Lot

2. Ceci semble confirmer le fait que les CMC-FC du Lot 3 présenteraient un comportement plus endommageable. Par ailleurs, alors que la rupture des barreaux du Lot 2 était catastrophique, les deux portions de tous les barreaux du Lot 3 restaient maintenues par un ligament au niveau de la face en compression, ce qui suggère un certain ralentissement de la propagation de fissure non observé dans le cas des CMC-FC sans interphase.

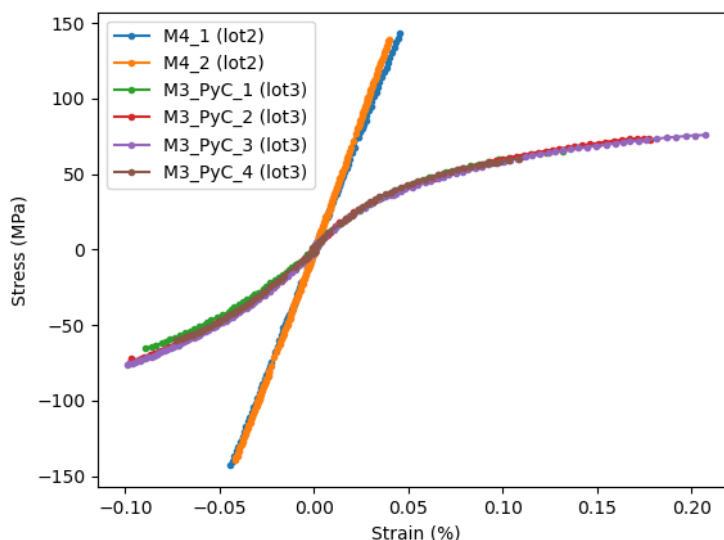


FIGURE 1.31 – Comparaison des courbes contrainte-déformation pour les faces en traction et en compression en flexion quatre points mesurées par BEAM-DIC entre échantillons des lots 2 et 3

Cependant, il ne faut pas oublier que l'ajout d'une interphase PyC n'est pas la seule différence notable entre les matériaux des lots 2 et 3. En effet, les études morphologiques avaient montré la présence d'endommagement matriciel diffus sous forme de microfissures dans les échantillons du lot 3, le module élastique des échantillons du Lot 3 (≈ 150 GPa) étant environ deux fois inférieur à celui du Lot 2 (≈ 300 GPa) (voir tableau 1.9, où pour l'échantillon M3 du Lot 2, la valeur fournie est celle obtenue par ping-test, car ces éprouvettes n'ont pas été testées en flexion quatre points pour privilégier la flexion entaillée au vu de la faible quantité disponible). Notons également que pour l'échantillon M4 du Lot 2, le module élastique mesuré par flexion est très similaire à celui mesuré par ping-test (respectivement 319 GPa et 323 GPa), ce qui valide en partie l'analyse faite par CIN. On peut difficilement savoir si les différences de comportement observées entre ces deux lots de CMC-FC proviennent principalement de la présence d'interphase ou de l'endommagement matriciel initial, ou d'une combinaison des deux. En effet, l'endommagement matriciel diffus implique moins d'énergie élastique stockée par la matrice, donc moins d'énergie à dissiper aux interfaces qui peuvent ainsi correctement jouer le rôle de fusibles mécaniques. Nous reviendrons sur cette interrogation lors des simulations numériques du Chapitre 3.

Echantillon	Module de Young (GPa)
M3 (lot 2, ping test)	263,3
M3-1 (lot 3)	141
M3-2 (lot 3)	136
M3-3 (lot 3)	130
M3-4 (lot 3)	125

TABLE 1.9 – Comparaison des modules de Young de différents échantillons de CMC-FC mesurés par essai de flexion

1.3.3 Analyse expérimentale de la ténacité des CMC-FC et leur scénario d'endommagement par essais de flexion entaillée

Pour rappel, le but principal de l'ajout de renforts dans une matrice céramique est d'améliorer la ténacité de ces matériaux grâce à différents mécanismes permettant de ralentir l'endommagement tels que la décohésion fibre/matrice ou le pontage. Un objectif de cette campagne d'essais de flexion entaillée est donc de mesurer la ténacité des différents CMC-FC étudiés afin de vérifier si les fibres courtes introduites dans la matrice permettent bien de la défragiliser en freinant la propagation de fissures et donc d'augmenter la ténacité du matériau.

1.3.3.1 Préparation des essais de flexion entaillée : conception d'une machine réalisant des entailles fines et de façon répétable

Il existe différentes manières de déterminer la ténacité d'un matériau. Nous avons déjà discuté de la mesure par indentation dans la section 1.3.1 de la ténacité d'un échantillon de matrice seule type M1, mais avons également précisé que ce type d'essais n'est pas adapté à l'étude des matériaux composites de par la présence des fibres qui ne permet pas de mesurer correctement les fissures aux sommets de l'empreinte générée par la pointe de l'indenteur. De plus, les valeurs obtenues ainsi tendent à surestimer la valeur réelle de la ténacité ([SRH05]). Une seconde méthode également très usitée dans le domaine des céramiques est la flexion entaillée, ou SENB (Single Edge Notched Beam), qui consiste à réaliser une entaille d'une longueur donnée dans un échantillon afin d'initier une fissure au niveau de cette entaille et en déduire la ténacité. Toutefois, cette technique présente une subtilité notable, à savoir que les résultats dépendent de la géométrie de l'entaille. En effet, [DGD96] et [FWT08] montrent que le rayon de fond d'entaille a un impact sur la ténacité mesurée (figure 1.32). Il est donc important que le rayon de fond d'entaille soit aussi petit que possible, ce qui permet par ailleurs de se rapprocher au mieux d'une fissure réelle et de s'assurer qu'une seule fissure parte du fond de l'entaille pour ne pas surestimer la ténacité.

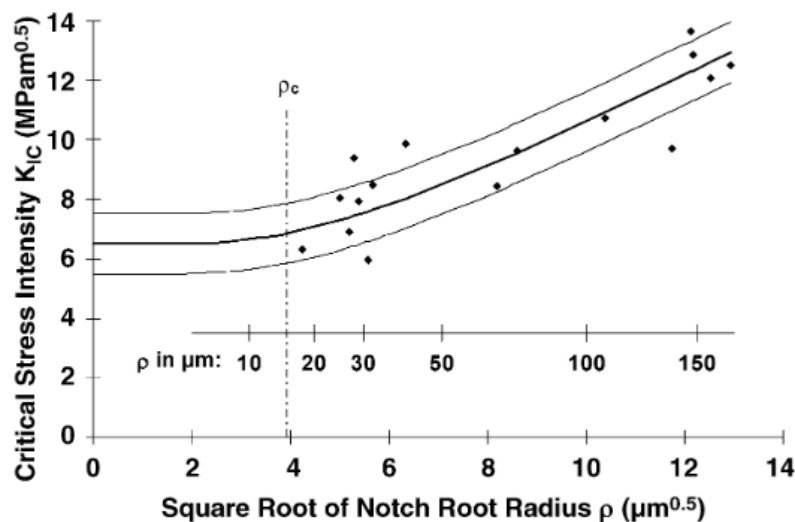


FIGURE 1.32 – Influence du rayon de fond d’entaille sur la mesure de la ténacité, [FWT08]

On peut alors réaliser une entaille en V, ou SEVNB, de différentes façons. Par exemple, [TA14] et [Ort+22] proposent d’utiliser l’ablation au laser pulsé ultra-court (UPLA) mais cette méthode semble complexe à mettre en oeuvre. Une seconde option serait de réaliser une entaille à l’aide d’une lame de rasoir et de liquide diamanté, que l’on peut effectuer au fond d’une pré-entaille faite à l’aide d’une scie à fil ou d’une tronçonneuse à disque. Les travaux de [Küb99] ont ainsi montré que cette méthode était à la fois pratique à employer et efficace, donnant des résultats cohérents malgré des différences dans la préparation des échantillons. Nous avons toutefois souhaité vouloir rendre cette méthode de préparation plus régulière et répétable à travers la construction d’un dispositif dédié.

De telles machines avaient déjà été conçues dans le cadre d’études de la ténacité de céramiques monolithiques par [FWT08] ou encore par [Rib+13] et ont permis de caractériser avec précision la ténacité de ces matériaux en assurant la préparation répétable d’entailles très fines, le rayon de fond d’entaille ρ pouvant atteindre $5\ \mu\text{m}$ selon le grain du liquide ou de la pâte diamanté(e) utilisé(e). L’entailleuse automatique conçue durant cette thèse s’inspire de ces travaux, et est présentée en figure 1.33. La lame de rasoir est fixée à un porte-lame, lui-même fixé à une platine de déplacement verticale sur laquelle peuvent être déposées des masses fournissant la force nécessaire à la réalisation de l’entaille par l’action de la gravité. Une vis micrométrique permet de mesurer avec précision la profondeur de l’entaille. L’échantillon est maintenu en place dans le porte-échantillon à l’aide de blocs de fixation et immergé dans un bain de liquide diamanté. Le mouvement de va-et-vient est guidé par une glissière formée à partir d’une platine de déplacement utilisée dans le domaine de l’optique, afin d’assurer la rigidité de la liaison glissière, et est actionné par un moteur à courant continu alimenté en $24\ \text{V}$ maximum, la tension fournie étant réglable afin de contrôler la vitesse du moteur. Les platines et les masses sont en acier, le support moteur et le système de transmission bielle-manivelle imprimés en 3D,

respectivement à base d'ABS et de CPE+, tandis que toutes les autres pièces ont été usinées dans un alliage d'aluminium AU4G.

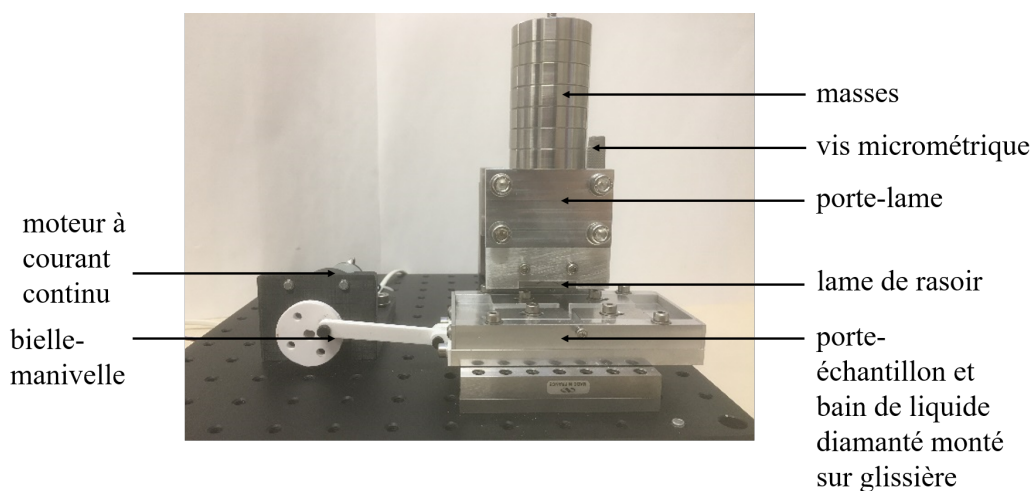


FIGURE 1.33 – Description de l'entailleuse automatique

Les éprouvettes de flexion entaillées, de dimension $40 \times 5 \times 3 \text{ mm}^3$ pour les échantillons du lot 2, et $40 \times 5 \times 2 \text{ mm}^3$ pour ceux du lot 3 car les disques de matériau dont ils sont issus sont plus petits, sont donc préparés comme suit. Après avoir poli les faces où seront placés les appuis, une pré-entaille est réalisée à l'aide d'une scie à fil de $170 \mu\text{m}$ de diamètre, d'une longueur de $0,25 \times h$, avec h la hauteur de l'éprouvette. Une seconde entaille est ensuite pratiquée avec l'entailleuse jusqu'à ce que la longueur totale de l'entaille mesure $0,3 \times h$. Bien qu'une profondeur d'entaille de $0,5 \times h$ soit plus courante pour la flexion entaillée, des réserves ont été émises quant à notre capacité à suivre la propagation de fissure dans des CMC-FC fragiles (comme ont pu le montrer les essais de flexion) avec une entaille trop grande. Quant à la longueur de l'entaille finale, ces dispositions assurent que la condition énoncée par [DSD97] soit vérifiée, à savoir que la longueur totale de l'entaille doit être au moins supérieure au rayon de la pré-entaille afin de s'affranchir de sa zone d'endommagement, ou *process-zone*. Le rayon de fond d'entaille moyen obtenu grâce à l'entailleuse automatique se situe autour de $15 \mu\text{m}$ (figure 1.34). Notons enfin que tandis que les appuis se situent sur les faces $40 \times 5 \text{ mm}$ dans le cas des essais de flexion, ceux-ci seront sur les faces 40×3 ou 40×2 pour les essais de flexion entaillée afin d'avoir une meilleure résolution spatiale pour le suivi de fissure. Une face 40×5 est alors mouchetée pour la CIN. Le barreau est ensuite placé dans le montage de flexion quatre points de la figure 1.29a, dans la configuration schématisée par la figure 1.35.



FIGURE 1.34 – Exemple d’entaille réalisée par l’entailleuse sur un échantillon de composition M3 observée au microscope numérique Keyence. Le rayon de fond d’entaille mesure ici 17.43 μm

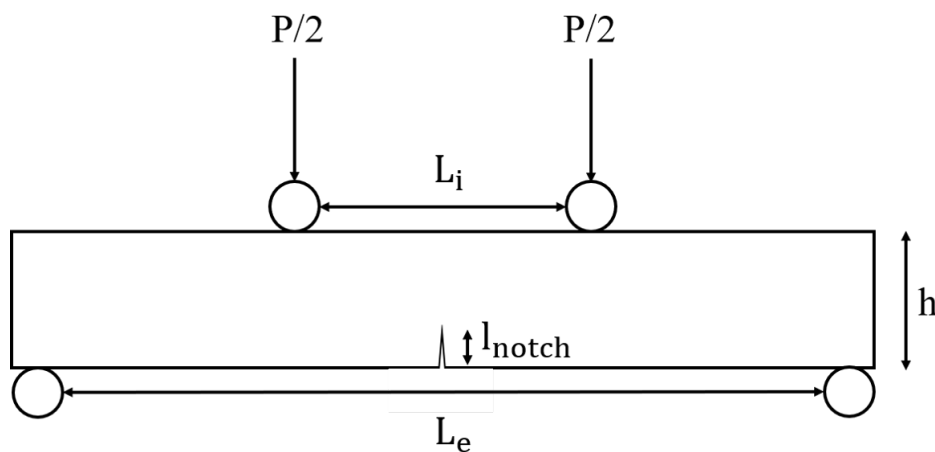


FIGURE 1.35 – Schéma d’un essai de flexion entaillée

1.3.3.2 Mise en place du calcul de la ténacité par corrélation d’images

Il existe plusieurs méthodes de calcul de la ténacité des matériaux CMC. On peut d’abord penser aux essais d’indentation Vickers, mais nous avons vu que ces derniers sont peu adaptés au matériaux composites. [HB19] propose un montage de flexion permettant d’observer in situ la propagation de la fissure principale sous un microscope optique tout au long de la sollicitation, la reliant ensuite au facteur d’intensité de contrainte en mode I, K_I , puis à la ténacité. [RRH09b] et [Lep11] décrivent quant à eux une approche basée sur la corrélation d’images pour mesurer les

champs de déplacement en pointe de fissure au cours de l'essai de flexion à l'aide d'une projection sur les séries de Williams. Nous avons fait le choix de cette méthode de caractérisation de la ténacité par CIN car son implémentation paraissait ici plus rapide et logique à mettre en oeuvre, le montage de CIN des essais de flexion étant déjà disponible et efficace.

Les séries de Williams sont des expressions analytiques du champ de déplacement autour d'une fissure droite semi-infinie dans un milieu 2D élastique linéaire isotrope et homogène ([Wil57]). Dans un repère complexe $z = re^{i\theta}$ ayant pour origine la pointe de fissure (figure 1.36), les déplacements en mode I et II sont décrits par l'équation 1.11.

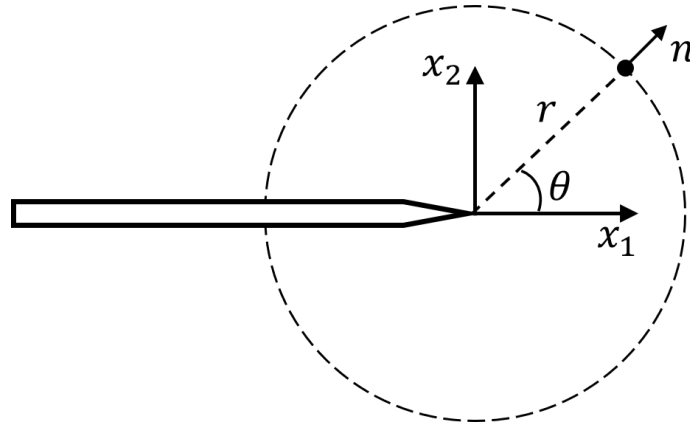


FIGURE 1.36 – Repère associé à une fissure en 2D

$$\begin{cases} \phi_n^I(z) = \phi_n^I(r, \theta) = r^{n/2} \left(\kappa e^{in\theta/2} - \frac{n}{2} e^{i(4-n)\theta/2} + \left(\frac{n}{2} + (-1)^n \right) e^{-in\theta/2} \right) \\ \phi_n^{II}(z) = \phi_n^{II}(r, \theta) = ir^{n/2} \left(\kappa e^{in\theta/2} + \frac{n}{2} e^{i(4-n)\theta/2} - \left(\frac{n}{2} - (-1)^n \right) e^{-in\theta/2} \right) \end{cases} \quad (1.11a)$$

$$v(z) = \sum_{n,j} \alpha_n^j \phi_n^j \quad (1.11b)$$

avec $v(z)$ le champ de déplacement et κ la constante de Kolossov ($\kappa = (3 - \nu)/(1 + \nu)$ en contraintes planes, $\kappa = 3 - 4\nu$ en déformations planes). Les champs d'ordre $n = 1$ sont proportionnels aux solutions analytiques de déplacements proposées par Westergaard ([Wes39], [Duo77]) au voisinage du front d'une fissure située dans un domaine infini en 2D (équation 1.12, avec μ le module de cisaillement et u_1, u_2 les composantes du champ de déplacement).

$$\begin{cases} u_1 = \frac{K^I}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cos \frac{\theta}{2} (\kappa - \cos \theta) + \frac{K^{II}}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin \frac{\theta}{2} (\kappa + \cos \theta + 2) \\ u_2 = \frac{K^I}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin \frac{\theta}{2} (\kappa - \cos \theta) - \frac{K^{II}}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cos \frac{\theta}{2} (\kappa + \cos \theta - 2) \end{cases} \quad (1.12)$$

L'amplitude α_1^j , $j = (I, II)$ des champs d'ordre $n = 1$ est alors proportionnelle aux facteurs d'intensité de contrainte en mode I et II :

$$\alpha_1^I = \frac{K_I}{2\mu\sqrt{2\pi}} \quad (1.13a)$$

$$\alpha_1^{II} = -\frac{K_{II}}{2\mu\sqrt{2\pi}} \quad (1.13b)$$

Toutefois, cette technique présente deux sources d'imprécisions, à savoir un biais lié au choix de la région d'intérêt et de la localisation de la pointe de fissure, et un autre lié au choix du maillage. Ce dernier point peut parfois induire une grande variabilité de la valeur de la ténacité ainsi obtenue si le maillage n'est pas adapté. Quant au positionnement de la pointe de fissure, [RRH09a] propose une première solution en se basant sur le terme d'ordre $n = -1$ de la décomposition en séries de Williams pour estimer partiellement l'emplacement du front de fissuration, procédé ensuite repris et approfondi par [BS22] par un algorithme utilisant les termes d'ordre $n = -1$ de la décomposition en série de Williams pour automatiquement déterminer la position et l'orientation de la fissure par une approche de minimisation d'une fonction-objectif. Nous avons cependant choisi de reprendre la méthode explicitée par [Lep11], en corrigeant l'orientation de la fissure en plus de sa position. On cherche alors à minimiser l'écart entre le champ de déplacement calculé par CIN et le champ projeté par la méthode des moindres carrés. On peut ensuite localiser la pointe de fissure une fois que cet algorithme d'optimisation a convergé.

Concrètement, une région d'intérêt est d'abord choisie autour de la pointe de fissure puis maillée (figure 1.37), sa position initiale étant dans un premier temps estimée manuellement. Le champ de déplacement y est calculé par CIN, ainsi que sa projection sur les séries de Williams (figure 1.38).

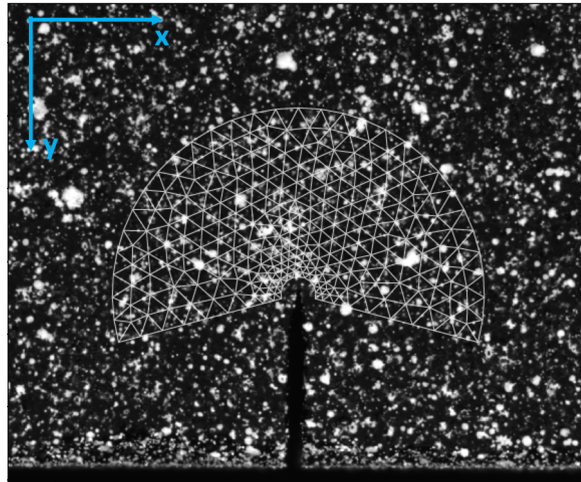


FIGURE 1.37 – Maillage appliqué à la pointe de fissure et repère image

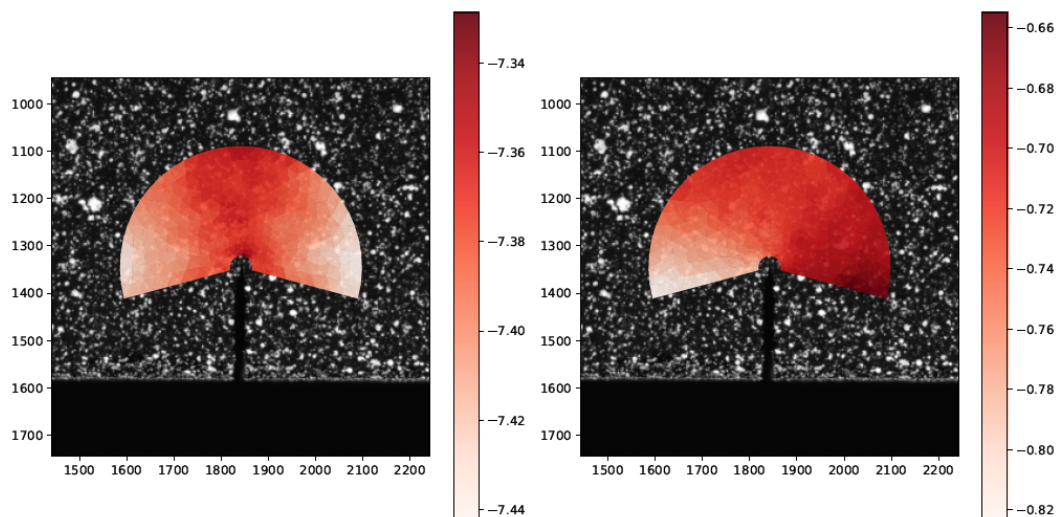


FIGURE 1.38 – Calcul du champ de déplacement. Gauche : déplacement selon y . Droite : déplacement selon x

On optimise ensuite la position et l'orientation de la pointe de fissure par la méthode présentée plus haut. Dans le cas des matériaux fragiles du Lot 2, la position optimale de la pointe de fissure reste proche de l'entaille initiale (figure 1.39). En revanche, dans le cas des matériaux endommageables du Lot 3, la CIN telle que calculée à la position initiale montre une discontinuité du champ de déplacement selon x due à la *process zone* (figure 1.40). La localisation se trouve en fait plus éloignée de l'entaille initiale, sans pour autant que l'on observe de fissure, ce qui suggère la présence d'endommagement diffus au sein du matériau (figure 1.41). On estime alors ici la ténacité dans le cas où l'effet de la *process zone* est assimilé à un décalage d'une fissure élastique équivalente (figure 1.42). Une fois que la localisation de la pointe de fissure est déterminée, la ténacité est déduite à partir de l'identification des coefficients α_n^j .

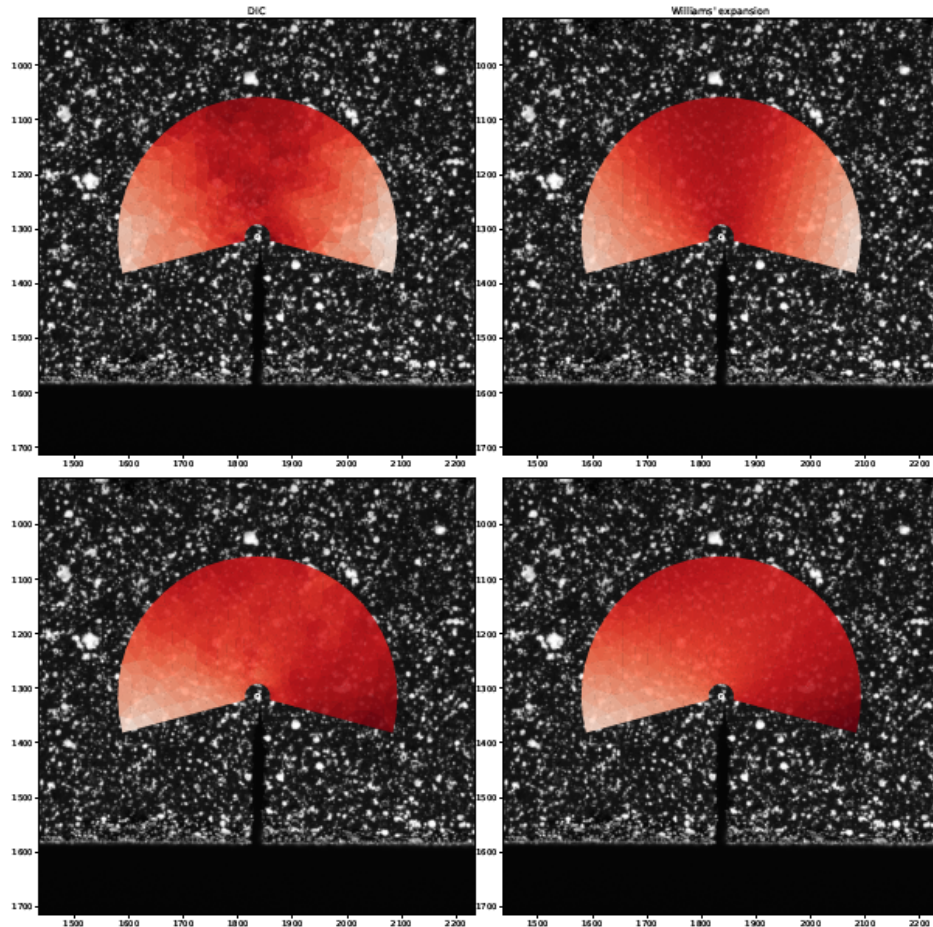


FIGURE 1.39 – Champ de déplacement et projection sur les séries de Williams pour un échantillon du Lot 2 (fragile). Haut : composante selon y. Bas : composante selon x. Gauche : champ de déplacement déterminé par CIN. Droite : projection du champ de déplacement sur les séries de Williams. Le cercle blanc indique la localisation de la pointe de fissure.

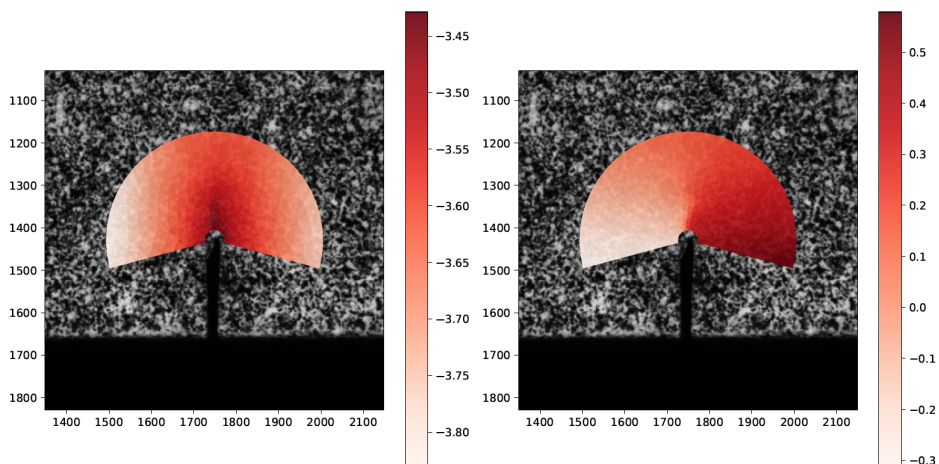


FIGURE 1.40 – Discontinuité du champ de déplacement horizontal due à la *process zone* pour un échantillon du Lot 3 (endommageable)

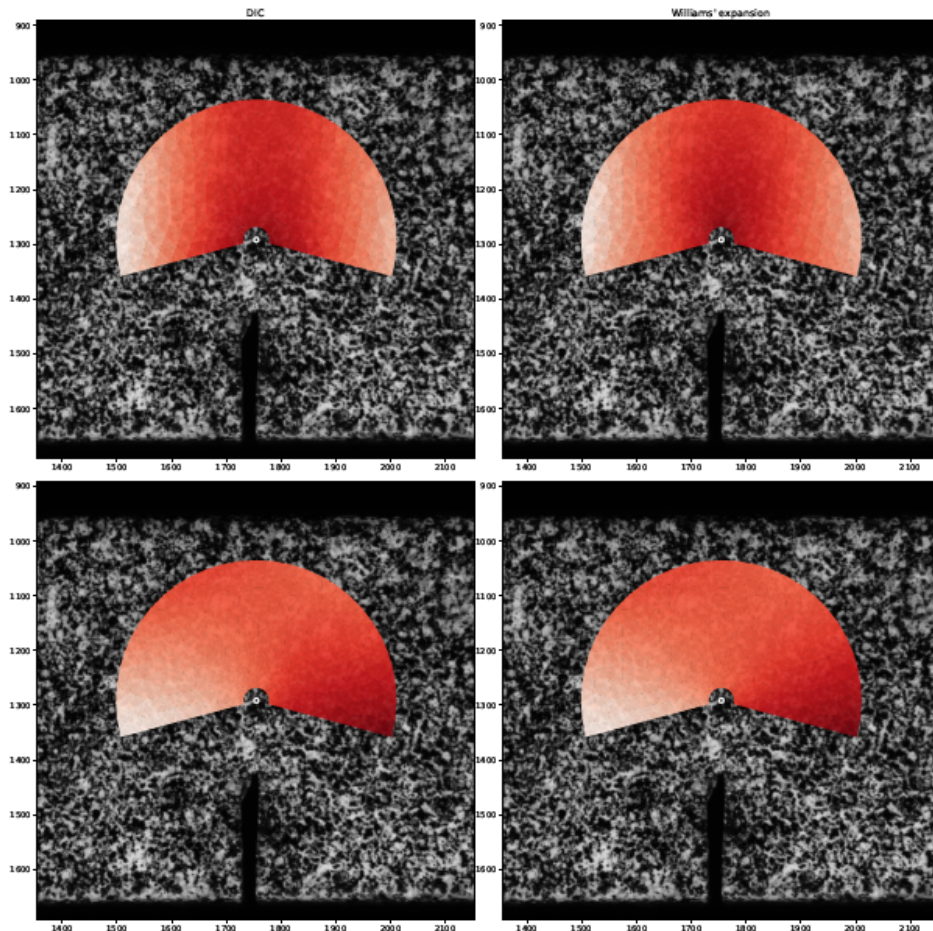


FIGURE 1.41 – Champ de déplacement et projection sur les séries de Williams pour le même échantillon que la figure 1.40, après optimisation de la position de la pointe de fissure

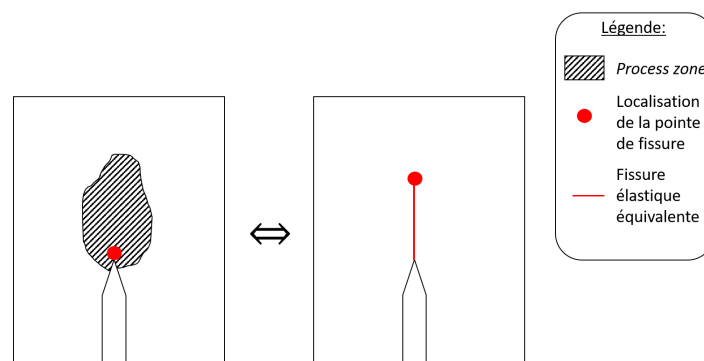
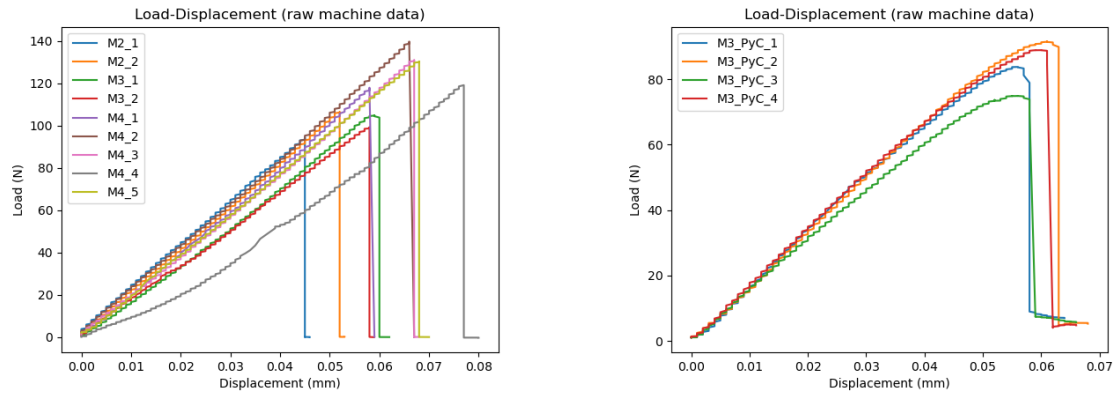


FIGURE 1.42 – Schéma représentant une fissure élastique équivalente à une *process zone* liée à l'endommagement

1.3.3.3 Réalisation de la campagne d'essais de flexion entaillée à température ambiante sur échantillons des lots 2 et 3

Les essais de flexion entaillée ont été menés sur deux échantillons de composition M2, deux échantillons de composition M3, cinq échantillons de composition M4

et quatre échantillons du Lot 3. Les échantillons de composition M1 n'ont malheureusement pas pu être testés, car leur fragilité importante rendait difficile la réalisation de l'entaille sans provoquer de rupture prématurée. L'écart entre les appuis et la vitesse de déplacement de la traverse sont identiques à ceux des essais de flexion décrits précédemment.



(A) Courbes force-déplacement brutes machine obtenues par flexion entaillée des barreaux du Lot 2

(B) Courbes force-déplacement brutes machine obtenues par flexion entaillée des barreaux du Lot 3

FIGURE 1.43 – Courbes force-déplacement brutes machine issues des essais de flexion entaillée sur les CMC-FC étudiés

Après analyse des courbes de réponse obtenues, représentées sur la figure 1.43, des remarques similaires à celles émises dans le cadre des essais de flexion quatre points sans entaille peuvent être faites. On retrouve en effet le comportement fragile des matériaux du Lot 2 et vraisemblablement endommageable des matériaux du Lot 3, sans pour autant pouvoir distinguer les effets d'une matrice pré-endommagée et de l'interphase sur cette perte de rigidité. Si on s'intéresse maintenant à la ténacité, les valeurs rassemblées dans le tableau 1.10 ci-dessous, estimées dans un premier temps par MLER (équation 1.14, [MF99]) puis calculées par CIN, semblent indiquer un très léger effet défragilisant de l'ajout de fibres sans interphase, sans pour autant que l'on parvienne à atteindre des valeurs plus caractéristiques de CMC plus performants. On rappelle que la ténacité de la matrice seule, mesurée par indentation Vickers, vaut $2,42 \pm 0,9 \text{ MPa m}^{0.5}$ et serait surestimée d'après [SRH05].

$$K_{Ic} = Y_I \sigma \sqrt{l_{notch}} \quad (1.14a)$$

$$\sigma = \frac{3P(L_e - L_i)}{2eh^2} \quad (1.14b)$$

$$Y_I = \frac{1,1215\sqrt{\pi}}{\beta^{3/2}} \left[\frac{5}{8} - \frac{5}{12}\alpha + \frac{1}{8}\alpha^2 + 5\alpha^2\beta^6 + \frac{3}{8} \exp\left(-\frac{6,1342\alpha}{\beta}\right) \right] \quad (1.14c)$$

avec e l'épaisseur du barreau, P la force appliquée, $\alpha = l_{notch}/h$, $\beta = 1 - \alpha$.

Echantillon	M2-1	M2-2	M3-1	M3-2	M4-1	M4-2	M4-3	M4-4	M4-5
K_{Ic} (MLER)	2,38	3,08	2,93	2,86	3,19	3,48	3,45	3,36	3,42
K_{Ic} (CIN)	2,40	2,84	3,87	4,09	3,87	3,75	3,50	3,58	4,40

TABLE 1.10 – Ténacité ($\text{MPa m}^{0.5}$) estimée par MLER et calculée par CIN (Lot 2)

Quant à la ténacité des matériaux du Lot 3, cette dernière a également été approchée dans un premier temps par MLER à partir de la longueur de la fissure élastique équivalente mesurée par CIN, puis calculée par CIN (tableau 1.11). L'application de la MLER est bien sûr discutable dans le cas des matériaux endommageables du Lot 3, mais permet tout de même de déterminer un ordre de grandeur de la ténacité de ces CMC-FC.

Echantillon	M3PyC-1	M3PyC-2	M3PyC-3	M3PyC-4
K_{Ic} (MLER) ($\text{MPa m}^{0.5}$)	3,87	4,09	3,94	4,25
K_{Ic} (CIN) ($\text{MPa m}^{0.5}$)	5,20	5,26	6,32	5,60

TABLE 1.11 – Ténacité ($\text{MPa m}^{0.5}$) estimée par MLER et calculée par CIN (Lot 3)

On observe en premier lieu que les deux méthodes de calcul de la ténacité donnent des résultats comparables dans le cas des CMC-FC fragiles du Lot 2, avec cependant un écart plus important dans le cas des échantillons M3. Cette différence pourrait être un signe d'un comportement quasi-fragile, mais l'absence de perte de rigidité sur les courbes de réponse, ainsi que l'étude des faciès de rupture présentée plus loin, suggèrent que ce caractère endommageable est plutôt négligeable. Quant aux échantillons du Lot 3, l'écart entre les valeurs de la ténacité mesurées avec la MLER et par CIN sont plus marquées.

On peut en effet définir d'après [Lep11] un facteur d'intensité dit « statique », K_I^σ , représentant l'intensité du champ de contrainte en pointe de fissure :

$$K_I^\sigma = \lim_{r \rightarrow 0} \sqrt{2\pi r} \sigma_{22} \quad (1.15)$$

et un facteur d'intensité dit « cinématique », K_I^u , représentant quant à lui l'intensité du champ de déplacement en pointe de fissure :

$$K_I^u = \lim_{r \rightarrow 0} \frac{\mu}{\kappa + 1} \sqrt{\frac{2\pi}{r}} u_2 \quad (1.16)$$

Ces deux définitions sont identiques dans le cas d'un matériau élastique isotrope. En revanche, pour un matériau endommagé, la valeur de K_I^u sera supérieure à celle de K_I^σ car pour une même valeur de contrainte, le déplacement correspondant en pointe de fissure sera nécessairement plus grand que pour le matériau sain. Ici, l'estimation obtenue à partir de l'équation 1.14, correspond au facteur d'intensité « statique » K_I^σ , tandis que celle déterminée par CIN correspond au facteur d'intensité « cinématique » K_I^u , ce qui explique l'écart des mesures observé dans le tableau 1.11.

Il serait possible d'estimer K_I^σ à partir des mesures par CIN en intégrant la loi de comportement endommageable du matériau, identifiée sur l'essai de flexion quatre points en figure 1.31 par exemple. On pourrait alors convertir le champ de déplacement en un champ de contrainte et ainsi déterminer K_I^σ par projection de ce champ de contrainte sur une base adaptée.

Les essais de flexion sur barreau entaillé confirment le caractère fragile des CMC-FC sans interphase. En effet, malgré des valeurs de ténacité légèrement supérieures pour les échantillons M3 et M4 par rapport aux échantillons sans fibres courtes (M1 et M2), le gain est négligeable. Les ténacités mesurées restent du même ordre de grandeur que pour une céramique monolithique. Pour les CMC-FC du Lot 3 (avec interphase), la ténacité apparente ($\approx 4-5 \text{ MPa m}^{0.5}$) est certes légèrement améliorée par rapport à celle des échantillons M3 du Lot 2 ($\approx 3 \text{ MPa m}^{0.5}$), mais reste très inférieure à la ténacité espérée pour un CMC défragilisé ($K_{Ic} > 10 \text{ MPa m}^{0.5}$, [DL96], [Oka95]). De plus, pour ces matériaux, il est difficile de statuer sur le rôle seul de l'interphase à cause de l'endommagement matriciel initial. Toutefois, une analyse complémentaire des faciès de rupture post-essais pourrait permettre de mettre la lumière sur la présence ou non de mécanismes cruciaux de défragilisation et leur nature.

1.3.4 Endommagement des CMC-FC : analyse de fractographies

Afin de compléter les observations du comportement mécanique issues de l'analyse des courbes de réponse en flexion et flexion entaillée et pour tenter de mieux comprendre expérimentalement l'influence de différents paramètres matériau sur le scénario d'endommagement des CMC-FC, un étude de fractographies est ici menée.

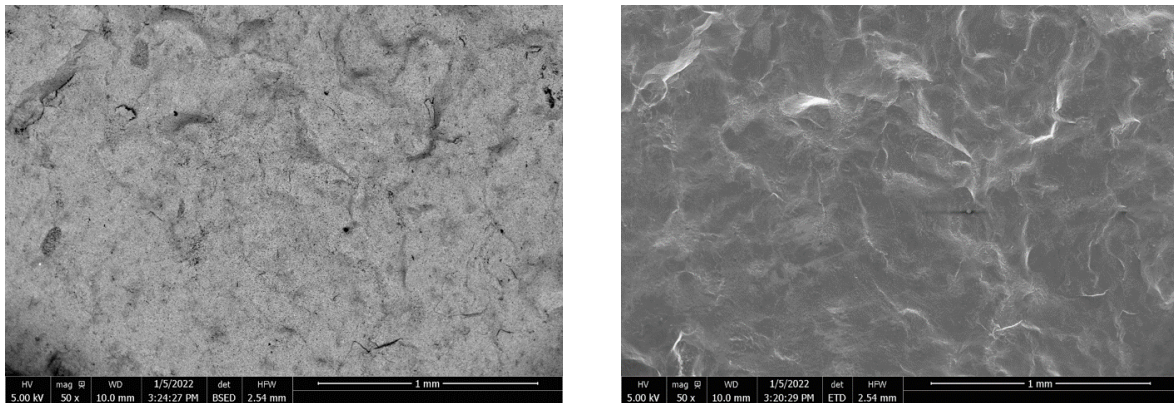


FIGURE 1.44 – Faciès de rupture d'un échantillon de composition M1 observé au MEB

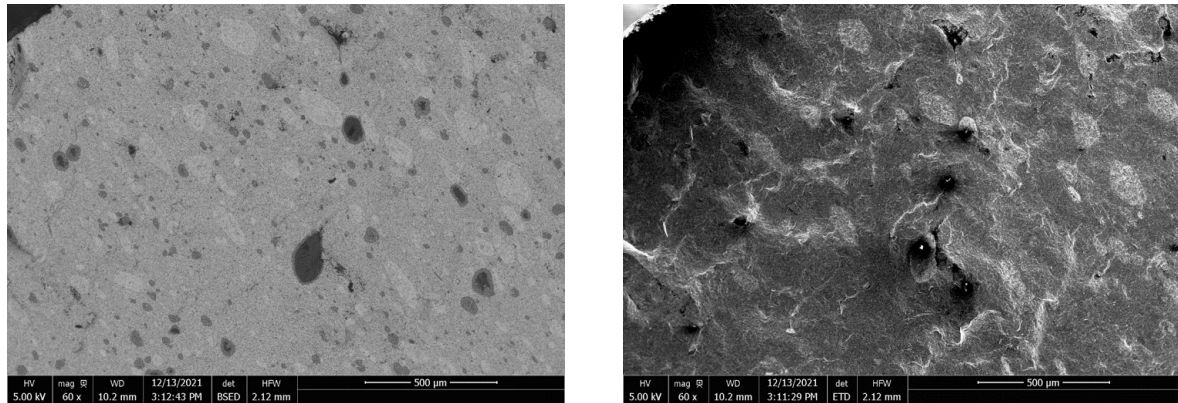


FIGURE 1.45 – Faciès de rupture d'un échantillon de composition M2 observé au MEB

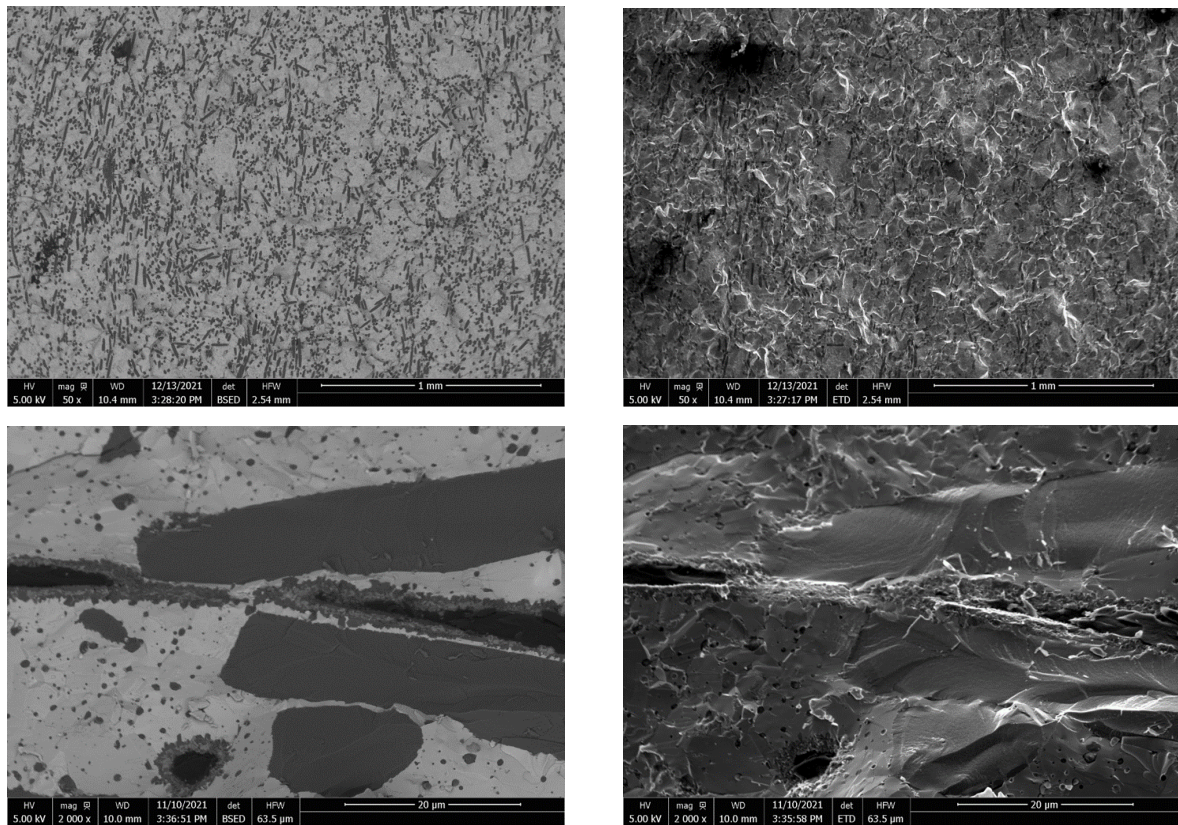


FIGURE 1.46 – Faciès de rupture d'un échantillon de composition M3 observé au MEB

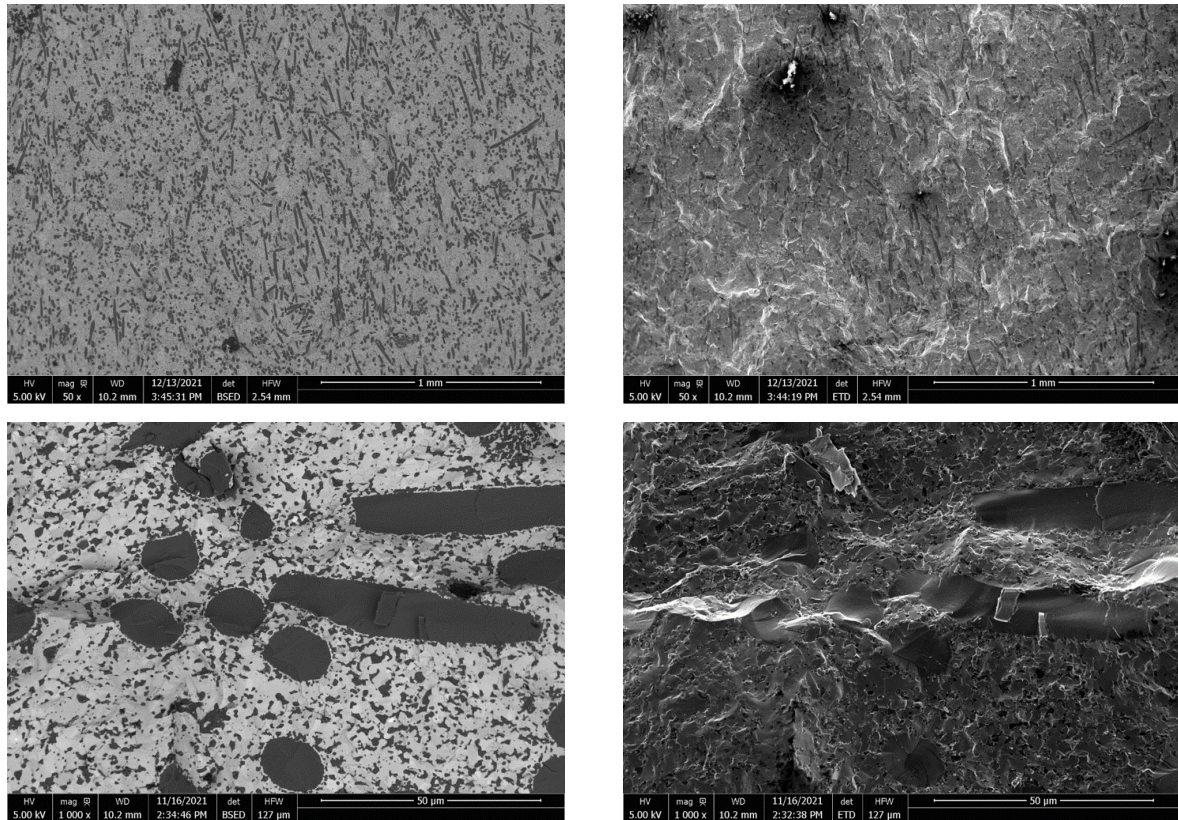


FIGURE 1.47 – Faciès de rupture d'un échantillon de composition M4 observé au MEB

En premier lieu, nous pouvons constater sur les figures représentant le faciès de rupture des échantillons de matrice seule M1 et M2 (figures 1.44 et 1.45) que, comme attendu de céramiques monolithiques, le faciès en question est typique d'un comportement hautement fragile. Aucun obstacle ne ralentit la propagation de la fissure principale. En revanche, le relief légèrement plus accidenté du faciès de rupture des échantillons de composites M3 et M4 (sans interphase) représentés en figures 1.46 et 1.47 respectivement semble suggérer une certaine influence des fibres courtes sur la propagation de la fissure. Cependant, si l'on regarde plus précisément au niveau des renforts, la fissure principale n'a clairement pas été déviée aux interfaces. Le mécanisme dissipatif principal étant absent de ces CMC-FC, cela explique leur grande fragilité et faible ténacité.

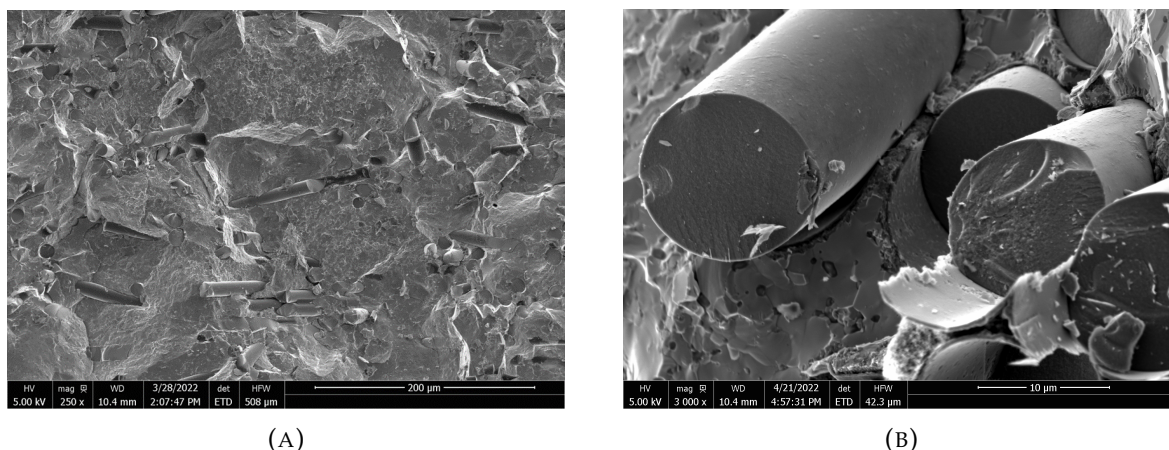


FIGURE 1.48 – Faciès de rupture d'un échantillon de composition M3 avec PyC observé au MEB

L'analyse du faciès de rupture des échantillons contenant une interphase PyC (figure 1.48) confirme l'importance capitale de l'interphase dans les mécanismes d'endommagement des CMC-FC. On remarque en effet que les fibres sur le chemin de fissuration sont bien décohérées de la matrice grâce à des propriétés interfaciales adéquates. Le principal mécanisme de dissipation d'énergie qu'est la décohésion fibre/matrice est donc bien présent ici, mais les faibles longueurs de décohésion suggèrent que l'interphase reste tout de même trop forte et ne permettrait pas de suffisamment dissiper l'énergie de fissuration matricielle dans l'état actuel.

1.4 Conclusion de l'étude expérimentale

L'étude expérimentale des CMC-FC fournit une base de données morphologiques et mécaniques pour la compréhension des mécanismes d'endommagement des CMC-FC, la construction et la validation des modèles numériques puis les simulations. La caractérisation des distributions de géométries des renforts discontinus et de taux volumique de fibres, en plus de quantifier les hétérogénéités matériau, permettra une fois intégrée aux modèles numériques de s'assurer que les jumeaux numériques ainsi générés soient statistiquement représentatifs du matériau réel. La construction d'outils de mesure de l'orientation des fibres sur des images de tomographie par calcul du tenseur de structure et par *template matching* permet d'approfondir notre connaissance de la morphologie des CMC-FC, et la prise en compte de ces informations dans les modèles numériques permettront non seulement de décrire numériquement le matériau réel avec plus de précision, mais également de caractériser l'éventuel impact de l'orientation des fibres, imposée par la méthode de fabrication SPS, sur les propriétés des composites et possiblement déterminer des pistes d'optimisation en ce sens.

Les essais mécaniques, en plus d'alimenter les futures simulations en données matériau, ont également mis en avant l'importance primordiale de la présence d'interphase, confirmée par les essais de push-out et les fractographies, afin que les fibres courtes puissent dissiper l'énergie stockée par la matrice. Toutefois, on ne peut

toujours pas conclure sur l'efficacité globale du rajout de renforts discontinus enrobés sur la défragilisation des céramiques. En effet, bien que l'on observe la présence de décohésions fibre/matrice, principal mécanisme dissipatif, les investigations expérimentales n'ont pas permis d'identifier clairement si le comportement visiblement endommageable des CMC-FC avec interphase est effectivement dû principalement à l'interphase susmentionnée, ou à l'endommagement initial de la matrice qui, par conséquent, stocke moins d'énergie à dissiper ensuite aux interfaces. Il s'agit ici d'une interrogation à laquelle seule la simulation pourra apporter des éléments de réponse, puisque nous ne disposons pas d'échantillons de CMC-FC avec PyC dont la matrice n'est pas endommagée.

Pour conclure, bien que le matériau réel servira effectivement de base pour l'analyse numérique, il est nécessaire de s'en détacher à un certain degré pour mener une étude approfondie intéressante tant d'un point de vue académique qu'industriel. Le tout en proposant à l'industriel une caractérisation précise de l'influence des différents paramètres matériau en jeu sur lesquels il pourrait agir, pour *in fine* le guider dans sa conception d'un matériau optimal selon son cahier des charges.

Chapitre 2

Construction des modèles numériques

Sommaire

2.1	Présentation des objectifs de la modélisation et ses difficultés . . .	59
2.1.1	Intérêts et objectifs de la modélisation des CMC-FC	59
2.1.2	Difficultés de la modélisation liées aux problématiques de changement d'échelle	59
2.2	Construction d'un modèle matériau virtuel à l'échelle microscopique	61
2.2.1	Choix de la méthode de génération de VER	61
2.2.2	Génération de cellules virtuelles par algorithme RSA	62
2.2.2.1	Principe de l'algorithme RSA	62
2.2.2.2	Limitations de l'algorithme RSA : augmentation artificielle du taux volumique de fibres	64
2.2.3	Modification de l'algorithme de génération de cellules virtuelles : prise en compte des distributions morphologiques	65
2.2.3.1	Prise en compte des distribution de diamètre et de longueur de fibres	65
2.2.3.2	Intégration au matériau virtuel des distributions d'orientation	67
2.3	Propriétés thermomécaniques dans le domaine élastique : méthodes d'homogénéisation	70
2.3.1	Introduction aux méthodes d'homogénéisation	70
2.3.2	Homogénéisation en champ moyen : modèle analytique basé sur la théorie d'Eshelby	71
2.3.3	Homogénéisation en champ complet : modèle matériau virtuel et homogénéisation par éléments finis	75
2.3.4	Comparaison et validation des modèles élastiques linéaires	76
2.4	Mise en place des modèles d'endommagement	78
2.4.1	Introduction à la modélisation de l'endommagement	78
2.4.2	Choix des modèles d'endommagement des différents constituants	79
2.4.2.1	Modèle d'endommagement matriciel	79
2.4.2.2	Modèle d'endommagement des fibres	81
2.4.2.3	Modèle d'endommagement interfacial	81
2.4.3	Validation de la physique des modèles	83
2.5	Conclusions sur la constitution des modèles numériques	85

Le deuxième chapitre de ce manuscrit est consacré à la mise en place des modèles numériques de CMC-FC. A la suite d'une présentation des avantages, difficultés et objectifs de la modélisation seront explicités différents aspects de la construction de modèles à l'échelle microscopique. Nous commencerons par discuter de la génération de jumeaux virtuels statistiquement représentatifs des matériaux réels à travers l'implémentation d'un algorithme Random Sequential Adsorption (RSA) agrémenté des modifications nécessaires à la prise en compte des différents descripteurs morphologiques mesurés expérimentalement. Nous expliquerons ensuite comment sera modélisé le comportement élastique d'une part, et d'autre part, quels modèles seront retenus pour décrire l'endommagement des différents constituants. Après validation de ces différents modèles numériques pour vérifier notamment que la physique des CMC-FC et si les différents mécanismes d'endommagement sont bien représentés et retranscrits numériquement, ces modèles pourront être utilisés pour la réalisation de campagnes de simulations numériques, qui feront l'objet du Chapitre 3.

2.1 Présentation des objectifs de la modélisation et ses difficultés

2.1.1 Intérêts et objectifs de la modélisation des CMC-FC

La simulation numérique basée sur des modèles robustes permet de saisir et prévoir le comportement des matériaux selon des paramètres variés tout en réduisant le besoin en grandes quantités d'échantillons de plusieurs itérations de matériaux pour des études purement expérimentales qui, sans chercher à dénigrer leur intérêt scientifique, peuvent fortement augmenter les coûts et la durée de développement. La modélisation permet en particulier d'identifier les leviers d'optimisation pour peu que la physique des matériaux ou structures soit correctement représentée, et pourrait ainsi faciliter la définition d'un matériau optimal.

Ces travaux de thèse s'inscrivent dans cette optique, l'aspect modélisation ayant ici pour objectif de comprendre et prédire le comportement thermomécanique d'un CMC à fibres courtes en fonction des différents paramètres matériau et procédé, dans le but de chercher à en optimiser la constitution pour respecter au mieux le cahier des charges défini par l'industriel. Ce modèle doit donc être capable de dépeindre correctement la morphologie matériau réel, notamment sous la forme d'un matériau virtuel statistiquement représentatif, mais aussi de décrire la physique de l'endommagement du matériau en se basant sur les données expérimentales acquises au cours des essais mécaniques de la partie 1.3.

2.1.2 Difficultés de la modélisation liées aux problématiques de changement d'échelle

Outre le souci du choix de la méthode de modélisation et des lois d'endommagement, le défi principal de la modélisation des CMC-FC repose sur la problématique de changement d'échelle (figure 2.1). Compte tenu des dimensions caractéristiques des constituants (de l'ordre de 10 μm de diamètre, 150-250 μm de long), les calculs de propriétés effectives et les simulations de comportement ne pourront être menés à l'échelle micro/méso que sur des cellules statistiquement représentatives (VESR)

de quelques dizaines de fibres. D'autre part, les dimensions des pièces en CMC-FC envisagées sont trop grandes par rapport à la taille des VESR pour pouvoir être complètement traitées à l'échelle mésoscopique, mais trop faibles pour obtenir une séparation suffisante entre échelle méso et échelle macro. Ceci limite l'utilisation directe de modèles homogénéisés moyens. Ce qui pose d'autant plus problème que les pièces sont soumises à des chargements potentiellement localisés, ou présentant des gradients prononcés par rapport aux tailles caractéristiques de la pièce.

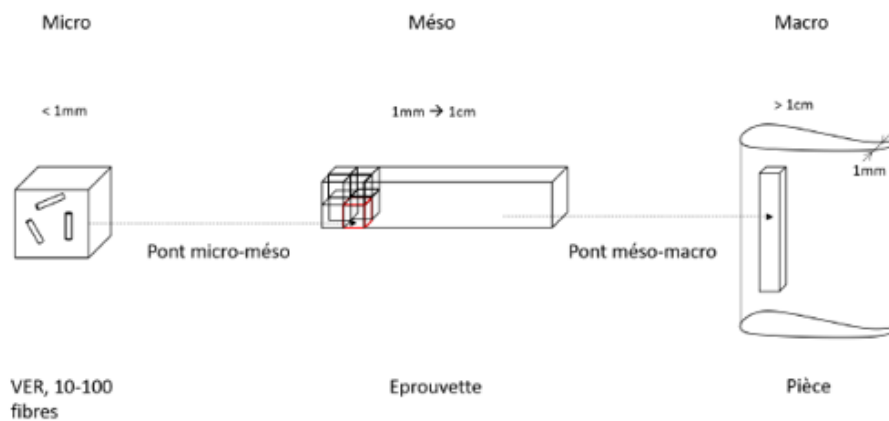


FIGURE 2.1 – Visualisation des différentes échelles à considérer dans la modélisation des CMC-FC

La mise en place de ponts méso-macro dans le cas d'échelles non-séparables est un problème ouvert, même si des solutions ont été proposées ([FK10], [LR11]). L'idée principale qui ressort de la littérature est de ne procéder au calcul des propriétés apparentes que sur un volume compatible avec la discrétisation du problème macroscopique. On obtient ainsi des propriétés apparentes qui peuvent varier en fonction de la taille considérée (des propriétés d'un des constituants élémentaires pour une taille très petite, à celle du matériau homogène pour les tailles très grandes) et de la position dans la microstructure ou dans la pièce. Cette approche peut également être vue comme une approche de filtrage des propriétés locales (microscopiques ou mésoscopiques) du matériau à une échelle compatible avec celle du modèle à l'échelle supérieure ([YB14]). Dans le cas spécifique des CMC, cette approche avait été appliquée au LCTS dans le cas de pièces de faible épaisseur ([Dup13]), et plus récemment pour établir des ponts micro-méso ([Maz18]) et méso-macro pour des pièces tissées 3D complexes ([Bén19]).

Pour que ces changements d'échelle puissent également être utilisés pour la simulation de l'endommagement à l'échelle macro, la taille d'approximation doit être à la fois suffisante pour décrire correctement les interactions entre les hétérogénéités matériaux et les gradients de chargement – ce qui est nécessaire pour appréhender l'amorçage des endommagements – mais également pour reproduire fidèlement les transferts et les reports de charges induits pour les ruptures locales. Cela permettrait de rendre compte fidèlement de l'effet de taille sur la ténacité apparente du matériau, avec une transition d'un comportement fragile à une échelle très locale à un comportement quasi-fragile à plus grande échelle ([Baz04], [LB12]). Pour des matériaux céramiques architecturés, il a en effet été montré qu'un simple modèle de type maillon faible sous-estimait drastiquement la ténacité aux échelles supérieures

([Gen+13]), et qu'il était nécessaire, et suffisant, de rendre compte, au moins de manière approchée, des mécanismes de report de charge à une échelle intermédiaire ([Gen+14]).

Il faudrait donc pouvoir définir une échelle de description qui permette à la fois de décrire au moins de manière approchée la micro- ou méso-structure du matériau et ses possibles variabilités, de résoudre correctement les gradients de chargement à l'échelle de la pièce, et de capturer les interactions entre microstructure, chargement et endommagement. Le récent développement d'un modèle macro enrichi de la description mésoscopique sous-jacente du matériau ([Bén19]) a permis de reproduire de manière très satisfaisante l'amorçage et la propagation de l'endommagement d'une pièce de jonction tissée 3D sollicitée en flexion/cisaillement, cas où les interactions architecture/chargement sont particulièrement exacerbées. Cette approche devrait donc pouvoir être adaptée au cas des CMC-FC soumis à des gradients de chargement. Toutefois, cette thèse se concentrera sur la mise en place des modèles à l'échelle microscopique car la compréhension complète des mécanismes d'endommagement des CMC-FC à cette échelle demande un certain niveau de précision et, par conséquent, nécessite un certain temps. La problématique de changement d'échelle pourra néanmoins faire l'objet d'un futur approfondissement des modèles.

2.2 Construction d'un modèle matériau virtuel à l'échelle microscopique

2.2.1 Choix de la méthode de génération de VER

Deux principales voies peuvent être envisagées pour la génération de modèles numériques représentatifs des matériaux CMC-FC, ou VER ou Volume Élémentaire Représentatif, à savoir une approche basée images ou une approche matériau virtuel.

L'approche basée images nécessite évidemment de disposer d'une image du matériau, typiquement par tomographie ou microscopie. Cette image doit ensuite être convertie en un support numérique adapté aux techniques de simulations choisies, à l'aide de logiciels comme FIJI ([Sch+12]) ou Avizo. Même si des méthodes de simulations thermomécaniques permettent de travailler directement sur des images, par exemple des méthodes dites FFT ([MS98], [Mül15]), une segmentation et une labélisation de l'image initiale est toujours nécessaire afin d'attribuer correctement les propriétés des constituants et de définir un repère matériau local dans le cas de propriétés anisotropes. Quelle que soit la méthode de segmentation retenue (morphologie mathématique ([Her+16]) ou reconnaissance de motifs ([Rig+12], [Web+12])), cela requiert des images de résolution suffisante afin de pouvoir distinguer les fibres de la matrice. Ce besoin en résolution se fait alors au détriment de la taille de la zone imagée qui peut ne pas être représentative du matériau.

Quant à la voie « matériau virtuel », cette approche est classiquement utilisée dans le cadre de l'homogénéisation par exemple et a été mise en oeuvre au LCTS initialement pour les CMC à renforts tissés ([Cou08], [Cou+12]). L'intérêt d'une telle

approche est clair : explorer l'influence de paramètres structuraux sans avoir à fabriquer effectivement le matériau et ne retenir que certains aspects du matériau réel et donc de pouvoir découpler les effets de telle ou telle particularité microstructurale. En contrepartie, ces approches nécessitent de disposer de descripteurs morphologiques et statistiques suffisamment pertinents pour approcher le matériau réel, ce que nous avons établi au Chapitre 1, et d'algorithmes de synthèse qui soient adaptés. Dans le cas particulier des CMC-FC, les modèles devront a minima respecter le taux de fibres moyen, ainsi que les orientations préférentielles du renfort ([AT87]), si la distribution des renforts n'est pas parfaitement isotrope. Concernant la génération proprement dite des modèles, des méthodes de synthèse de type random sequential adsorption (RSA) sont tout à fait appropriées ([Tor02]). Nous ferons ici le choix de la génération de matériaux virtuels par algorithme RSA, car cette méthode fait preuve d'une grande flexibilité dans le choix des paramètres morphologiques, ce qui permet ensuite d'étudier précisément les effets d'une large gamme de descripteurs morphologiques sur les propriétés des CMC-FC.

2.2.2 Génération de cellules virtuelles par algorithme RSA

2.2.2.1 Principe de l'algorithme RSA

La génération de cellules virtuelles par algorithme RSA ([ZQG16], [IPP08], [Ber+07]) dans sa première formulation, où les fibres courtes sont représentées par des cylindres identiques, peut être divisée en plusieurs étapes :

1. Définition des paramètres de la géométrie des cylindres (fibres).
2. Définition au hasard d'un segment par ses extrémités (deux points ou un point et un vecteur), candidat potentiel pour une fibre courte.
3. Recherche des éventuelles intersections entre le segment placé et les segments déjà existants : si un point du segment est situé à une distance inférieure au diamètre d'une fibre (une tolérance peut être rajoutée pour tenir compte des limitations du maillage) d'un point d'un des segments existants, il est rejeté et on réitère l'opération à l'étape précédente.
4. Si le segment est retenu, on calcule le volume associé au cylindre dont il est l'axe principal et on ajoute ce volume au volume total de renforts déjà placés.
5. A la fin de chaque itération, le volume de renforts déjà placés est comparé au volume défini à la première étape. L'algorithme continue jusqu'à ce que le taux de renforts souhaité soit atteint, ou que le nombre de tentatives excède un paramètre défini au préalable.
6. Création de la géométrie et du maillage, ici avec GMSH ([GR09]).

Cette implémentation « basique » permet déjà de tenir compte de la géométrie des fibres, du taux volumique de fibres et d'une orientation préférentielle, que l'on peut décider isotrope, isotrope transverse ou unidirectionnelle sans avoir encore de moyen de la contrôler précisément pour représenter un tenseur d'orientation prédéfini. On rajoutera toutefois à cette version initiale de l'algorithme RSA une étape supplémentaire entre les étapes 2 et 3 permettant d'assurer la périodicité du VER afin d'éviter les effets de bords et de s'assurer que le taux volumique de renforts du

VER corresponde à la valeur de consigne. Une fois un emplacement pour une fibre candidate désigné aléatoirement, 26 autres fibres dites « miroirs » sont alors placées selon les 3 dimensions de l'espace tridimensionnel, ce qui impose au passage une condition sur la valeur du côté du VER qui doit être supérieure à la longueur d'une fibre pour éviter l'interpénétration des miroirs. Il s'agira ensuite, pour chaque cylindre et sa liste de miroirs, de vérifier qu'il n'y a aucune intersection avec l'ensemble des miroirs des renforts déjà placés. S'il n'y a pas intersection, le point et le vecteur directeur de chaque miroir inscrit ou intersectant le cube élémentaire sont stockés dans des listes, et on réitère en reprenant l'algorithme décrit plus haut. Cette version de l'algorithme RSA servira de base pour la suite des développements, présentée en section 2.2.3. La figure 2.2 schématise ainsi le fonctionnement de la génération de cellules virtuelles périodiques par RSA modifié, dont on peut en voir un exemple sur la figure 2.3.

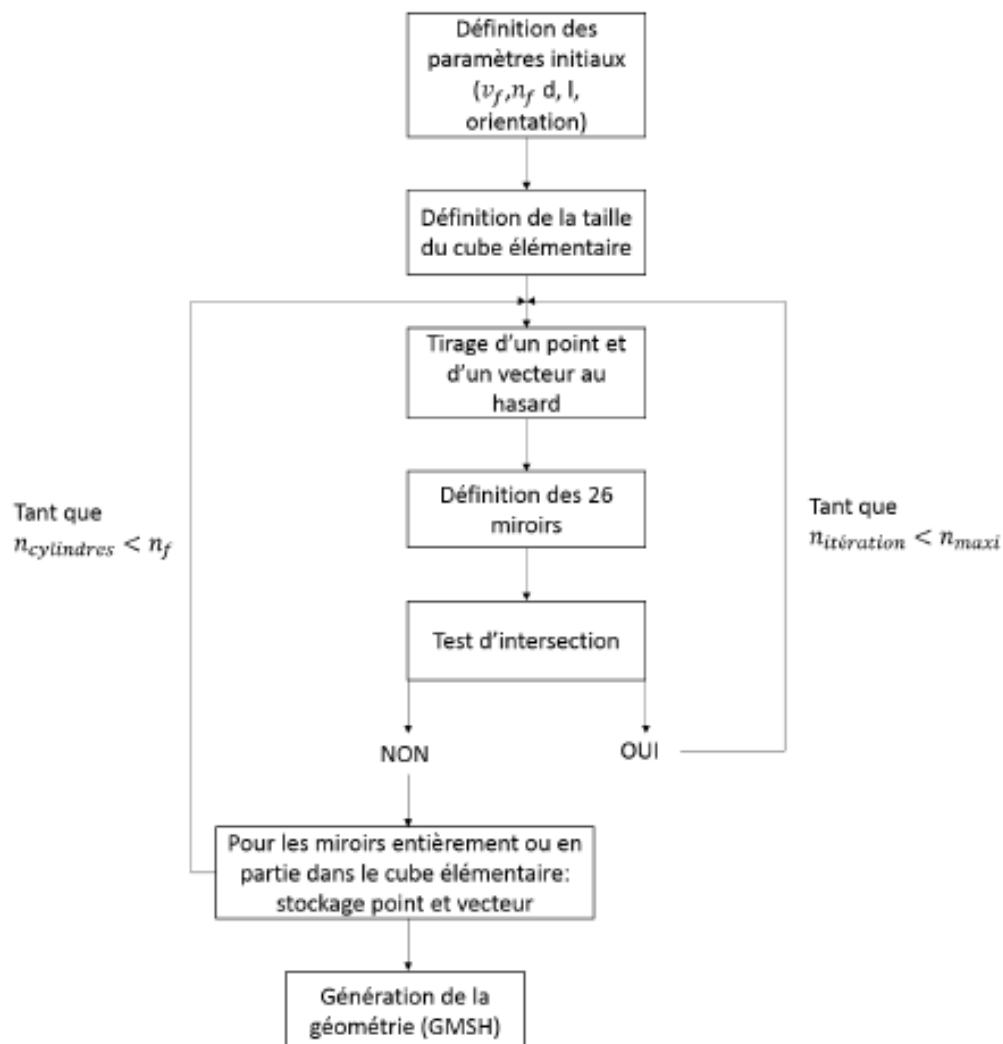


FIGURE 3.4 – Algorithme RSA modifié pour la périodicité

FIGURE 2.2 – Schéma de l'algorithme RSA dans sa version de base, avec prise en compte de la périodicité

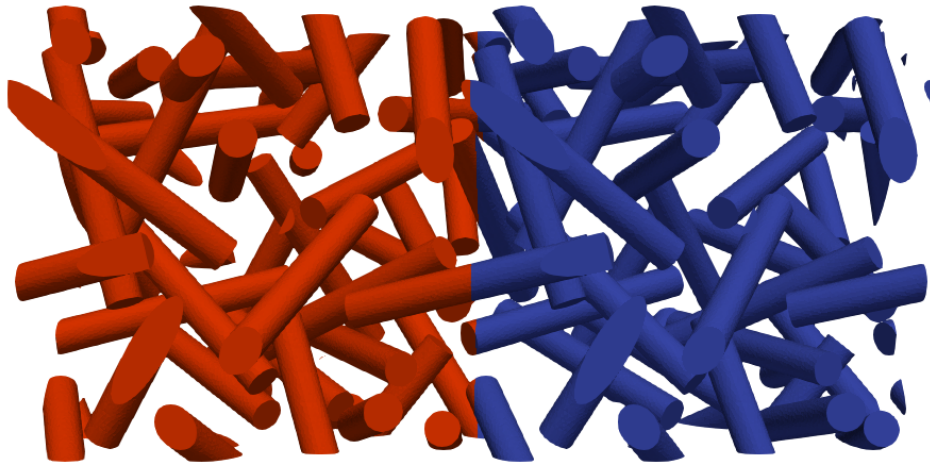


FIGURE 2.3 – Exemple de cellule virtuelle générée par algorithme RSA modifié et vérification de la périodicité

2.2.2.2 Limitations de l’algorithme RSA : augmentation artificielle du taux volumique de fibres

La génération de VER par algorithme RSA présente toutefois une limitation géométrique notable, en ce que le taux de remplissage maximal Φ_{max} (ici, le taux volumique de fibres v_f) pour une répartition aléatoire de fibres cylindriques diminue à mesure que le facteur de forme f des fibres augmente ([EG86]) :

$$\Phi_{max} = \frac{4}{f} \quad (2.1)$$

ou, pour de faibles valeurs du facteur de forme f ($f < 10$) :

$$\Phi_{max} = \frac{4}{f} \left(\frac{1}{1 + \frac{1}{f}} \right) \quad (2.2)$$

Ainsi pour un facteur de forme moyen de $f \approx 15$ tel que mesuré expérimentalement sur les échantillons de CMC-FC, le taux de remplissage maximal serait $\Phi_{max} \approx 20\%$, ce qui limite considérablement l’intervalle d’étude pour cette propriété morphologique lors des futures campagnes de simulations paramétriques. Il est cependant important de noter qu’il s’agit ici d’une manifestation numérique d’un phénomène physique, cette limitation n’est donc pas inhérente à l’algorithme RSA en lui-même.

Plusieurs solutions ont été envisagées pour augmenter le taux de remplissage maximal de cellules virtuelles générées par RSA. La première, proposée par [SCK15], repose sur le principe de la dynamique moléculaire. L’ensemble des fibres est d’abord placé sans tenir compte des intersections puis, pour chaque couple de fibres qui s’intersecte on associe une force et un point d’application de cette force selon le type d’intersection. On prendra également soin d’intégrer un amortissement au système afin de garantir un état stable de relaxation de ce dernier, soit sous la forme d’une

viscosité, soit à partir de considérations thermomécaniques issues du domaine de la dynamique moléculaire. Il s'agira alors de résoudre numériquement un système d'équations différentielles afin de déterminer la position des fibres à l'état relaxé. Toutefois, cette méthode n'a pas été retenue ici car les nombreuses exceptions géométriques en rendaient l'implémentation relativement complexe.

La seconde solution se base quant à elle sur un principe de compression-relaxation, et a déjà été implémentée au LCTS par [Cou+13] dans le cadre de CMC tissés. Un VER est d'abord généré par RSA, puis compressé pour atteindre le taux volumique de fibres souhaité, mais implique forcément l'interpénétration des fibres entre elles qu'il faut détecter et résoudre. Nous choisissons cependant d'utiliser le même algorithme de détection des collisions que pour l'algorithme RSA : les fibres, certes cylindriques dans le VER, sont représentées par des sphérocyndres lors de la recherche des intersections. Bien que cela pourrait affecter le taux de remplissage maximal, cela limite le nombre d'exceptions géométriques à prendre en compte dans l'intersection de deux cylindres et facilite alors grandement l'implémentation de cette technique. On applique donc une force de contact normale en fonction de la distance d'interpénétration entre deux fibres, ainsi qu'une viscosité pour la même raison que dans la méthode précédemment décrite. Enfin, on résout numériquement les nouvelles positions des fibres à partir de la deuxième loi de Newton. Néanmoins, des réserves ont été exprimées quant à la capacité de cette approche de maintenir la périodicité des VER générés et, après quelques essais, le taux de remplissage n'a été augmenté que de quelques pourcents sans que nous sachions l'origine du problème. En outre, par manque de temps et parce que les matériaux réels n'étaient pas prévus de dépasser 20% volumiques de fibres à cette date, l'augmentation artificielle des taux de remplissage maximum a été mise de côté malgré la réduction de l'intervalle d'étude, et pourra constituer une future piste d'amélioration.

Nous disposons ainsi d'une base algorithmique de génération de cellules virtuelles représentatives du matériau réel. La géométrie des renforts est prise en compte, leur orientation préférentielle (de façon approchée) ainsi que le taux volumique de fibres dans les limites géométriques inhérentes à cette méthode. Toutefois, afin de tenir compte des effets des hétérogénéités locales du matériau, des données statistiques sur sa morphologie doivent pouvoir être intégrées à la génération de ce jumeau numérique. Cet algorithme doit donc être modifié afin de construire des volumes élémentaires statistiquement représentatifs du matériau réel (VESR).

2.2.3 Modification de l'algorithme de génération de cellules virtuelles : prise en compte des distributions morphologiques

2.2.3.1 Prise en compte des distribution de diamètre et de longueur de fibres

Nous avons vu que les VER générés jusqu'à présent sont constitués de fibres (cylindres) de même rayon et de même longueur, dont l'orientation ne peut pas être donnée de façon précise mais suit une orientation préférentielle globale. Afin que ces VER soient statistiquement représentatifs du matériau réel, il est nécessaire d'y intégrer les données de distributions de longueur, diamètre et orientation déterminées en section 1.2.

La prise en compte des distributions de géométrie de fibres dans la génération de VER par RSA est aisée. Connaissant la moyenne $\bar{\mu}$ et l'écart-type σ_d de cette distribution, il suffit ensuite de réaliser n_f tirages aléatoires de longueurs ou de diamètres suivant une loi normale de paramètres $(\bar{\mu}, \sigma_d)$ où n_f est le nombre de fibres que l'on souhaite placer dans le VER. On obtient alors deux listes de n_f diamètres et longueurs respectivement. Le diamètre et la longueur de la $i^{\text{ème}}$ fibre placée dans le VER seront alors le $i^{\text{ème}}$ élément de ces listes. Le schéma représenté en figure 2.4 résume par conséquent le fonctionnement de ce nouvel algorithme de génération de VER.

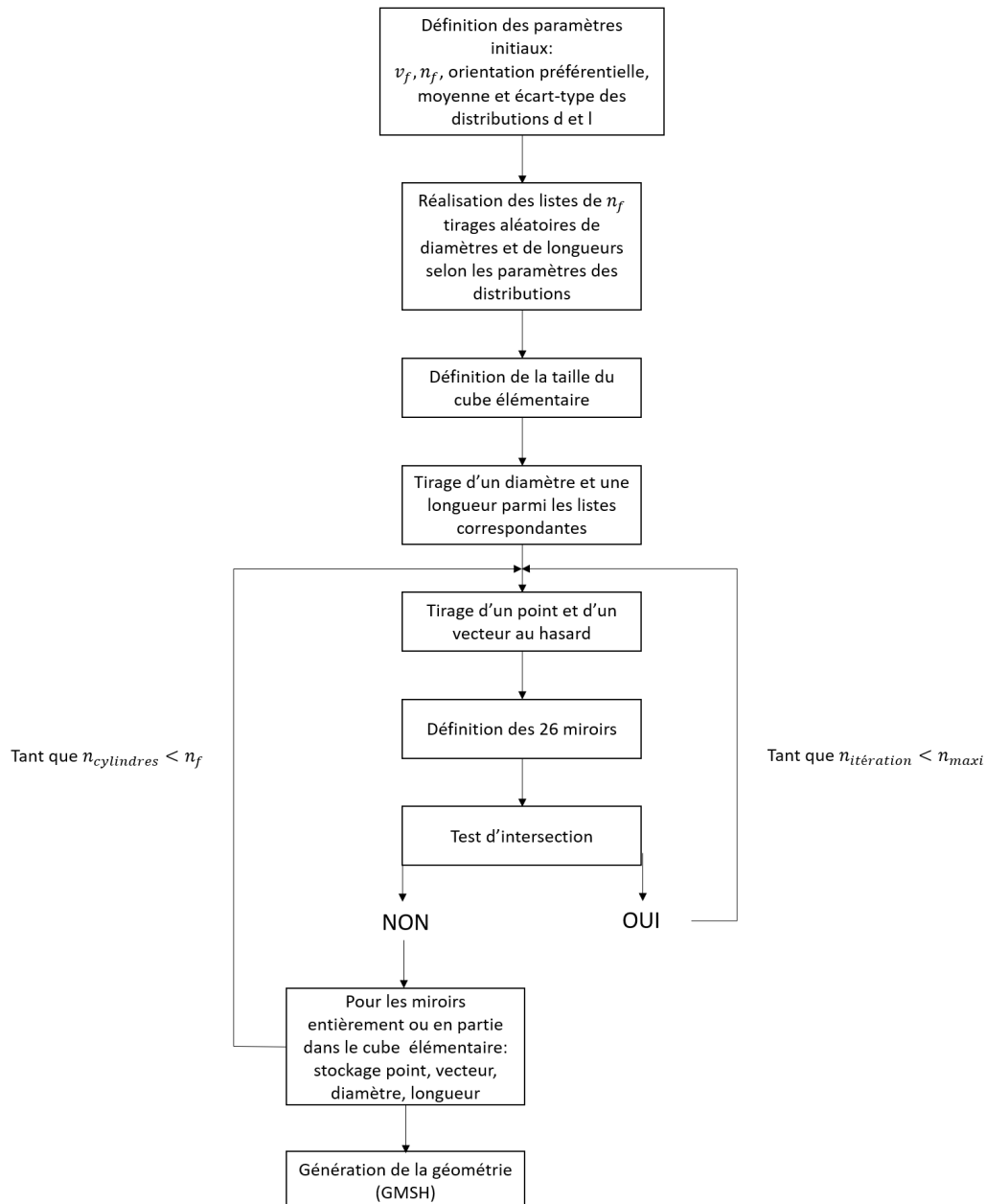


FIGURE 2.4 – Schéma de l'algorithme RSA amélioré, avec prise en compte des distributions de longueur et diamètre de fibre

2.2.3.2 Intégration au matériau virtuel des distributions d'orientation

En revanche, l'intégration des données d'orientation s'avère être moins évidente. On pourrait tenter d'approcher la fonction de distribution d'orientation à partir du tenseur d'orientation d'ordre 4 selon une décomposition dans une base orthogonale de fonctions de \mathbf{p} (défini en section 1.2.3.1) donnée par [AT87] :

$$\psi(\mathbf{p}) = \frac{1}{4\pi} + \frac{15}{8\pi} b_{ij} f_{ij}(\mathbf{p}) + \frac{315}{32\pi} b_{ijkl} f_{ijkl}(\mathbf{p}) + \dots \quad (2.3)$$

où b_{ij} et b_{ijkl} sont les parties déviatoriques des tenseurs d'orientation d'ordre 2 et 4 respectivement :

$$b_{ij} = a_{ij} - \frac{1}{3} \delta_{ij} \quad (2.4a)$$

$$b_{ijkl} = a_{ijkl} - \frac{1}{3} (\delta_{ij} a_{kl} + \delta_{ik} a_{jl} + \delta_{il} a_{jk} + \delta_{jk} a_{il} + \delta_{jl} a_{ik} + \delta_{kl} a_{ij}) \\ + \frac{1}{35} (\delta_{ij} \delta_{kl} + \delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk}) \quad (2.4b)$$

où δ_{ij} est le symbole de Kronecker, et $f_{ij}(\mathbf{p})$, $f_{ijkl}(\mathbf{p})$ des bases de tenseurs, fonction de \mathbf{p} :

$$b_{ij} = p_i p_j - \frac{1}{3} \delta_{ij} \quad (2.5a)$$

$$b_{ijkl} = p_i p_j p_k p_l - \frac{1}{3} (\delta_{ij} p_k p_l + \delta_{ik} p_j p_l + \delta_{il} p_j p_k + \delta_{jk} p_i p_l + \delta_{jl} p_i p_k + \delta_{kl} p_i p_j) \\ + \frac{1}{35} (\delta_{ij} \delta_{kl} + \delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk}) \quad (2.5b)$$

Seulement, une fois la fonction de distribution d'orientation ainsi approchée, le tirage aléatoire de couples d'angles (θ, ϕ) suivant cette distribution peut être complexe à implémenter. Nous avons donc sélectionné une autre approche, qui ne nécessite pas la connaissance de la fonction de distribution d'orientation, et qui consiste en la résolution d'un problème d'optimisation pour échantillonner cette fonction. Tout d'abord, n_f couples d'angles (θ, ϕ) sont tirés au hasard, puis un tenseur d'ordre 4, que nous noterons A_{random} , est déduit avec les équations 1.2 et 1.3. Nous cherchons alors à minimiser la fonction objectif définie par :

$$f_{obj} = \|A_{random} - A_{target}\| = \sqrt{\sum_{i,j=1}^6 (A_{random_{ij}} - A_{target_{ij}})^2} \quad (2.6)$$

Les n_f couples (θ, ϕ) initiaux sont alors modifiés, et la liste des n_f vecteurs directeurs correspondants est déterminée. On applique ensuite la même méthode que pour la prise en compte des distributions de diamètre et de longueur de fibres, c'est-à-dire que pour chaque tirage d'une nouvelle fibre, on lui associe un vecteur de

cette liste. La version complète de l'algorithme de génération de VESR est résumée ci-dessous, avec un exemple de cellule virtuelle donné en figure 2.6.

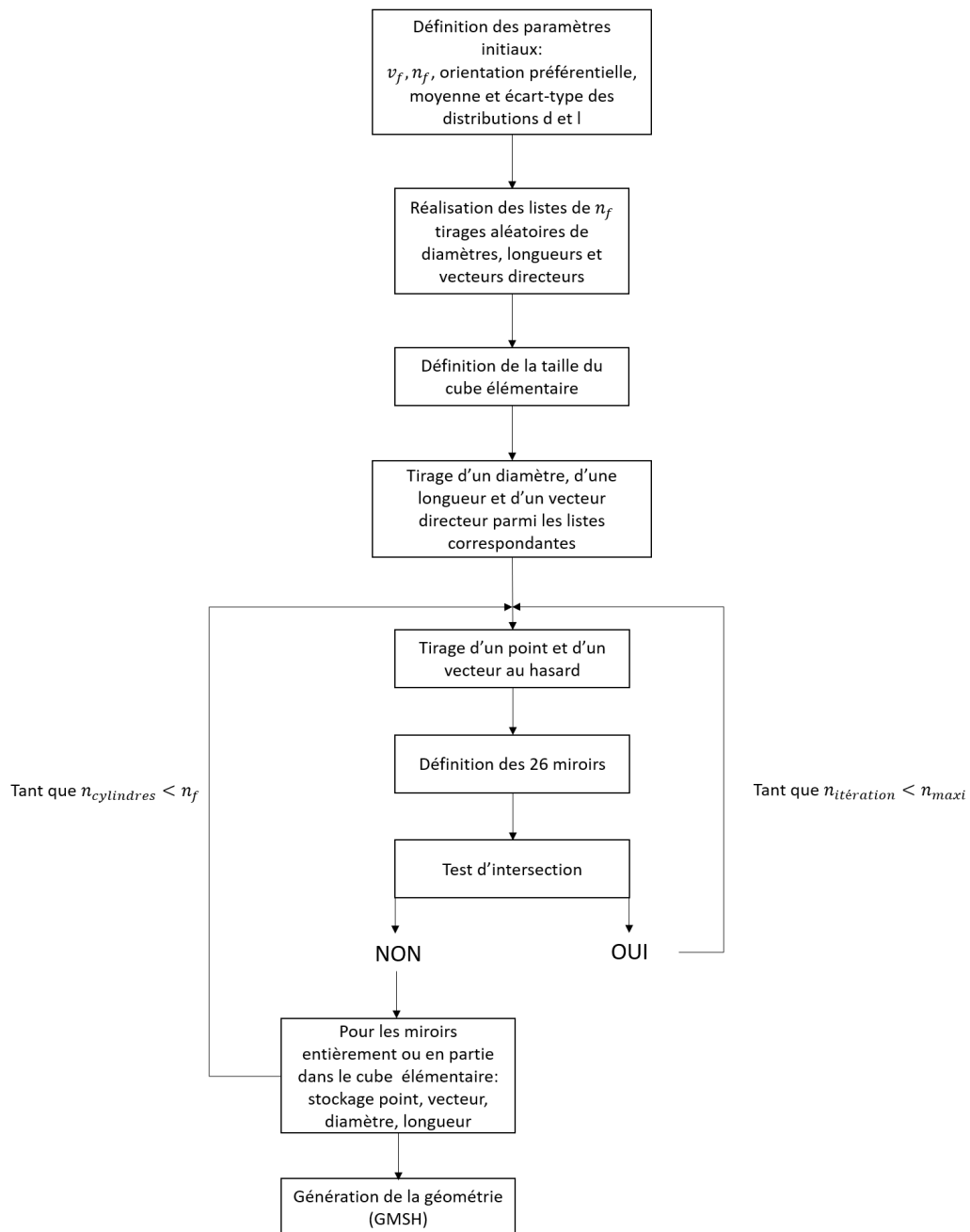


FIGURE 2.5 – Algorithme complet de génération de VESR

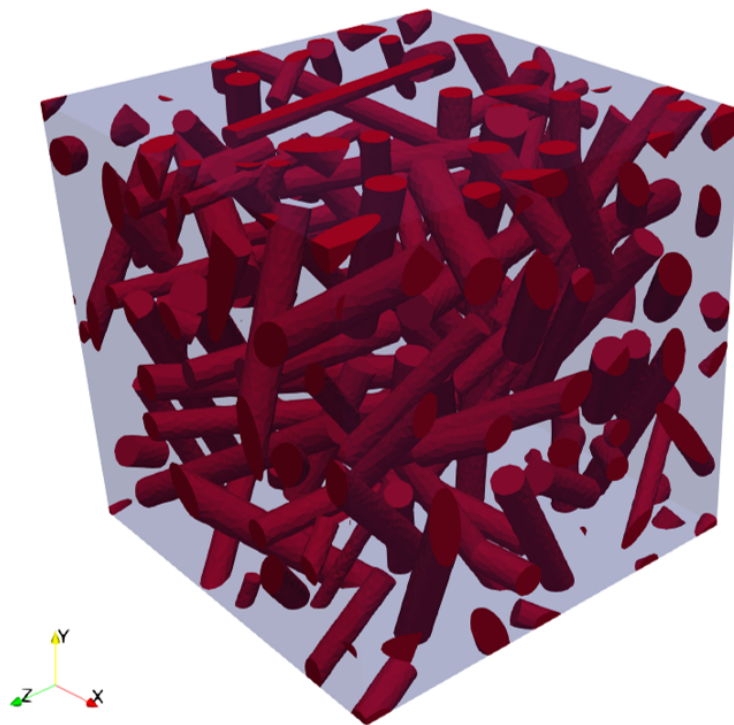


FIGURE 2.6 – Cellule virtuelle statistiquement représentative du matériau réel

Les développements présentés dans cette section permettent de générer des cellules élémentaires de matériaux virtuels statistiquement représentatifs de CMC-FC réels grâce aux données récoltées lors de l'analyse statistique de la morphologie de ces matériaux. Sont ainsi pris en compte la géométrie des fibres, le taux volumique de fibres ainsi que leur orientation précise. Nous pourrions donc faire varier ces différents facteurs lors de simulations paramétriques, mais en veillant aux limitations géométriques dont souffre l'algorithme RSA, et en prenant soin de respecter la condition imposée par la périodicité. A cet effet, des biais doivent notamment être introduits dans la distribution de longueurs qui doit être tronquée pour exclure les fibres qui seraient plus longues que la taille de la cellule. Ce biais peut toutefois être négligé et les VER générés restent statistiquement représentatifs si l'on prend garde à ce que cette troncature n'affecte qu'une très faible population de fibres.

Cette description fine du matériau à l'échelle microscopique permet de comprendre précisément les mécanismes en jeu dans le comportement des CMC-FC à cette échelle au travers des interactions entre fibres, notamment les phénomènes de report de charge, mais aussi de suivre précisément la formation et la propagation de l'endommagement en fonction de paramètres morphologiques dans un premier temps, puis des propriétés des constituants une fois les lois d'endommagement établies (cf section 2.4).

2.3 Propriétés thermomécaniques dans le domaine élastique : méthodes d'homogénéisation

Cette section présente la mise en place de modèles élastiques linéaires permettant de déterminer l'influence des différents paramètres matériau sur les propriétés élastiques des CMC-FC par méthode d'homogénéisation. Deux approches complémentaires sont ici envisagées, une approche en champ moyen et l'autre en champ complet, puis comparées et validées avant d'être employées dans le cadre de campagnes de simulations dans le domaine élastique, présentées dans le Chapitre 3.

2.3.1 Introduction aux méthodes d'homogénéisation

L'enjeu est de savoir déterminer l'échelle pertinente la plus fine où se jouent les propriétés mécaniques considérées, y décrire les microstructures et mécanismes actifs pour parvenir finalement au niveau macroscopique ([BBG01]). En élasticité linéaire, les méthodes d'homogénéisation sont des outils qui se prêtent particulièrement bien à cet exercice dans le cadre des matériaux composites, tant CMO que CMM ou CMC, car elles permettent d'estimer un comportement macroscopique homogène à partir de l'analyse de l'hétérogénéité du matériau composite. Le principe de l'homogénéisation est de déterminer les champs macroscopiques en calculant la moyenne sur le volume des champs microscopiques. Il existe deux familles de méthodes d'homogénéisation : l'homogénéisation en champ moyen, et l'homogénéisation en champ complet.

Dans le cadre des théories en champ moyen, on a une connaissance partielle de la microstructure que l'on prend en compte de manière approchée. A cet effet, on peut utiliser des modèles analytiques, comme les méthodes d'Eshelby ([Esh57]), de Mori-Tanaka ([MT73]) ou encore de Halpin-Tsai ([HK76]), et les méthodes basées sur la détermination de bornes. La détermination des bornes consiste à déterminer l'intervalle où se situent les propriétés effectives du matériau. On retrouve ainsi les bornes dites du premier ordre, ou bornes de Voigt et Reuss ([BBG01]), et des bornes du second ordre, ou bornes de Hashin-Shtrikman ([HS62], [HS63]), plus strictes que les précédentes. L'avantage des bornes du second ordre est que l'on peut étendre leur application à des matériaux anisotropes, ou présentant des comportements non linéaires ([TW92]). Cependant, au vu des hypothèses qui seront énoncées par la suite, nous nous limiterons aux bornes de Voigt et Reuss pour cette étude dans le domaine élastique linéaire.

Les méthodes d'homogénéisation en champ complet ([Mül15]) sont utilisées dans les cas où la microstructure est plus complexe, lorsqu'on a une connaissance complète de la microstructure que l'on peut représenter explicitement. Le champ local dans le volume élémentaire représentatif étudié est déterminé par un calcul éléments finis ou FFT, et le choix des conditions aux limites est très important. Ici, l'implémentation de cette approche repose sur le modèle matériau virtuel décrit à la section précédente.

Tout au long de cette section, nous considérerons le domaine élastique linéaire, et ferons l'hypothèse que tous les constituants sont isotropes.

2.3.2 Homogénéisation en champ moyen : modèle analytique basé sur la théorie d'Eshelby

Pour cette première méthode d'homogénéisation, le but est de résoudre des problèmes d'inclusions ellipsoïdales homogènes noyées dans un milieu infini. Nous traiterons ici dans un premier cas les problèmes d'inclusion d'Eshelby, qui découleront ensuite sur une description des problèmes d'inhomogénéités d'Eshelby. Des approximations seront ensuite effectuées afin de tenir compte de façon approchée des interactions entre fibres d'une part, et des effets de l'orientation d'autre part.

Eshelby considère le problème mécanique suivant (figure 2.7) : soit un milieu infini homogène élastique linéaire M , caractérisé par un tenseur de rigidité \mathbf{C} , sans symétrie matérielle particulière, occupant le volume V . On supposera la contrainte nulle en tout point de M . Supposons maintenant un domaine I inclus dans M , et dont le volume V_I est petit devant V . Ce matériau I subit une transformation physique (changement de phase, dilatation thermique, etc ...) qui, s'il n'était pas inclus dans M , conduirait à un changement de forme ou de taille. Le domaine $M \setminus I$ n'est pas soumis à cette transformation et l'interface ∂I entre I et $M \setminus I$, de normale \mathbf{n} , est supposée parfaite ([BBG01]).

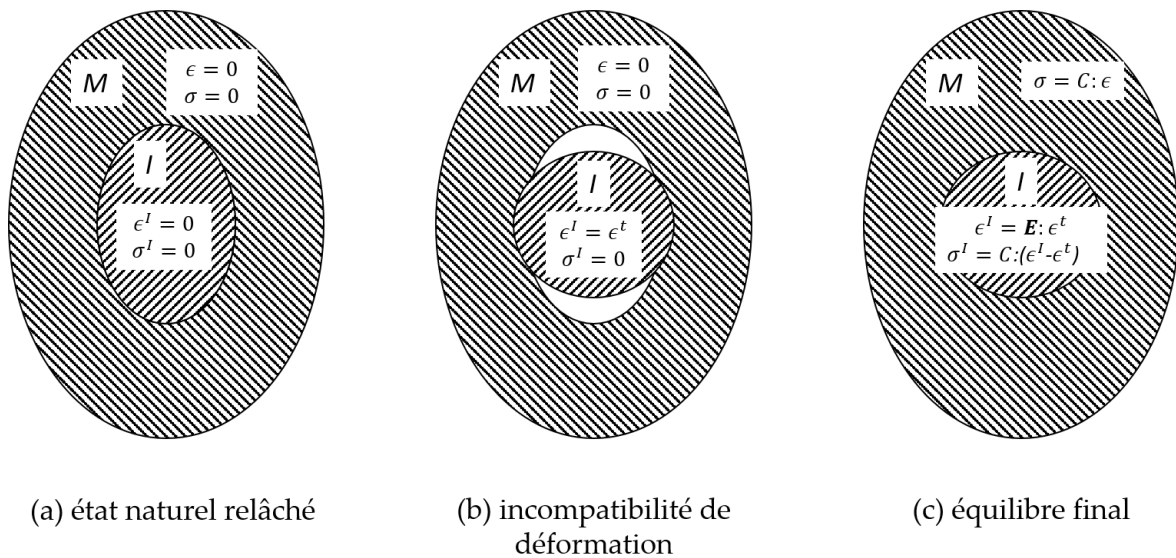


FIGURE 2.7 – Le problème d'Eshelby

Le domaine situé autour de l'inclusion I l'empêche de se déformer librement, il y a donc incompatibilité de déformation. Le compromis qui s'impose correspond alors à un état d'équilibre dans lequel l'inclusion s'est déformée (différent de l'état de déformation libre), mais le milieu $M \setminus I$ se déforme également. Les contraintes dans cet état final sont non nulles dans l'inclusion et dans le milieu infini. Cependant, comme $I \ll M$, à l'infini le milieu n'est pas perturbé par la transformation de I et reste dans son état à contrainte et déformation nulles.

Ainsi, selon Eshelby, si l'inclusion I est ellipsoïdale et si la transformation qu'elle subit induit une déformation libre homogène dans I , notée ϵ^t , alors l'état d'équilibre est tel que la déformation finale ϵ^I dans l'inclusion est homogène. Les équations de

ce problème sont :

$$\begin{cases} \epsilon & \text{C.A. dans } M \text{ et } \epsilon \text{ tend vers } 0 \text{ loin de } I \\ \sigma = \mathbf{C} : \epsilon & \text{dans } M \setminus I \text{ et } \sigma = \mathbf{C} : (\epsilon - \epsilon^t) \text{ dans } I \\ \sigma & \text{S.A. dans } M \end{cases} \quad (2.7)$$

où ϵ C.A. (cinématiquement admissible) signifie :

$$\exists \mathbf{u} \text{ continu sur } M \mid 2\epsilon = \text{grad}(\mathbf{u}) + {}^T \text{grad}(\mathbf{u}) \text{ dans } I \cup M \setminus I,$$

et σ S.A. (statiquement admissible) signifie :

$$\text{div}(\sigma) = \mathbf{0} \text{ dans } I \cup M \setminus I \text{ et } \sigma \cdot \mathbf{n} \text{ continu sur } \partial I$$

On peut ainsi définir un tenseur d'ordre 4 noté \mathbf{E} , appelé tenseur d'Eshelby, tel que

$$\epsilon^I = \mathbf{E} : \epsilon^t \quad (2.8)$$

Le tenseur d'Eshelby dépend du tenseur de rigidité \mathbf{C} du milieu infini et du facteur de forme de l'inclusion. Par construction, le tenseur d'Eshelby vérifie les symétries mineures $E_{ijkl} = E_{jikl} = E_{ijlk}$ mais pas les symétries majeures : $E_{ijkl} \neq E_{klij}$. La résolution exacte des équations du problème permet de calculer \mathbf{E} , ce qui est possible analytiquement dans des cas simples (voir Annexe A).

L'équation de comportement dans I , $\sigma = \mathbf{C} : (\epsilon - \epsilon^t)$ peut être réécrite comme suit :

$$\sigma = \mathbf{C} : \epsilon + \boldsymbol{\tau} \text{ avec } \boldsymbol{\tau} = -\mathbf{C} : \epsilon^t \quad (2.9)$$

Le tenseur d'ordre deux $\boldsymbol{\tau}$ est symétrique et a la dimension d'une contrainte. On l'appelle tenseur de polarisation ou *eigenstress*. $\boldsymbol{\tau}$ correspond à la contrainte qui apparaîtrait dans l'inclusion après sa transformation si on bloquait complètement sa déformation ($\epsilon = 0$). On peut ainsi exprimer la solution d'Eshelby en fonction de la polarisation plutôt que de la déformation libre :

$$\epsilon^I = -\mathbf{P} : \boldsymbol{\tau} \text{ avec } \mathbf{P} = \mathbf{E} : \mathbf{S} \quad (2.10)$$

où \mathbf{S} est le tenseur des souplesses du milieu M , et \mathbf{P} est le tenseur de Hill.

On peut aussi utiliser la solution d'Eshelby pour décrire d'autres situations, tel que le problème d'Eshelby inhomogène. Le problème est identique au problème d'inclusions d'Eshelby, à ceci près que l'inclusion ellipsoïdale présente une inhomogénéité de modules d'élasticité : le tenseur des modules vaut $\mathbf{C}_1 = \mathbf{C} + \Delta\mathbf{C}_1$. Sans chargement, le système est dans son état relaxé. Si, comme précédemment, le matériau constituant le domaine I subit une transformation caractérisée par une polarisation $\boldsymbol{\tau}$ qui, en l'absence du matériau constituant le milieu $M \setminus I$ conduirait à une déformation libre homogène $\epsilon^t = -\mathbf{S}_1 : \boldsymbol{\tau}$ (\mathbf{S}_1 étant le tenseur des souplesses du milieu I), il y aura encore incompatibilité des déformations, d'où l'état mécanique non relâché caractérisé par le système d'équations suivant :

$$\begin{cases} \epsilon & \text{C.A. dans } M \text{ et } \epsilon \text{ tend vers } 0 \text{ loin de } I \\ \sigma = \mathbf{C} : \epsilon & \text{dans } M \setminus I \text{ et } \sigma = \mathbf{C}_1 : \epsilon + \boldsymbol{\tau} \text{ dans } I \\ \sigma & \text{S.A. dans } M \end{cases} \quad (2.11)$$

On se ramène à l'équation 2.7 en réécrivant le comportement de l'inclusion sous la forme $\sigma = \mathbf{C} : \epsilon + \boldsymbol{\tau}'$ avec $\boldsymbol{\tau}' = \boldsymbol{\tau} + \Delta\mathbf{C}_1 : \epsilon$. En supposant que la polarisation $\boldsymbol{\tau}'$ est homogène, on peut appliquer la solution d'Eshelby. On peut ensuite calculer la contrainte homogène dans l'inclusion en fonction de la déformation libre.

Les méthodes d'approximations présentées ci-après ont pour but de proposer une valeur approchée du tenseur des rigidités effectives. Tout d'abord, on peut citer les approximations de Voigt et Reuss. L'approximation de Voigt consiste à supposer les déformations uniformes dans un domaine M . Le tenseur des rigidités effectives sera approchée par :

$$\mathbf{C}^V = \langle \mathbf{C} \rangle \quad (2.12)$$

Le tenseur des rigidités de Voigt \mathbf{C}^V est une estimation par excès du tenseur des rigidités effectives.

L'approximation de Reuss, quant à elle, consiste à supposer les contraintes uniformes dans M . Le tenseur des souplesses effectives sera approchée par :

$$\mathbf{S}^R = \langle \mathbf{S} \rangle \quad (2.13)$$

Le tenseur des souplesses de Reuss \mathbf{S}^R est une estimation par excès du tenseur des souplesses effectives.

Les bornes de Voigt et Reuss sont des bornes énergétiques : les modules d'élasticité calculés ne peuvent pas dépasser ces bornes, et si c'est le cas, il s'agit un bon moyen de prouver que le modèle comporte une erreur. Elles donnent aussi une bonne première approximation du module réel.

Une autre méthode d'approximation du tenseur des rigidités effectif consiste en l'approximation diluée. On suppose que les inclusions ellipsoïdales de demi-axes a_1 , a_2 et a_3 sont dans une configuration diluée dans la matrice, c'est-à-dire que le taux de renforts est si faible (inférieur à 1%), que les interactions entre inclusions sont négligeables. On peut ainsi exprimer le tenseur des rigidités effectif :

$$\mathbf{C}_{eff} = \mathbf{C} + v_f(\mathbf{C}_1 - \mathbf{C}) : \mathbf{A}^{dil} \quad (2.14a)$$

$$\text{avec : } \mathbf{A}^{dil} = [\mathbf{I} + \mathbf{E} : \mathbf{S} : (\mathbf{C}_1 - \mathbf{C})]^{-1} \quad (2.14b)$$

Cependant, le matériau étudié présente un taux de renforts bien supérieur au domaine d'application de cette approximation. Il faut donc affiner le modèle en utilisant une approximation plus adaptée. Mori et Tanaka ([MT73]) proposent une approximation du champ effectif basée sur la solution d'Eshelby élastique pour une inhomogénéité isotrope dans un milieu infini (isotrope), prenant en compte les interactions entre ces inhomogénéités de manière approchée : le milieu de comparaison devient l'ensemble constitué de la matrice et des autres inhomogénéités. Cette approximation permet ainsi de s'affranchir de la limite de l'approximation diluée,

et fonctionne pour des taux de renforts que l'on trouve classiquement dans des matériaux composites. Le tenseur des rigidités effectif s'exprime donc comme suit :

$$\mathbf{C}_{eff} = \mathbf{C} + v_f(\mathbf{C}_1 - \mathbf{C}) : \mathbf{A}^{MT} \quad (2.15a)$$

$$\text{avec : } \mathbf{A}^{MT} = \mathbf{A}^{dil} : [(1 - v_f)\mathbf{I} + v_f\mathbf{A}^{dil}]^{-1} \quad (2.15b)$$

La théorie d'Eshelby et l'approximation de Mori-Tanaka constituent la base du modèle analytique, appelé par la suite modèle de Mori-Tanaka. Cependant, on ne peut pour le moment qu'étudier un matériau unidirectionnel, l'orientation des inclusions (fibres) n'étant pas encore prise en compte. C'est pour cette raison qu'une étape supplémentaire est nécessaire au modèle.

Advani et Tucker ([AT87]) ont prouvé que l'on peut déduire d'une analyse unidirectionnelle les propriétés d'un matériau composite à fibres courtes dont les orientations de fibres sont connues, sous réserve que l'on ait au minimum une symétrie transverse de l'unidirectionnel, ce qui est le cas ici. Lorsqu'une phase introduit de l'anisotropie, le moyennage doit prendre en compte l'orientation de cette phase. Les propriétés du composite sont prises comme étant la moyenne de ces propriétés unidirectionnelles dans toutes les directions, pondérée par la fonction de distribution d'orientation. Advani et Tucker qualifient ce procédé d' *orientation averaging*.

Soit \mathbf{T} un tenseur d'ordre 4 (typiquement un tenseur des rigidités) isotrope transverse dans la direction \mathbf{p} . Il peut donc s'écrire sous la forme suivante :

$$\begin{aligned} T_{ijkl}(\mathbf{p}) = & B_1(p_i p_j p_k p_l) \\ & + B_2(p_i p_j \delta_{kl} + p_k p_l \delta_{ij}) \\ & + B_3(p_i p_k \delta_{jl} + p_i p_l \delta_{jk} + p_j p_l \delta_{ik} + p_j p_k \delta_{il}) \\ & + B_4(\delta_{ij} \delta_{kl}) + B_5(\delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk}) \end{aligned} \quad (2.16)$$

La moyenne d'orientation du tenseur \mathbf{T} s'écrit :

$$\begin{aligned} \langle T_{ijkl}(\mathbf{p}) \rangle = & B_1 A_{ijkl} \\ & + B_2(A_{ij} \delta_{kl} + A_{kl} \delta_{ij}) \\ & + B_3(A_{ik} \delta_{jl} + A_{il} \delta_{jk} + A_{jl} \delta_{ik} + A_{jk} \delta_{il}) \\ & + B_4(\delta_{ij} \delta_{kl}) + B_5(\delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk}) \end{aligned} \quad (2.17)$$

Les B_i sont des scalaires que l'on appellera coefficients d'Advani et qui dépendent des cinq composantes indépendantes d'un tenseur isotrope transverse. Dans le cas du tenseur des rigidités, ces coefficients s'expriment comme suit :

$$\begin{aligned} B_1 &= C_{11} + C_{22} - 2C_{12} - 4C_{66} \\ B_2 &= C_{12} - C_{23} \\ B_3 &= C_{66} + \frac{1}{2}(C_{23} - C_{22}) \\ B_4 &= C_{23} \\ B_5 &= \frac{1}{2}(C_{22} - C_{23}) \end{aligned} \quad (2.18)$$

Ainsi, à partir du tenseur des rigidités effectif calculé avec l'approximation de Mori-Tanaka, on exprime les propriétés du matériau unidirectionnel servant de base à la méthode d'Advani, permettant de rajouter la dernière étape du modèle : la prise en compte de l'orientation préférentielle des renforts. Le modèle établi jusqu'ici prend donc en compte le type de matrice et de fibres, facteur de forme (si

inclusion ellipsoïdale), le taux de renforts, et l'orientation des fibres. Toutefois, ce modèle ne prend pas en compte l'influence de la présence d'une interphase. Même s'il est possible d'en tenir compte dans un modèle analytique de type Eschelby, il est préférable d'utiliser des calculs éléments finis. De plus, ce modèle analytique ne prend pas non plus en compte les distributions de géométrie des renforts, contrairement au modèle matériaux virtuel.

2.3.3 Homogénéisation en champ complet : modèle matériau virtuel et homogénéisation par éléments finis

Nous nous baserons ici sur les cellules de matériau virtuel générées à partir de l'algorithme présenté précédemment. Par rapport au modèle analytique, les mêmes paramètres pourront être pris en compte, avec toutefois la prise en compte additionnelle des distributions de diamètre et longueur de fibres, et l'interphase sera ici modélisée par des éléments d'interface de rigidité équivalente $K_i = \frac{E_i}{e_i}$, où e_i correspond à l'épaisseur de l'interphase et E_i à son module de Young.

Il s'agit dans un premier temps de déterminer les conditions aux limites à appliquer. Ces dernières doivent respecter les conditions de Hill ([Hil63]), qui garantissent la conservation de l'énergie de déformation. Par ailleurs, les conditions de Hill contiennent les conditions nécessaires et suffisantes pour assurer l'équivalence entre les définitions énergétique et mécanique des propriétés des matériaux ([PZ08]).

$$\langle \sigma : \epsilon \rangle = \langle \sigma \rangle : \langle \epsilon \rangle \quad (2.19)$$

Ces conditions sont également appelées « condition de macrohomogénéité de Hill » et assurent l'égalité du travail macroscopique ($\langle \sigma \rangle : \langle \epsilon \rangle$) et du travail microscopique ($\langle \sigma : \epsilon \rangle$). On peut généraliser les conditions de Hill aux matériaux hétérogènes comme suit, en appliquant le théorème de Gauss ([Haz99]) :

$$\langle \sigma : \epsilon \rangle - \langle \sigma \rangle : \langle \epsilon \rangle = 0 \Leftrightarrow \int_{\Gamma_v} (\mathbf{t}(\mathbf{x}) - \langle \sigma \rangle \mathbf{n}) \cdot (\mathbf{u}(\mathbf{x}) - \langle \epsilon \rangle \mathbf{x}) d\Gamma_v = 0 \quad (2.20)$$

en notant \mathbf{t} le vecteur contrainte, \mathbf{u} le vecteur déplacement, \mathbf{n} la normale, \mathbf{x} la position, et Γ_v le contour du volume élémentaire. Dans le cas d'un domaine hétérogène fini, ces conditions nécessitent que le domaine soit sollicité d'une façon spécifique le long de son contour. D'après [HA95], trois différents types de conditions aux limites permettent de satisfaire ces conditions, chacune menant à une approximation différente du tenseur des rigidités apparent :

— les conditions KUBC (Kinematic Uniform Boundary Condition)

$$\mathbf{u}(\mathbf{x}) = \epsilon_0 \mathbf{x} \quad \forall \mathbf{x} \in \Gamma_v \quad (2.21)$$

— les conditions SUBC (Static Uniform Boundary Condition)

$$\mathbf{t}(\mathbf{x}) = \sigma_0 \mathbf{n} \quad \forall \mathbf{x} \in \Gamma_v \quad (2.22)$$

— les conditions MUBC (Mixed Uniform Boundary Condition)

$$(\mathbf{t}(x) - \sigma_0 \mathbf{n}) \cdot (\mathbf{u}(x) - \epsilon_0 x) = 0 \quad \forall x \in \Gamma_v \quad (2.23)$$

où σ_0 et ϵ_0 sont respectivement la contrainte uniforme et la déformation uniforme respectivement. [HH94] ont montré que le tenseur de rigidité apparent déterminé avec les conditions MUBC ainsi que le tenseur de rigidité effectif étaient bornés par les tenseurs de rigidité apparents déterminés avec les conditions SUBC et KUBC. Par ailleurs, les conditions PBC (Periodic Boundary Conditions), qui peuvent être utilisées dans le cas de microstructures et maillages périodiques d'après [Suq87] et [Ant95], ont l'avantage de permettre le calcul du tenseur des rigidités effectif exact, et non de façon approchée comme les conditions aux limites présentées plus haut. [PZ08] propose alors des conditions aux limites appelées PMUBC (Periodic compatible Mixed Uniform Boundary Condition) qui, dans le cas d'un matériau orthotrope, sont équivalentes aux conditions PBC et permettent par conséquent de déterminer le tenseur des rigidités effectif. Notons toutefois que les conditions PMUBC ne constituent pas un « jeu de conditions aux limites » au sens de [GCB09], mais sont adaptées aux calculs d'homogénéisation. Ce sont donc ces conditions que nous choisissons d'implémenter ici. L'implémentation détaillée des conditions PMUBC est donnée en Annexe B. Concrètement, les sollicitations appliquées pour ces calculs d'homogénéisation en champ complet sont alors six cas de chargement linéairement indépendants : trois déformations uniaxiales unitaires (DUU) selon x , y et z , et trois cisaillements unitaires dans les plans (x,y) , (y,z) et (x,z) . Nous pouvons ensuite récupérer la moyenne volumique du tenseur des contraintes et du tenseur des déformations pour en déduire le tenseur des rigidités :

$$\langle \sigma \rangle = C_{eff} \langle \epsilon \rangle \quad (2.24a)$$

$$\text{Par exemple : } \epsilon = \{1, 0, 0, 0, 0, 0\} \Rightarrow \langle \sigma_{11} \rangle = C_{11} \quad (2.24b)$$

2.3.4 Comparaison et validation des modèles élastiques linéaires

Dans un premier temps, afin de valider les modèles élastiques linéaires construits, nous vérifierons que les résultats sont bien inclus dans les bornes énergétiques de Voigt et Reuss. Notons que cette étape de vérification a été réalisée en considérant un matériau CMC-FC fictif tel que $E_m = 200$ GPa et $E_f = 320$ GPa, le coefficient de Poisson des constituants vaut $\nu = 0,2$, et les tenseurs d'orientation d'ordre 4 sont identiques pour l'étape *orientation averaging* et pour la cellule virtuelle. Pour chaque taux de renforts considéré dans le cas des calculs EF, les simulations sont réalisées sur une dizaine de VESR contenant une trentaine de fibres (une étude de convergence vis-à-vis de la taille de cellule sera présentée au Chapitre 3). Les modules élastiques obtenus, issus de la matrice de rigidité calculée par homogénéisation avec conditions aux limites PMUBC, sont moyennés sur la dizaine de réalisations considérées. La figure 2.8 rassemble les résultats obtenus pour les modules élastiques de ce CMC-FC fictif selon les trois directions de l'espace en fonction du taux de renforts, pour les modèles analytique et matériau virtuel, ainsi que les bornes de Voigt et Reuss.

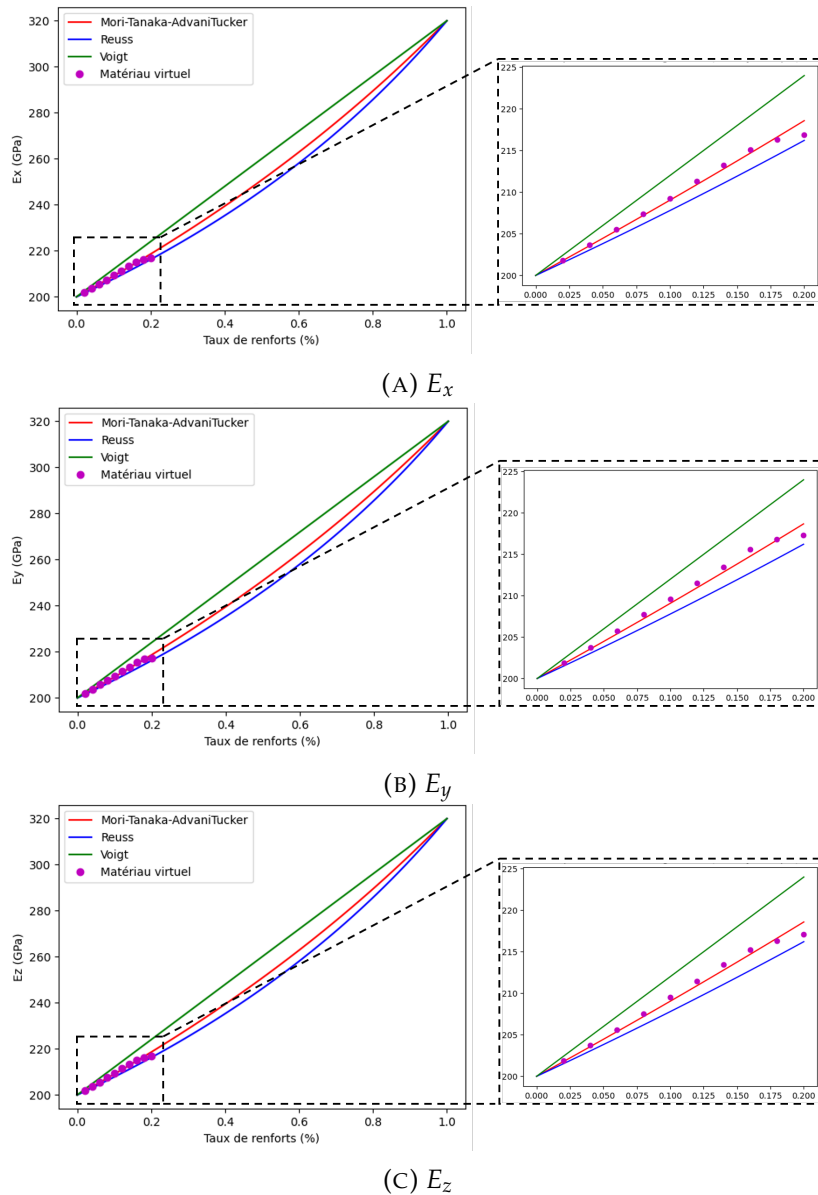


FIGURE 2.8 – Comparaison des modèles analytique et matériau virtuel et vérification de leur cohérence énergétique

On observe en premier lieu que les résultats analytiques et ceux issus de l'homogénéisation du matériau virtuel par éléments finis sont inclus dans les bornes de Voigt et Reuss, ce qui garantit leur cohérence d'un point de vue énergétique. De plus, les modèles analytique et matériau virtuel donnent des résultats très similaires. On notera toutefois que l'écart entre les modules élastiques déterminés par ces deux approches pour un taux de renforts autour de 20% est dû à la difficulté qu'éprouve le modèle matériau virtuel à atteindre ce taux de remplissage pour les raisons géométriques explicitées plus haut. Ces modèles semblent par conséquent être valables pour l'étude des propriétés élastiques des CMC-FC. Nous choisirons de nous baser uniquement sur le modèle matériau virtuel car construit pour être représentatif du matériau réel, contrairement aux méthodes analytiques qui n'en sont que des approximations. On peut également ainsi mieux comprendre les effets des différents paramètres sur les propriétés du matériau et les mécanismes en jeu grâce

au niveau de détail permis par la description fine du matériau virtuel, avec en particulier une prise en compte plus aisée des effets de l'interphase sur les propriétés élastiques linéaires. Enfin, bien que nous ayons pu utiliser ces modèles pour tenter de comprendre les effets d'un endommagement initial de la matrice sur les propriétés élastiques en modélisant par exemple les fissures matricielles par des inclusions *penny-shape* constituées de vide, cette approche n'est clairement pas adaptée à une étude précise des phénomènes non-linéaires : il est nécessaire de mettre en place des modèles spécifiques d'endommagement, que nous présenterons dans la section suivante.

2.4 Mise en place des modèles d'endommagement

2.4.1 Introduction à la modélisation de l'endommagement

Les modèles d'endommagement sont nombreux, si bien que le choix du modèle le plus adapté peut d'avérer ardu. On peut par exemple citer des modèles représentant la fissuration de façon discrète, comme des méthodes de dédoublement de nœuds permettant par exemple de faire propager les fissures ([PCL11]). Ces modèles sont cependant très dépendants du maillage, à moins de raffiner précisément ce dernier en pointe de fissure ([BBC03], [CRF13]), causant toutefois une augmentation drastique du nombre de degrés de libertés, ce qui n'est pas souhaitable au vu de la quantité de simulations nécessaires qui doivent par conséquent être réalisées dans un délai raisonnable. On peut alors chercher à estimer la position de la pointe de fissure avec un critère couplé ([Leg02]), puis la propagation de cette fissure correspondra au chemin de fissuration permettant de minimiser l'énergie de la structure étudiée. Néanmoins, bien que cette approche ait été utilisée pour décrire la microfissuration dans les CMC ([Li+18]), elle peut difficilement être adaptée à notre choix de modélisation à l'échelle microscopique par VESR du fait des très nombreux calculs qui seront requis. Il en est de même pour les approches permettant de discrétiser la fissuration avec des éléments cohésifs ([HMP76]), particulièrement adaptées pour modéliser des endommagements localisés à des endroits connus, mais qui peuvent assouplir considérablement le modèle d'une part, et dépendent également fortement du maillage pour le chemin de fissuration d'autre part.

Les approches par éléments finis enrichis présentent l'avantage de ne pas avoir à représenter explicitement la fissuration. Celles basées sur la méthode de partition de l'unité ([MB96]), telles que le XFEM ([MB02]) ou le GFEM ([SCB01]), dont le principe consiste à enrichir un élément fini à travers la représentation des discontinuités dues à l'endommagement grâce à des fonctions d'enrichissement, peuvent représenter les fissures au prix de degrés de liberté supplémentaires aux nœuds du maillage. D'autres méthodes par éléments finis enrichis, EFEM ([Llo+16], [DOL18]) ou AFEM ([Moh13], [YN15]) proposent un enrichissement au niveau de l'élément, et non aux nœuds. L'élément est divisé en domaines distincts connectés par une loi cohésive qui décrit la discontinuité, et son équilibre mécanique est déterminé en tenant compte de la rigidité de chaque domaine. L'avantage ici est alors que le nombre de degrés de liberté ne change pas au fur et à mesure du développement de la fissuration. [Ess17] a cependant montré une certaine dépendance au maillage de

ces méthodes. De plus, l'implémentation en 3D de ces approches ne se fait pas sans erreurs de convergence dans les logiciels de calculs commerciaux tels qu'Abaqus, ce qui empêche leur emploi dans le cadre de ces travaux.

Enfin, on peut également choisir de modéliser l'endommagement des éléments finis de façon continue. C'est d'ailleurs le choix qui sera fait lors de cette étude, en s'inscrivant dans la continuité des travaux de [Maz18] et [Bén19]. Les fissures ne sont pas représentées explicitement ni par un champ discontinu, mais la rigidité de l'élément en lui-même est dégradée au cours de l'endommagement du matériau ([LC78]) : une fois un état de contrainte/déformation suffisant pour amorcer l'endommagement du matériau, un matériau équivalent de plus faible rigidité lui est substitué, permettant de vérifier l'équilibre mécanique de l'élément. Cette rigidité endommagée est déduite de la rigidité initiale, qui est dégradée avec une variable d'endommagement D .

Afin de mettre en place un modèle d'endommagement continu, trois composantes sont nécessaires :

1. un critère d'amorçage de l'endommagement traduisant le mécanisme à modéliser
2. une description de la perte progressive de rigidité par l'introduction de variables d'endommagement
3. les lois d'évolution de ces variables d'endommagement

Ces modèles d'endommagement continu présentent l'avantage majeur d'être simples à implémenter dans un logiciel de calcul EF classique tel qu'Abaqus. Toutefois, ils souffrent d'une certaine dépendance au maillage ([Baz83]), et l'énergie dissipée tend à diminuer au fur et à mesure que le maillage se raffine. Il faut alors régulariser le modèle afin de s'assurer que l'élément, une fois rompu, ait dissipé une énergie compatible avec sa taille et les propriétés à rupture du matériau représenté en introduisant une longueur interne caractéristique de la taille de la bande de localisation. Nous choisissons ici d'utiliser la théorie de bande de fissuration (*crack band*), introduite par [Baz83], pour assurer une dissipation d'énergie adéquate via l'ajout d'une longueur caractéristique comme la taille de l'élément. Le problème de contrainte/déformation devient alors un problème de contrainte/ouverture, comme c'est le cas pour les modèles de zones cohésives, ce qui permet d'introduire naturellement un taux de restitution d'énergie critique G_c comme paramètre matériau supplémentaire.

2.4.2 Choix des modèles d'endommagement des différents constituants

2.4.2.1 Modèle d'endommagement matriciel

Nous représentons l'endommagement matriciel à l'aide d'une loi d'endommagement quasi-fragile bilinéaire continue schématisée par la figure 2.9, avec un critère en contrainte maximale : l'endommagement de l'élément s'active une fois la contrainte maximale σ_{max} atteinte, puis on lui associe un repère de fissuration (*I, II, III*) correspondant au repère des contraintes principales. L'endommagement est régularisé en déplacement équivalent $\delta_{eq} = L_c \epsilon$, où L_c est la longueur caractéristique de

l'élément, afin d'éviter que l'énergie dissipée ne diminue avec la taille de l'élément. La variable d'endommagement D est initialement nulle, puis croissante (caractère irréversible de l'endommagement) telle que :

$$D = \frac{\delta_{eq}^f (\delta_{eq} - \delta_{eq}^0)}{\delta_{eq} (\delta_{eq}^f - \delta_{eq}^0)} \quad (2.25)$$

où :

- δ_{eq} est le déplacement normalisé équivalent à l'instant t
- δ_{eq}^0 est le déplacement normalisé équivalent à l'amorçage de l'endommagement
- δ_{eq}^f est le déplacement normalisé équivalent à rupture de l'élément, calculé à partir du taux de restitution d'énergie critique, ou énergie de rupture, $G_c = \frac{1}{2} F \delta_{eq}^f$

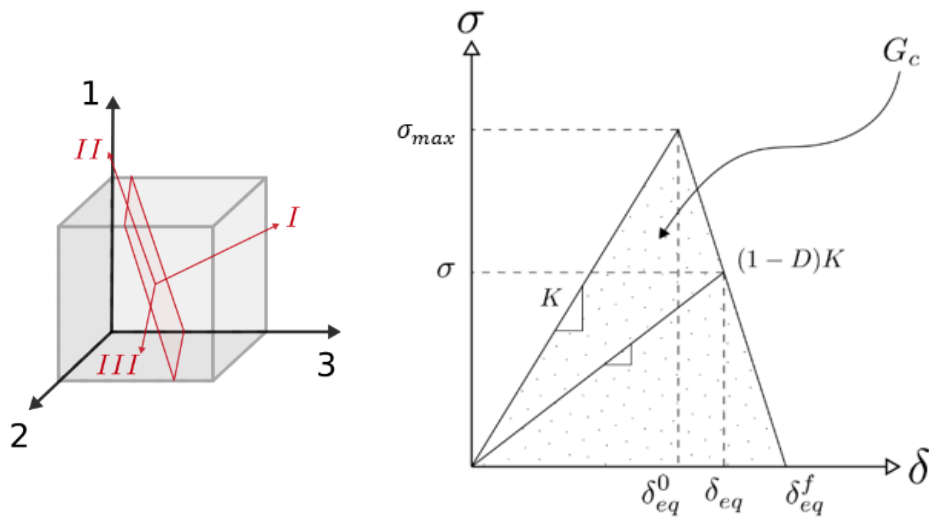


FIGURE 2.9 – Schématisation de la loi d'endommagement matriciel sélectionnée ([Bén19]). A : Schéma de la fissure matricielle à modéliser. B : Evolution des paramètres du modèle dans la direction I

On recalcule la valeur de la variable d'endommagement à chaque incrément, et le tenseur des rigidités C de l'élément sera alors dégradé dans le repère de fissuration (I, II, III) tel que :

$$C_{endo} = \begin{bmatrix} dC_{11} & dC_{12} & dC_{13} & 0 & 0 & 0 \\ & C_{22} & dC_{23} & 0 & 0 & 0 \\ & & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ & & & \sqrt{d}C_{44} & 0 & 0 \\ \text{sym} & & & & \sqrt{d}C_{55} & 0 \\ & & & & & C_{66} \end{bmatrix}_{(I,II,III)} \quad (2.26)$$

en notant, pour cette équation, $d = 1 - D$ selon le formalisme de Murakami ([Mur88]). Comme on ne considère qu'une seule variable d'endommagement, les directions II et III ne sont pas affectées.

2.4.2.2 Modèle d'endommagement des fibres

Initialement, les fibres étaient considérées élastiques linéaires. Cependant, pour plus de précision sur le scénario d'endommagement des CMC-FC et pour mieux comprendre l'influence des différents paramètres étudiés sur les mécanismes en jeu dans ces matériaux particuliers, une loi d'endommagement similaire à celle appliquée aux éléments matriciels est utilisée pour les fibres. En revanche, leur nature de monofilament fragile requiert une étape de correction des propriétés selon la taille de jauge, ou la longueur de la fibre considérée, appelée *Weibull scaling* ([MO06]). La valeur moyenne de la contrainte à rupture s'exprime alors par :

$$\bar{\sigma} = \sigma_s \left(\frac{S}{S_0} \right)^{-\frac{1}{m}} \Gamma \left(1 + \frac{1}{m} \right) \quad (2.27)$$

où σ_s et m sont les paramètres de Weibull associés au Hi-Nicalon S valant $\sigma_s = 3.5 \text{ GPa}$ et $m = 6,1$; S_0 est une unité de surface arbitraire, $S = \pi dl$ la surface d'une fibre proportionnelle à la taille de jauge l , et $\Gamma(z)$ la fonction telle que :

$$\Gamma(z) = \int_0^{\infty} t^{z-1} e^{-t} dt, \forall z \in \mathbb{C} \text{ tel que } \Re(z) > 0 \quad (2.28)$$

Cette correction permet alors d'appliquer les propriétés adaptées à la taille des fibres courtes considérées. Notons toutefois que, dans le cas d'une distribution de longueurs et de rayon, seule la moyenne de ces distributions sera prise en compte dans ce calcul pour éviter la création de multiples familles de matériau type « fibre » dans les simulations numériques.

2.4.2.3 Modèle d'endommagement interfacial

[CGS97] propose deux pistes envisageables pour représenter l'endommagement interfacial. La première consiste à représenter l'interphase par des éléments volumiques associés à une loi d'endommagement continue. Cependant, un tel choix de modélisation ajouterait un nombre considérable de degrés de liberté dans notre cas au vu de la faible épaisseur des interphases par rapport aux autres dimensions en jeu (quelques centaines de nm) et n'est donc pas réalisable ici. Nous avons donc fait le choix de la seconde approche qui reprend le principe des modèles de zones cohésives (CZM) tels qu'introduits par [Tve90], et leur nature de modèles régularisés rend d'autant plus adaptée leur application dans ces travaux. Des éléments d'épaisseur nulle sont alors insérés entre les éléments constitutifs des fibres et ceux de la matrice. La loi de vecteur contrainte/séparation retenue est une loi bilinéaire découpée similaire au modèle de Cox ([YC05]) schématisée par la figure 2.10b. On note σ_i les efforts cohésifs et δ_i les déplacements des lèvres de la fissure, où (n, t, s) représentent respectivement la direction normale et les deux directions tangentielles. La loi d'endommagement peut être décrite à partir de trois paramètres :

- K_i la rigidité de l'élément d'interface
- G_c^i l'énergie dissipée, équivalente à l'aire sous la courbe de vecteur contrainte-séparation
- σ_0^i la contrainte maximale avant l'initiation de l'endommagement

Quand les efforts cohésifs sont maximaux, l'ouverture de la fissure s'écrit alors :

$$\delta_0^i = \frac{\sigma_0^i}{K_i} \quad (2.29)$$

et le saut de déplacement lors de la séparation complète s'exprime par :

$$\delta_c^i = \frac{2G_c^i}{\sigma_0^i} \quad (2.30)$$

A chaque incrément, les déplacements des bords de la fissure sont comparés à l'ouverture de la fissure et au saut de déplacement après séparation complète. Lorsque $\delta_i = \delta_0^i$, la rigidité K_i de l'élément est dégradée d'un facteur D_i correspondant à la variable d'endommagement qui, tout comme pour l'endommagement des éléments matriciels, est initialement nulle puis ne peut que croître, représentant le caractère irréversible de l'endommagement. Cette variable d'endommagement s'écrit :

$$D_i = \frac{\delta_c^i (\delta_i - \delta_0^i)}{\delta_i (\delta_c^i - \delta_0^i)} \quad (2.31)$$

Dans le repère local de l'élément cohésif, les contraintes à chaque incrément sont évaluées à :

$$\begin{bmatrix} \sigma_n \\ \sigma_t \\ \sigma_s \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} (1 - D_n) K_n & 0 & 0 \\ 0 & (1 - D_t) K_t & 0 \\ 0 & 0 & (1 - D_s) K_s \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \delta_n \\ \delta_t \\ \delta_s \end{bmatrix} \quad (2.32)$$

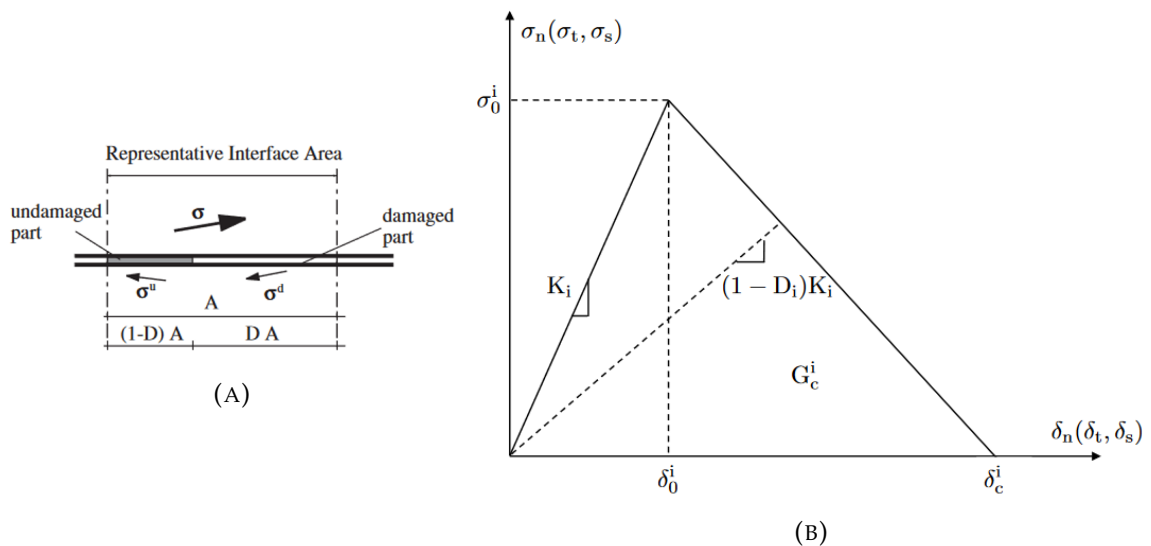


FIGURE 2.10 – Modèle d'endommagement interfacial. Gauche : schématisation de la prise en compte des frottements sur un élément ([AS06]). Droite : loi bilinéaire d'endommagement sélectionnée ([Maz18])

Cependant, ce modèle ne prend pas en compte les phénomènes de frottements aux interfaces intervenant dans le matériau lors de la décohésion fibre/matrice et

permettant également la dissipation de l'énergie de fissuration. L'approche proposée par [AS06] permet d'introduire cette notion de frottement sans assouplir la structure, et présente l'avantage de découpler les effets du frottement et ceux de l'endommagement, permettant alors de choisir la loi d'endommagement et la loi de frottement appliquées. Ces avantages justifient notre choix d'implémenter ce modèle, en sélectionnant comme loi d'endommagement celle présentée plus haut et comme loi de frottement une loi de type frottement de Coulomb. En principe, l'élément cohésif est subdivisé en une partie non endommagée et une partie endommagée sur laquelle s'applique le frottement (voir schéma figure 2.10a). On introduit alors un paramètre additionnel au modèle, noté μ_f , qui correspond ainsi au coefficient de frottement appliqué aux interfaces. Toutefois, la mesure précise de ce coefficient de frottement dans le cas des matériaux étudiés ici s'avère compliquée, notamment à cause de la forte dispersion des résultats d'essais d'indentation. Une valeur arbitraire a donc été choisie telle que $\mu_f = 0,3$.

2.4.3 Validation de la physique des modèles

Au vu de la réalité des matériaux CMC-FC actuels, la validation des modèles d'endommagement par l'expérimental peut s'avérer complexe. Toutefois, il reste possible d'y vérifier la présence de phénomènes dissipatifs classiques tels que la décohésion fibre/matrice ou des mécanismes de pontage, et de comparer les observations numériques aux fractographies afin de s'assurer qualitativement que la physique des modèles représente correctement celle du matériau réel. Précisons que tous les calculs réalisés ici utilisent des conditions aux limites PMUBC, tout comme les simulations qui seront présentées dans le chapitre suivant.

Prenons l'exemple d'une cellule virtuelle unidirectionnelle avec interphase, avec un chargement unitaire dans la direction des fibres. Les données utilisées pour ce calcul sont rassemblées dans le tableau 2.1. Les propriétés de la matrice sont celles mesurées expérimentalement sur le matériau M1, celles de l'interphase correspondent aux calculs effectués sur une interphase BN (section 1.3), et celles des fibres déduites des propriétés du Hi-Nicalon S avec *Weibull scaling* ([MO06], ([Sha+06])), dans le cas de fibres cylindriques identiques de $12\ \mu\text{m}$ de diamètre et $180\ \mu\text{m}$ de longueur. Le coefficient de Poisson des différents constituants est tel que $\nu = 0,2$. La figure 2.11 ci-dessous représente la valeur de la variable d'endommagement en fin de chargement dans la cellule virtuelle, où les éléments en rouge correspondent aux éléments rompus ($D = 1$).

Propriété	Valeur
E_m (GPa)	359
σ_m (MPa)	200
K_{Ic_m} (MPa m ^{0.5})	2,42
E_f (GPa)	420
σ_f (GPa)	9,16
K_{Ic_f} (MPa m ^{0.5})	1,74
σ_{0_i} (MPa)	107
$G_{c_{interf}}$ (J/m ²)	5,87
μ_f	0,3

TABLE 2.1 – Propriétés du matériau virtuel test

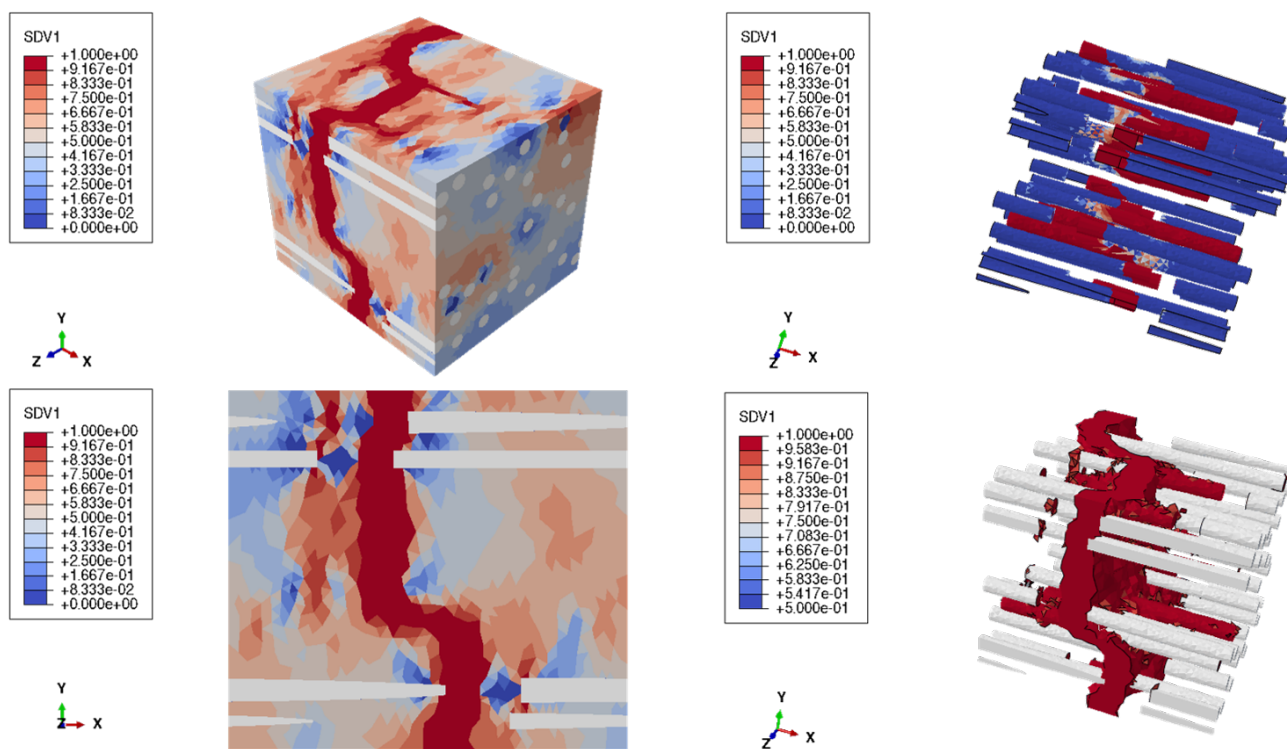


FIGURE 2.11 – Endommagement d’une cellule unidirectionnelle avec chargement unitaire dans la direction des fibres. En haut à gauche : cellule complète en vue 3D. En bas à gauche : cellule complète, face (x, y) . En haut à droite : endommagement interfacial en vue 3D. En bas à droite : vue 3D du chemin de fissuration

Si l’on regarde le chemin de la fissuration, on observe des phénomènes de pontage et de déviation de fissure aux interphases caractéristiques des mécanismes dissipatifs classiques des CMC. De plus, en examinant l’endommagement interfacial, on retrouve non seulement de la décohérence fibre/matrice nécessaire à l’augmentation de la ténacité des matériaux CMC, mais également des déchaussements de

portions de fibres courtes telles qu'observées expérimentalement au MEB sur le faciès de rupture représenté en figure 1.48b.

D'ailleurs, les faciès de rupture numérique et expérimentaux sont très similaires. Lors d'une autre simulation, cette fois sur un matériau virtuel isotrope transverse avec chargement unitaire dans le plan d'isotropie (les propriétés matériau appliquées restant les mêmes que celles du tableau 2.1), le faciès de rupture est comparable à celui obtenu après essai de flexion 4 points sur un échantillon du Lot 3, observé au MEB (figure 2.12). On retrouve dans les deux cas des fibres décohérentes, majoritairement orientées selon le plan de fissuration principale.

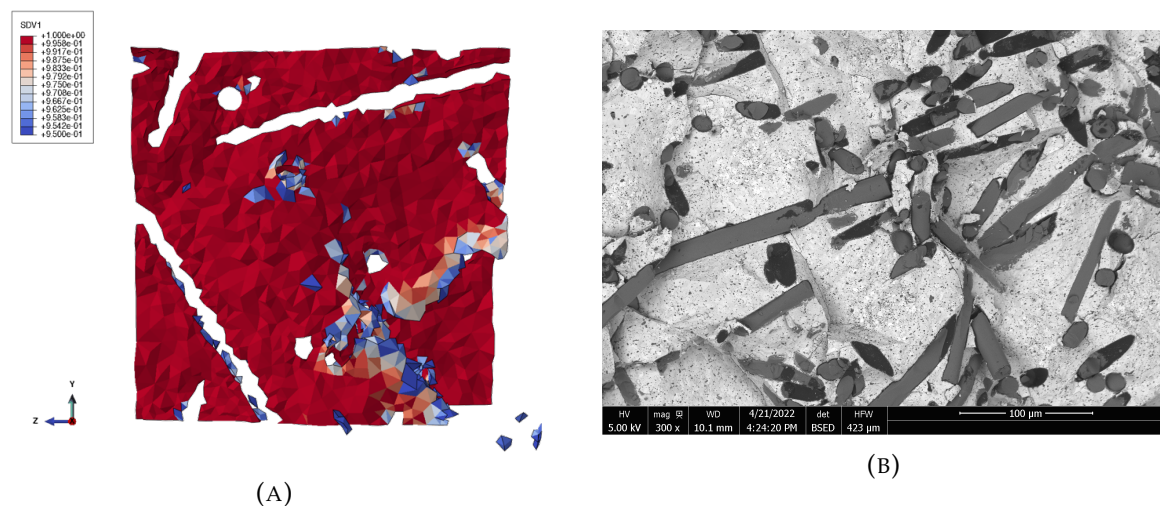


FIGURE 2.12 – Comparaison de faciès de rupture numérique et expérimental

Ces choix de modélisation de l'endommagement semblent ainsi capables de rendre compte qualitativement de la physique des matériaux CMC-FC réels. Leur application dans le cadre de simulations numériques devrait ainsi nous permettre d'une part de comprendre précisément les différents mécanismes d'endommagement en jeu dans les CMC-FC et comment les différents paramètres matériau peuvent influencer cet endommagement, et d'autre part de prédire le comportement d'un CMC-FC en fonction de paramètres morphologiques et des propriétés de ses constituants.

2.5 Conclusions sur la constitution des modèles numériques

Les modèles développés dans le cadre de l'étude des propriétés thermomécaniques de CMC-FC pour ces travaux sont basés sur la génération de cellules virtuelles statistiquement représentatives du matériau réel. Ces VESR permettent de tenir compte de la morphologie de ces matériaux avec une grande précision, tout en permettant une grande souplesse nécessaire aux études paramétriques qui seront réalisées par la suite.

Dans le domaine élastique linéaire, l'approche par homogénéisation en champ complet, via des calculs éléments finis sur ces cellules virtuelles, permet de prédire

les propriétés élastiques des CMC-FC en fonction de la géométrie et du taux de fibres, et des propriétés élastiques des constituants. Cette approche a pu être validée grâce à des comparaisons avec un modèle analytique.

Enfin, nous avons fait le choix pragmatique de rester dans la continuité des travaux de [Maz18] et [Bén19] en choisissant de modéliser l'endommagement par des lois d'endommagement continues. L'utilisation des modèles de zones cohésives pour l'endommagement des éléments d'interface est agrémenté d'une prise en compte des frottements grâce au modèle d'Alfano. Ces modèles ont ensuite été comparés à l'expérimental : ils sont capables de représenter fidèlement la physique de l'endommagement des matériaux CMC-FC et rendent compte des différents mécanismes dissipatifs typiques des matériaux composites à matrice céramique. Bien qu'il aurait été préférable de valider quantitativement ces modèles d'endommagement à l'aide d'essais expérimentaux, nous ne disposons pas d'éprouvettes adaptées à cette démarche. Toutefois, la validation qualitative menée ici indique que les modèles construits sont suffisamment satisfaisants pour permettre une étude paramétrique de l'endommagement des CMC-FC par la simulation, qui est détaillée au chapitre suivant.

Chapitre 3

Simulations dans les domaines élastique et endommageable du comportement mécanique de CMC-FC

Sommaire

3.1	Influence des paramètres morphologiques et matériau sur les propriétés élastiques	88
3.1.1	Etude préliminaire de convergence des modules élastiques en fonction de la taille de cellules	88
3.1.2	Influence de la morphologie des CMC-FC sur les propriétés élastiques	89
3.1.3	Propriétés élastiques des CMC-FC en fonction de celles de leurs constituants	91
3.2	Calculs d'endommagement préliminaires aux études de sensibilité	93
3.2.1	Etude de convergence dans le domaine endommageable . . .	93
3.2.2	Analyse numérique du scénario d'endommagement	95
3.2.3	Mise en place des études de sensibilité dans le domaine endommageable	99
3.3	Etudes de sensibilité : effets des paramètres morphologiques et matériau sur l'endommagement des CMC-FC	110
3.3.1	Sensibilité de l'endommagement des CMC-FC aux paramètres morphologiques	111
3.3.1.1	Sensibilité au taux volumique de fibres	112
3.3.1.2	Sensibilité au facteur de forme des fibres	113
3.3.1.3	Sensibilité à l'orientation préférentielle des fibres	114
3.3.2	Sensibilité de l'endommagement des CMC-FC aux propriétés des constituants	116
3.3.2.1	Sensibilité aux propriétés matricielles	116
3.3.2.2	Sensibilité aux propriétés interfaciales	118
3.4	Conclusions sur l'analyse numérique des propriétés mécaniques des CMC-FC	121

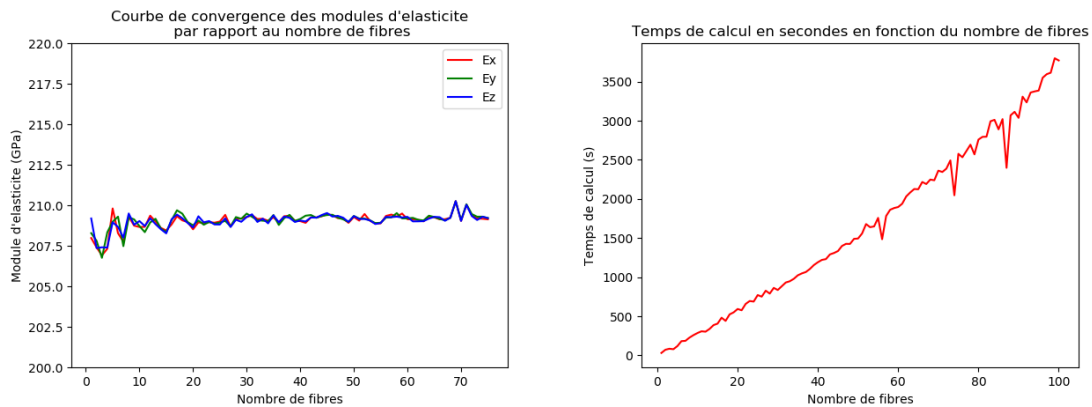
Ce chapitre se consacre à l'exploitation des modèles construits et validés au chapitre précédent, dans le domaine élastique linéaire d'une part et du point de vue de l'endommagement d'autre part. L'objectif des campagnes de simulations est d'analyser précisément l'influence des paramètres morphologiques et des propriétés des constituants sur les mécanismes d'endommagement des CMC-FC et sur les propriétés mécaniques du composite. Ensuite, l'ensemble de ces données permettra de déterminer si la défragilisation des céramiques par l'incorporation de renforts fibreux discontinus est suffisante pour justifier leur emploi pour une application dans des turbines de moteurs aéronautiques en proposant un matériau optimisé à cet usage et des pistes d'amélioration.

3.1 Influence des paramètres morphologiques et matériau sur les propriétés élastiques

Nous aborderons dans cette section l'étude des propriétés élastiques des CMC-FC en fonction des différents descripteurs morphologiques mesurés expérimentalement, à savoir le facteur de forme des fibres, le taux volumique de renforts ainsi que l'orientation des fibres, et les propriétés élastiques des constituants. Seuls les effets de la matrice et de l'interphase seront ici analysés, l'industriel préférant conserver la fibre Hi-Nicalon S pour les renforts fibreux. Nous nous baserons principalement sur des résultats obtenus par homogénéisation éléments finis du modèle matériau virtuel, bien que quelques résultats issus du modèle analytique seront fournis à titre de comparaison.

3.1.1 Etude préliminaire de convergence des modules élastiques en fonction de la taille de cellules

Avant de se lancer dans les campagnes de simulation dans le domaine élastique, un étude de convergence est nécessaire afin de déterminer la taille de cellule virtuelle qui minimise la variabilité des résultats, mais aussi le temps de calcul nécessaire. La taille du VESR dépend du facteur de forme des fibres, du taux volumique de fibres et du nombre de fibres modélisées dans la cellule. Le but de cette étude préliminaire est alors de connaître, à propriétés des constituants, taux volumique de fibres et facteur de forme moyen fixés, le nombre idéal de fibres à modéliser.



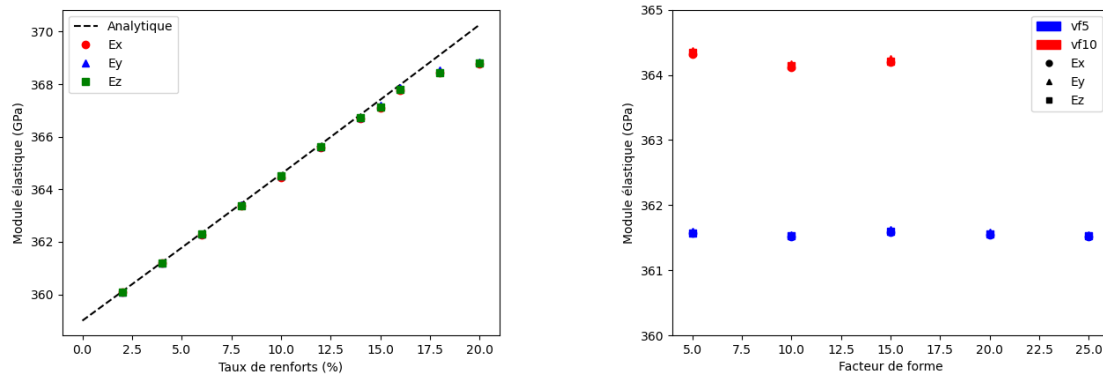
(A) Etude de convergence : modules d'élasticité en fonction du nombre de fibres (B) Etude de convergence : temps de calcul en fonction du nombre de fibres

FIGURE 3.1 – Etude de convergence dans le domaine élastique

Les courbes représentées en figure 3.1 ont été tracées pour un CMC virtuel tel que $E_m = 200$ GPa, 10% de renforts HNS cylindriques courts de facteur de forme moyen $f = 15$ avec $E_f = 320$ GPa, $\nu = 0,2$, pour une orientation isotrope. La figure 3.1a indique qu'une trentaine de fibres suffit pour avoir des résultats convenables via le modèle matériau virtuel. D'autres calculs de convergence pour un taux de renforts différent (5% et 15%) et une orientation préférentielle différente confirment cette affirmation. De plus, cette valeur permet également d'assurer des temps de calcul raisonnables (figure 3.1b). Les simulations élastiques basées sur la génération de VESR seront donc réalisées dans cette configuration. Par ailleurs, il a été noté que l'homogénéisation par calculs EF dépendait peu du maillage, tant que la courbure de la face latérale des fibres cylindriques reste correctement discrétisée.

3.1.2 Influence de la morphologie des CMC-FC sur les propriétés élastiques

Dans un premier temps, nous étudions l'effet des paramètres morphologiques sur les propriétés élastiques des CMC-FC de type M3. Pour rappel, ces matériaux sont composés d'une matrice constituée d'un mélange $\text{MoSi}_2 + \text{TiSi}_2$ et de fibres HNS. La figure 3.2 ci-dessous trace l'évolution des modules d'élasticité en fonction du taux volumique de fibres et du facteur de forme des renforts pour une distribution isotrope transverse, les propriétés élastiques des constituants étant fixées (tableau 2.1). Le tableau 3.1 montre quant à lui les modules d'élasticité calculés en fonction de l'orientation préférentielle des fibres. Trois cas d'orientation sont considérés : isotrope, isotrope transverse dans le plan (x,y) tel que mesuré sur la tomographie d'un échantillon de matériau M3, et unidirectionnel selon l'axe x.



(A) Sensibilité des propriétés élastiques au taux volumique de fibres et comparaison avec les résultats analytiques pour E_x (ceux pour E_y et E_z étant presque confondus avec E_x). (B) Sensibilité des propriétés élastiques au facteur de forme des fibres pour deux taux volumiques de fibres $v_f = 5\%$ et $v_f = 10\%$

FIGURE 3.2 – Sensibilité des propriétés élastiques de CMC-FC au taux volumique de fibres et à leur facteur de forme

Orientation	E_x (GPa)	E_y (GPa)	E_z (GPa)
Isotrope	366,7	366,7	366,7
Isotrope transverse	367,1	367,2	367,1
Unidirectionnel	367,1	366,5	366,5

TABLE 3.1 – Sensibilité des propriétés élastiques de CMC-FC à l’orientation préférentielle des fibres

Si l’on compare les résultats de la figure 3.2a avec la loi des mélanges ou le modèle analytique présenté en section 2.3.2, l’augmentation des modules élastiques avec le taux volumique de fibres est une évidence. Précisons tout de même que la légère inflexion des résultats obtenus n’est pas un signe d’un début de plateau à partir d’un taux volumique de 20%, mais s’explique par la difficulté de générer un VESR dont le taux volumique de fibres obtenu correspond à la consigne donnée si cette dernière se situe autour de la limite de remplissage de l’algorithme RSA. En revanche, le facteur de forme a un effet beaucoup plus limité (figure 3.2b). Quant aux effets de l’orientation, l’écart entre les modules pour les différents cas d’orientation est négligeable, malgré un écart initial des rigidités plus marqué entre la matrice et les fibres. Ceci suggère que, dans le domaine élastique linéaire, il n’est pas nécessaire de chercher à optimiser les propriétés du matériau CMC-FC à travers l’optimisation de l’orientation de ses renforts d’une part, et d’autre part que l’anisotropie induite par le procédé de fabrication par SPS ne porte pas préjudice aux propriétés élastiques des CMC-FC.

3.1.3 Propriétés élastiques des CMC-FC en fonction de celles de leurs constituants

Nous nous intéressons ici plus spécifiquement à l'étude de l'influence des propriétés matricielles et des propriétés interfaciales sur les propriétés élastiques des CMC-FC. Pour l'étude de l'effet des propriétés matricielles, nous considérerons un matériau virtuel isotrope transverse (le tenseur d'orientation d'ordre 4 étant mesuré sur une tomographie d'un échantillon de matériau M3) constitué de 15% fibres HNS, sans interphase, et faisons varier la rigidité de la matrice dans un intervalle contenant les propriétés de matrices céramiques classiques, tous les autres paramètres étant fixés. Concernant l'effet de l'ajout d'une interphase sur les propriétés élastiques, nous comparerons deux cellules virtuelles isotropes transverses constituées d'une matrice M1 et de fibres HNS, l'une présentant une interphase type BN de rigidité $E_i = 15$ GPa et de 600 nm d'épaisseur, et l'autre sans interphase. Ensuite, une cartographie est réalisée afin de comparer l'impact des propriétés matricielles et interfaciales sur les propriétés élastiques du composite (seules les rigidités de la matrice et de l'interphase varient, la morphologie du VER et les propriétés élastiques restantes étant fixées).

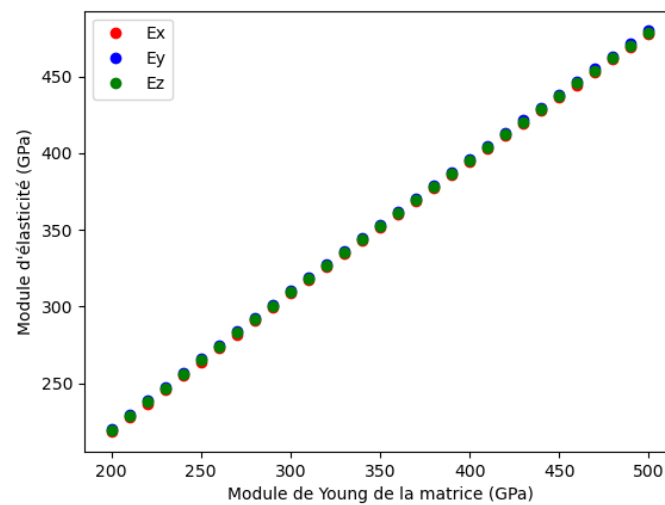


FIGURE 3.3 – Effet des propriétés matricielles sur les propriétés élastiques de CMC-FC

Module d'élasticité	E_x (GPa)	E_y (GPa)	E_z (GPa)
Sans interphase	367,1	367,2	367,1
Avec interphase	358,8	357,8	358,4

TABLE 3.2 – Effet de l'interphase sur les propriétés élastiques d'un CMC-FC

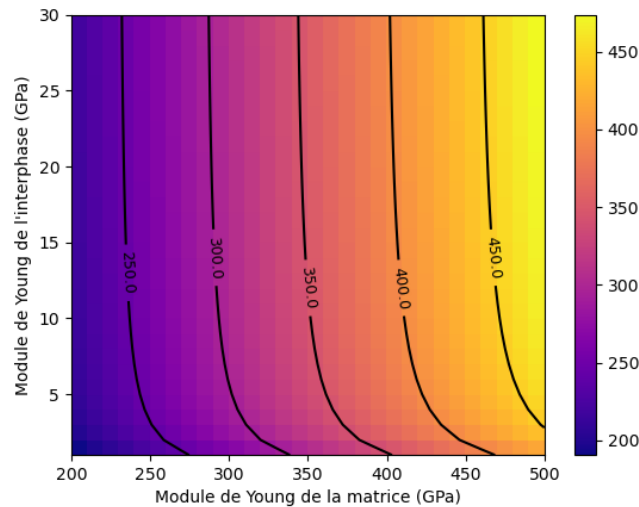


FIGURE 3.4 – Cartographie de l'influence des propriétés matricielles et interfaciales sur les propriétés élastiques de CMC-FC

Ici encore, les résultats présentés en figure 3.3 correspondent à ce qui est attendu : une matrice plus rigide ne peut qu'augmenter la rigidité du composite. En ce qui concerne l'effet de l'interphase, les différences de modules entre les cellules virtuelles avec et sans interphase sont limitées (< 10 GPa). Cela signifie que l'interphase n'assouplit pas outre mesure le système. Cela confirme également que l'ajout d'une interphase ne permet pas de justifier à elle seule la baisse importante des modules constatée entre les échantillons de constitution M3 du Lot 2 et les échantillons du Lot 3. Le tableau 3.2 et les cartographies de la figure 3.4 vont également dans ce sens en montrant que même des propriétés d'interphase dégradées dans le cas où matrice et interphase ne seraient pas correctement liées ou, à l'inverse, très fortes, n'expliquent pas la chute des modules d'élasticité observée expérimentalement, et que la seule dégradation de la matrice peut être la cause de la différence des modules.

Cette étude succincte dans le domaine élastique semble montrer que seules les propriétés matricielles et le taux volumique de fibres ont un rôle important sur les propriétés des CMC-FC. Cependant, étendre ces observations à l'endommagement serait une conclusion bien trop hâtive et erronée, puisque bien d'autres mécanismes peuvent entrer en jeu dans le cadre de ce phénomène non linéaire. La suite de ce chapitre se concentre alors sur une étude beaucoup plus poussée des effets de ces différents paramètres sur l'endommagement du matériau pour pouvoir conclure sur l'adéquation de l'emploi des CMC-FC pour l'application souhaitée par SAFRAN Ceramics et éventuellement proposer, par une approche inverse, la définition d'un matériau CMC-FC optimal vis-à-vis de l'utilisation envisagée.

3.2 Calculs d'endommagement préliminaires aux études de sensibilité

Bien que la rigidité des CMC-FC soit une propriétés importante au vu de l'application souhaitée, l'intérêt principal de cette étude réside dans l'analyse de l'endommagement des CMC-FC, plus spécifiquement sur la question de la capacité des renforts fibreux discontinus à défragiliser le matériau. Nous aborderons dans cette section l'exploration numérique du comportement endommageable des CMC-FC à travers l'étude précise des mécanismes en jeu. Cette analyse servira ensuite à la mise en place des études de sensibilité de l'endommagement des CMC-FC par rapport à différents facteurs, ce que nous présenterons à la section suivante.

3.2.1 Etude de convergence dans le domaine endommageable

Au vu du nombre conséquent de calculs prévus pour réaliser les études paramétriques, une phase d'optimisation est nécessaire afin de réduire la durée de chaque calcul à environ deux heures sur six coeurs d'une machine de calcul AMD Ryzen Threadripper 3970X 3.7 GHz, 256 GB RAM, NVIDIA Quadro RTX6000 (24 GB) utilisée pour tous les calculs d'endommagement. Les pistes d'amélioration reposent sur la taille de la cellule virtuelle, contrôlée notamment par le nombre de fibres représentées, ainsi que la finesse du maillage, généré par GMSH puis optimisé via l'outil mmg3d ([Dob12]). Sur ce dernier point, bien que le modèle d'endommagement soit régularisé par la longueur caractéristique de l'élément afin de dissiper la bonne quantité d'énergie, une inquiétude subsiste quant à la localisation des endommagements. En effet, sur un maillage plus grossier, les éléments matriciels rompus pourraient inclure des zones de matrice qui ne seraient peut-être pas endommagés dans le cas d'un maillage plus fin, ce qui pourrait probablement influencer sur la réponse de la cellule virtuelle à la sollicitation. Ici, la finesse du maillage est contrôlée à travers le paramètre $-hgrad$ de mmg3d, qui règle le rapport de longueur entre deux bords d'éléments adjacents.

Cette étude de convergence a été réalisée à partir de deux cellules matériau virtuel de matrice M1, 15% de fibres HNS et interphase type BN, reconstruites à partir du même tenseur d'orientation d'ordre 4, l'une contenant 50 fibres (soit un VESR d'environ 200 μm de côté), l'autre contenant 100 fibres (soit un VESR d'environ 300 μm de côté). Le choix de prendre 50 fibres comme valeur minimale se base sur les travaux de [Li+16] donnant l'erreur d'approximation du tenseur d'orientation d'ordre 4 lors de la reconstruction de VER à partir des données d'orientation en fonction du nombre de fibres représentées dans le VER. Les cellules virtuelles générées ont ensuite été maillées de deux manières, un maillage fin ($hgrad = 1,3$) et un maillage plus grossier ($hgrad = 2$). A titre d'indication, une comparaison du nombre de noeuds de calcul est donnée dans le tableau 3.3 ci-dessous.

Nombre de fibres	Maillage fin	Maillage grossier
50	≈ 75000	≈ 54000
100	≈ 195000	≈ 134000

TABLE 3.3 – Nombre de noeuds de calcul en fonction du nombre de fibres représentées et de la finesse du maillage

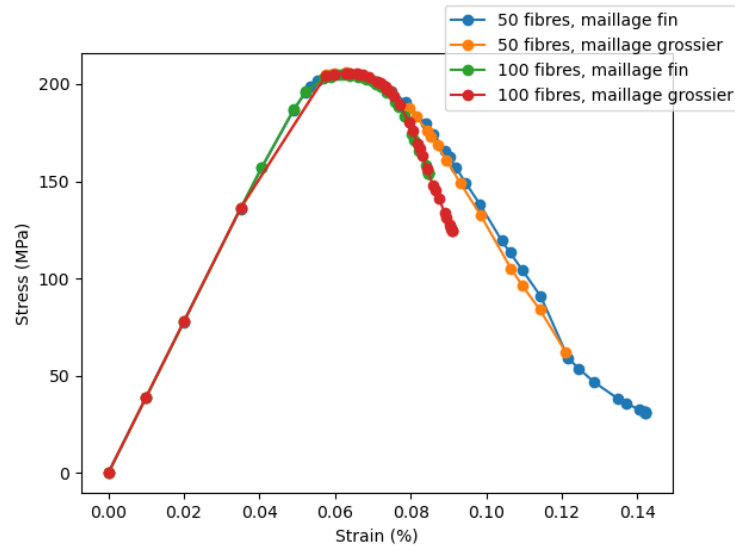


FIGURE 3.5 – Sensibilité à la taille de cellule et à la taille du maillage des courbes contrainte-déformation d'un VESR soumis à une déformation uniaxiale

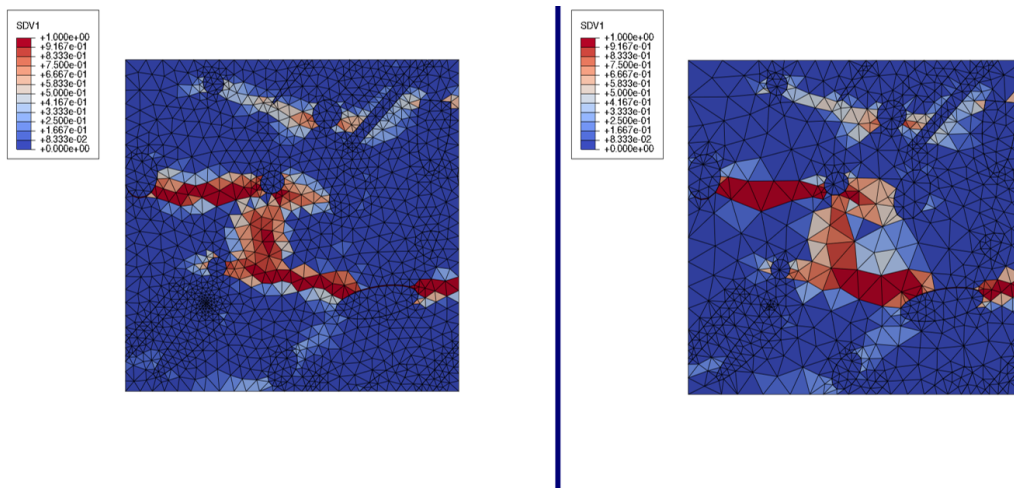


FIGURE 3.6 – Comparaison des chemins de fissuration obtenus pour un maillage fin (gauche) et un maillage grossier (droite) sur un VESR soumis à une déformation uniaxiale

On remarque à première vue que les courbes de réponse des cellules de 50 fibres et 100 fibres données en figure 3.5 se confondent, peu importe le maillage choisi.

Notons au passage que la contrainte est calculée à partir de la force de réaction aux noeuds sur la face normale au chargement, et il en sera de même pour toutes les simulations de l'endommagement de CMC-FC qui suivront. Ensuite, le maillage plus grossier induit une légère différence dans la discrétisation de la courbe de réponse, les incréments de chargement étant gérés par le logiciel de calcul EF. La visualisation de la simulation montre de légères disparités dans le chemin de fissuration (figure 3.6), ce qui était attendu, mais qui semblent peu affecter les courbes de réponse. Ainsi, nous pouvons optimiser les temps de calculs en se basant sur des cellules de plus petite taille mais représentant tout de même suffisamment de fibres pour correctement échantillonner les différentes distributions morphologiques, et avec un maillage plus grossier sans pour autant risquer de pertes majeures d'informations sur l'endommagement des CMC-FC. Sauf mention contraire, toutes les simulations suivantes seront menées sur des cellules contenant 50 fibres avec un maillage adapté ($h_{grad} = 2$). Un maillage EF typique est illustré figure 3.7.

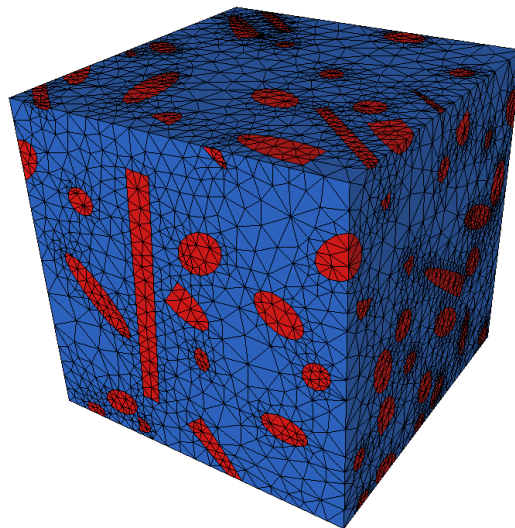
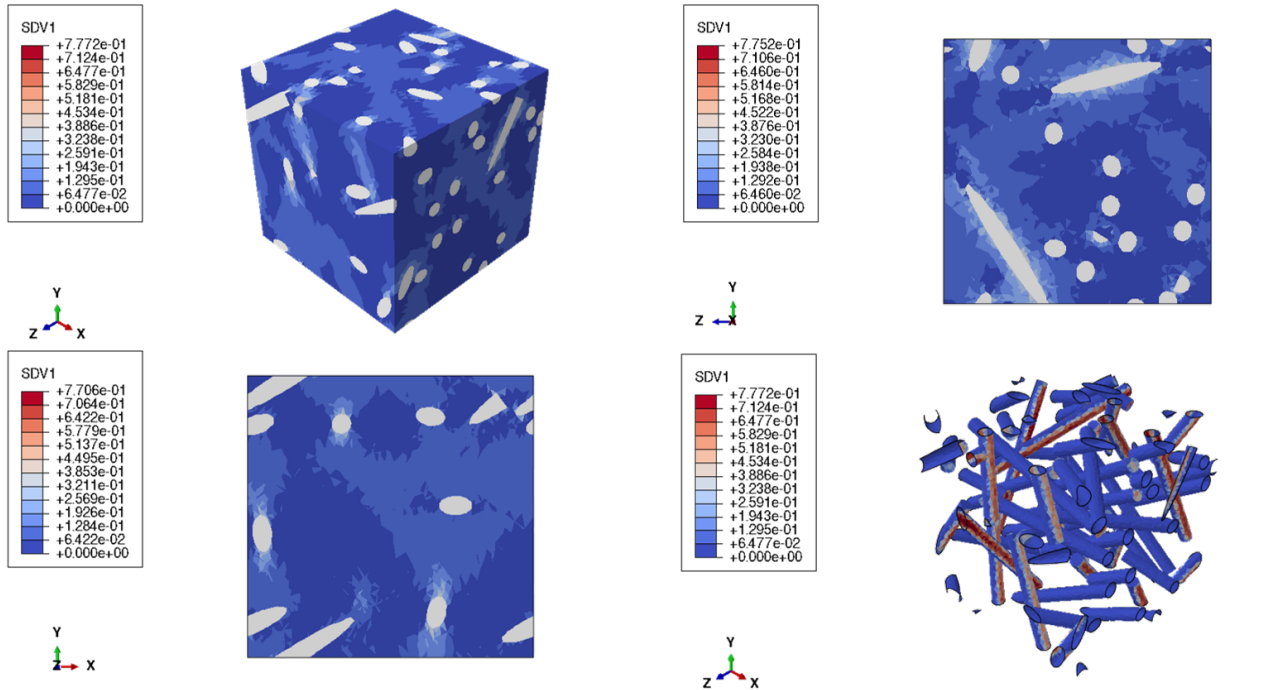


FIGURE 3.7 – Maillage EF typique utilisé pour les simulations

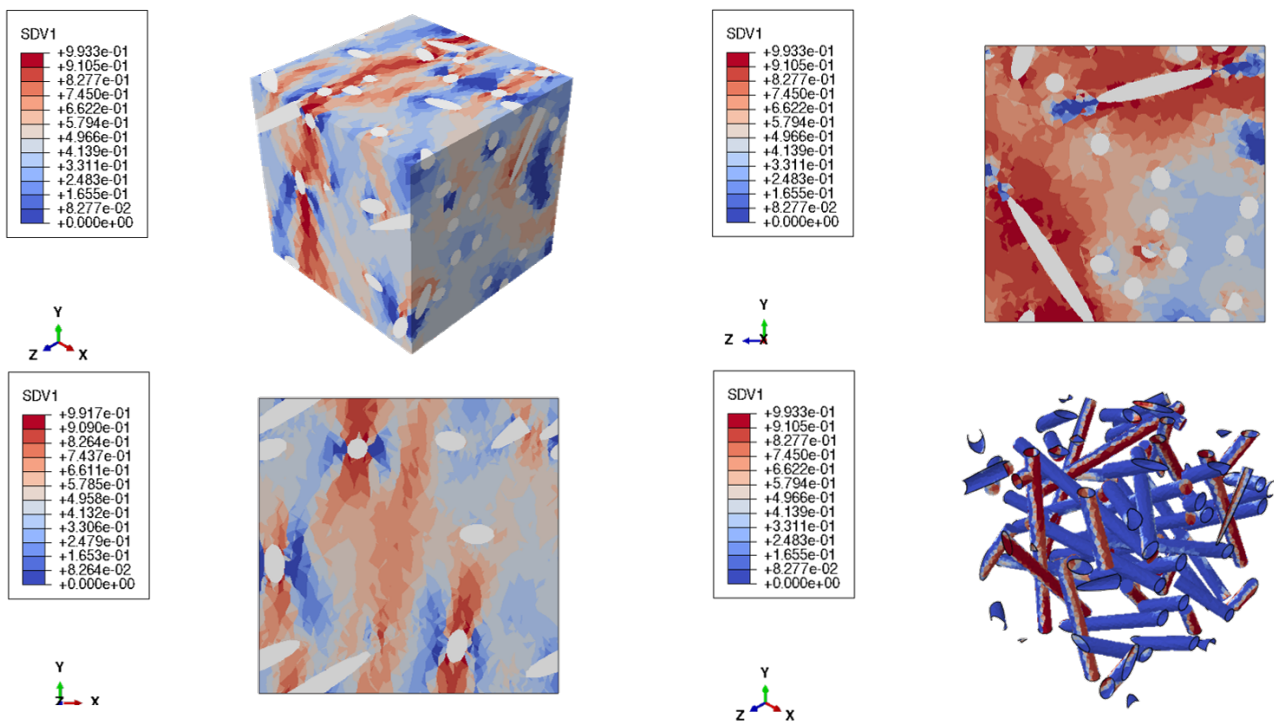
3.2.2 Analyse numérique du scénario d'endommagement

Avant d'entreprendre une campagne de simulations de sensibilité de l'endommagement des CMC-FC aux paramètres matériau et procédé, il est capital de comprendre avec précision le scénario d'endommagement de ces matériaux afin de proposer des suggestions d'axes d'étude pour envisager une optimisation de cet endommagement. Nous nous sommes gardés d'effectuer cette étude uniquement à partir d'observations expérimentales car les matériaux à notre disposition n'étaient pas suffisamment adaptés à une telle analyse. En revanche, la robustesse du modèle numérique d'endommagement permet d'utiliser l'outil numérique pour examiner l'endommagement de VESR et conclure sur le scénario d'endommagement des CMC-FC réels dans diverses situations. Les figures 3.8a à 3.8c montrent un cas-type d'endommagement d'un VESR au cours du chargement, obtenu lors de la déformation uniaxiale unitaire selon l'axe x d'un VESR virtuel constitué d'une matrice type M1, de 15% de fibres HNS et d'une interphase type BN (plus précisément,

les propriétés matériau appliquées ici sont les mêmes que celles présentées dans le tableau 2.1), selon une vue 3D, un plan de coupe normal au plan de fissuration principale, un autre dans le plan de fissuration principale, puis une vue 3D des éléments d'interface seuls.

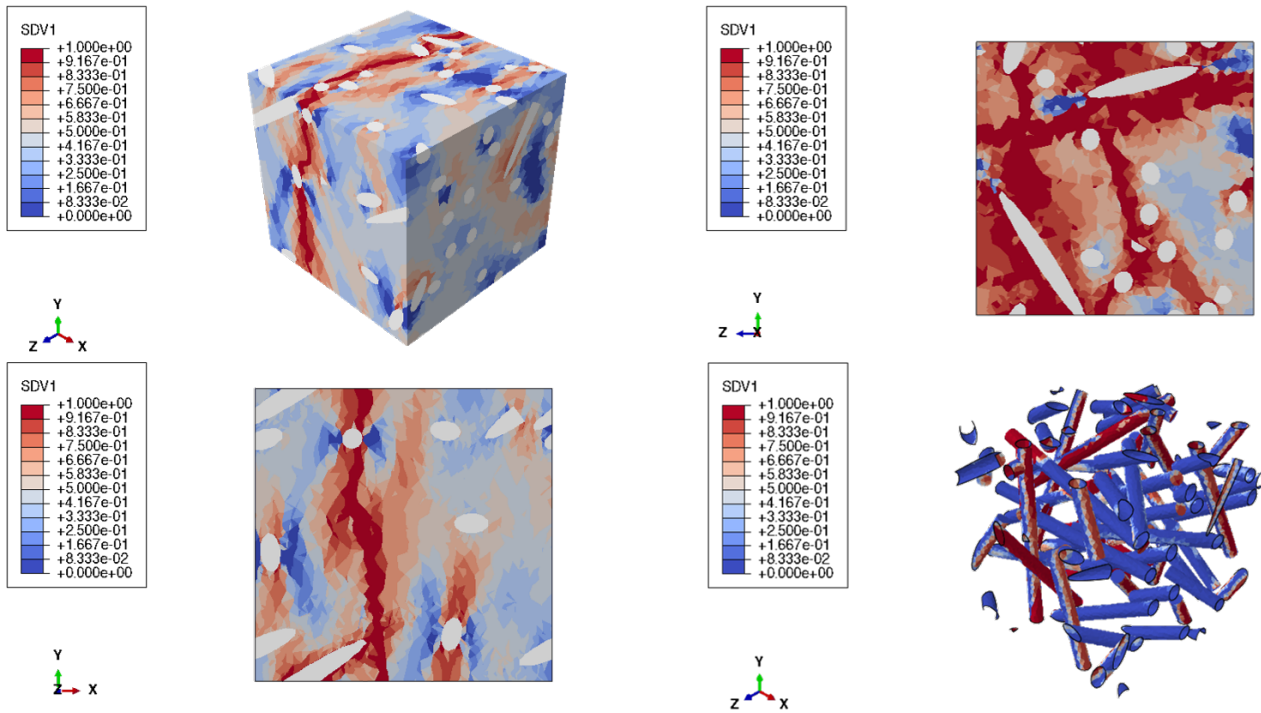


(A) Apparition des premiers endommagements



(B) Propagation de l'endommagement dans le VESR

FIGURE 3.8 – Evolution de l'endommagement d'un VESR au cours du chargement



(C) Rupture du VESR

FIGURE 3.8 – Evolution de l’endommagement d’un VESR au cours du chargement (suite)

L’endommagement est initié en bout de fibres, puis se propage dans la matrice jusqu’à rencontrer une autre fibre. La fissure est alors déviée à l’interface fibre-matrice. Une fois la fibre décohérée, la propagation de l’endommagement matriciel reprend. Ce scénario se répète jusqu’à la rupture totale du VESR (figure 3.8), ou jusqu’à ce que l’énergie de fissuration totale ait été entièrement dissipée aux interphases dans le cas d’un CMC-FC optimal. Un schéma récapitulatif en 2D de ce scénario d’endommagement des CMC-FC est représenté en figure 3.9. Par souci de clarté, une seule fissure y est représentée. Toutefois, nous verrons dans la suite de ce manuscrit que le scénario décrit ici correspond à un cas idéal, et dépend de la morphologie du matériau (géométrie des renforts, hétérogénéités, ...) et des propriétés interfaciales.

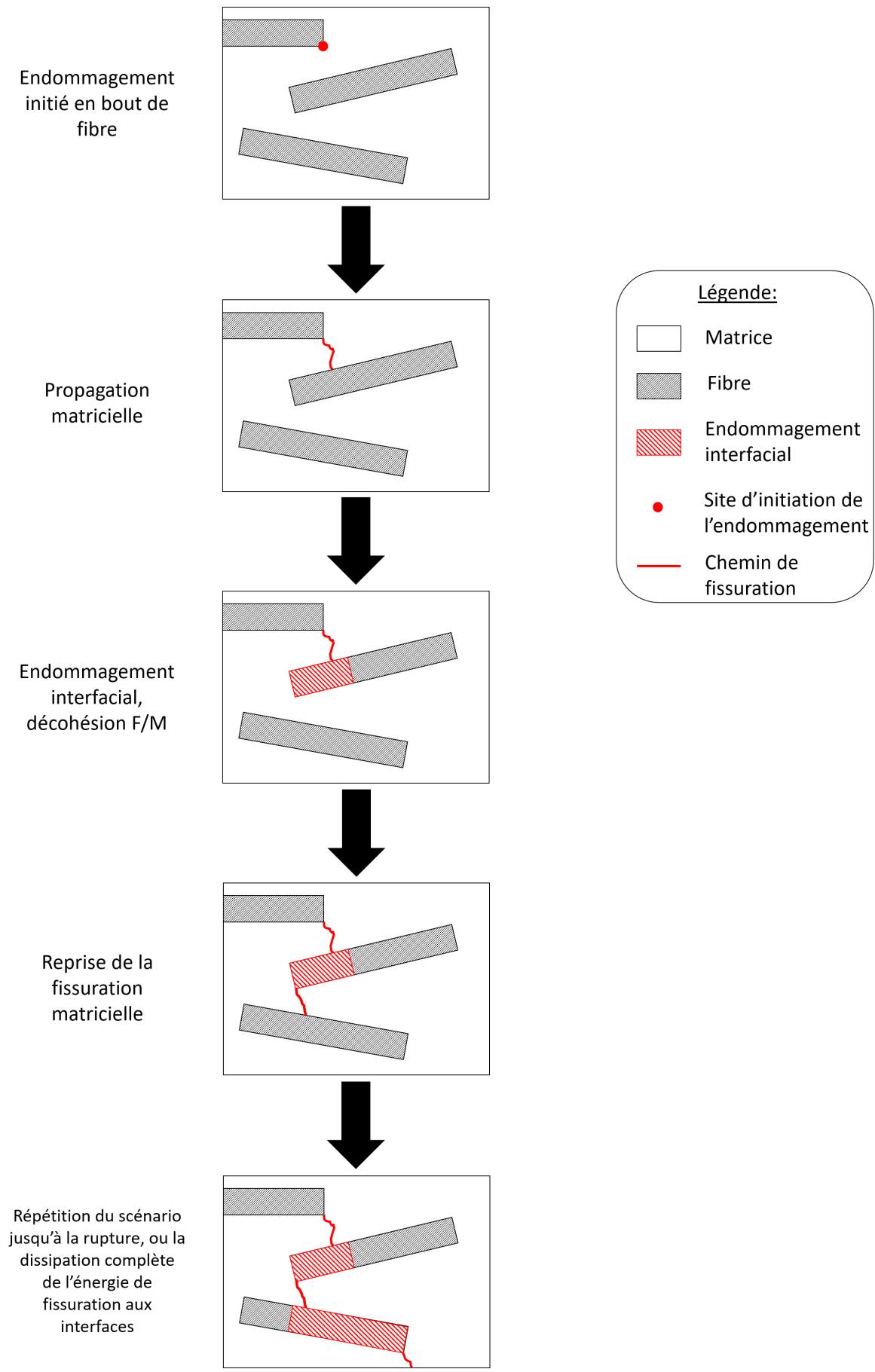
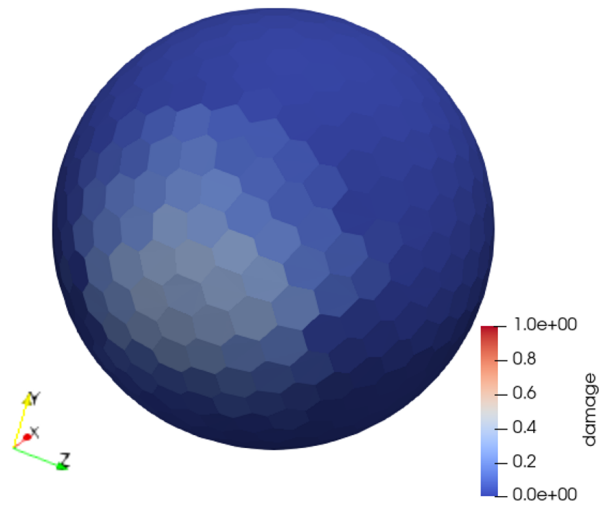


FIGURE 3.9 – Schéma récapitulatif du scénario d'endommagement des CMC-FC dans un cas idéal

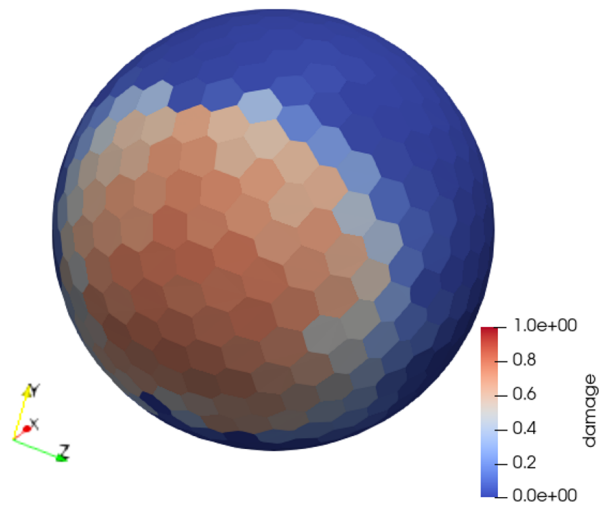
3.2.3 Mise en place des études de sensibilité dans le domaine endommageable

D'après l'étude numérique du scénario d'endommagement, les fibres courtes joueraient alors le double rôle de renfort et de défaut, ce qui représente ainsi une particularité des CMC-FC et une difficulté supplémentaire dans le dimensionnement de ces matériaux. En effet, il faut s'assurer que le caractère défragilisant des fibres courtes surpasse leur propension à concentrer les contraintes et à initier l'endommagement. On peut par exemple envisager de réduire le nombre de bouts de fibres en faisant varier le taux volumique de fibres et le facteur de forme des renforts discontinus. On peut toutefois déjà voir apparaître un possible compromis ici, dans le sens où la réduction du nombre de défauts est clairement nécessaire pour une ténacité suffisante des CMC-FC, mais qu'il faut aussi une quantité suffisante de fibres et donc d'interphase pour défragiliser la matrice.

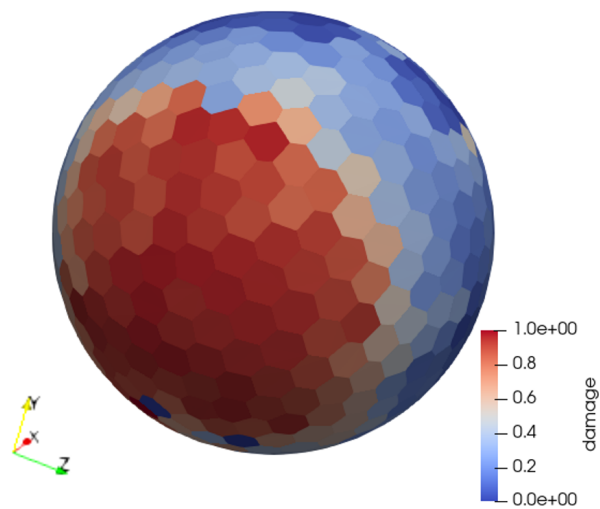
Le scénario d'endommagement numérique montre également que l'orientation des fibres par rapport au chargement appliqué aurait un effet sur l'endommagement, alors que ce paramètre paraissait peu important dans le domaine élastique linéaire. La figure 3.10 représente l'évolution au cours de la sollicitation de la variable d'endommagement D des éléments d'interface en fonction de l'angle entre leur normale et la direction du chargement. On remarque alors que les éléments d'interface dont la normale est colinéaire à la direction de chargement s'endommagent en premier, tandis que les éléments dont la normale est orthogonale à la direction de chargement sont peu sollicités. Cette analyse confirme que l'étude des effets de l'orientation sur l'endommagement est pertinente dans le cas des CMC-FC, malgré le faible impact de ce paramètre sur les propriétés élastiques.



(A)



(B)



(C)

FIGURE 3.10 – Evolution au cours de la sollicitation de l'endommagement moyen des éléments d'interface en fonction de l'orientation de leur normale par rapport à la direction de chargement (x)

Cette analyse numérique de l'endommagement interfacial fait également remonter une autre problématique majeure, à savoir l'adaptation des propriétés interfaciales. La figure 3.11 compare l'endommagement et les faciès de rupture numériques d'un même VESR soumis au même chargement, avec puis sans interphase. Les propriétés mécaniques des constituants utilisées pour ces calculs sont rappelées dans le tableau 3.4, le coefficient de Poisson des constituants ν valant 0,2, et la contrainte à rupture ayant dans ce cas été déterminée pour les VESR à partir des moyennes des distributions de diamètres et longueurs de fibres données en section 1.2.2 et rappelées ici : $d_{moy} = 16.66 \mu\text{m}$, $l_{moy} = 152.20 \mu\text{m}$. Notons par ailleurs que les propriétés interfaciales indiquées ont été appliquées dans le cas de la simulation avec interphase. Cette dernière n'a pas été modélisée pour la simulation sans interphase.

Propriété	Valeur
E_m (GPa)	359
σ_m (MPa)	200
K_{Ic_m} (MPa m ^{0.5})	2,42
E_f (GPa)	420
σ_f (GPa)	9,41
K_{Ic_f} (MPa m ^{0.5})	1,74
σ_{0_i} (MPa)	107
$G_{c_{interf}}$ (J/m ²)	5,87
μ_f	0,3

TABLE 3.4 – Propriétés du matériau virtuel test

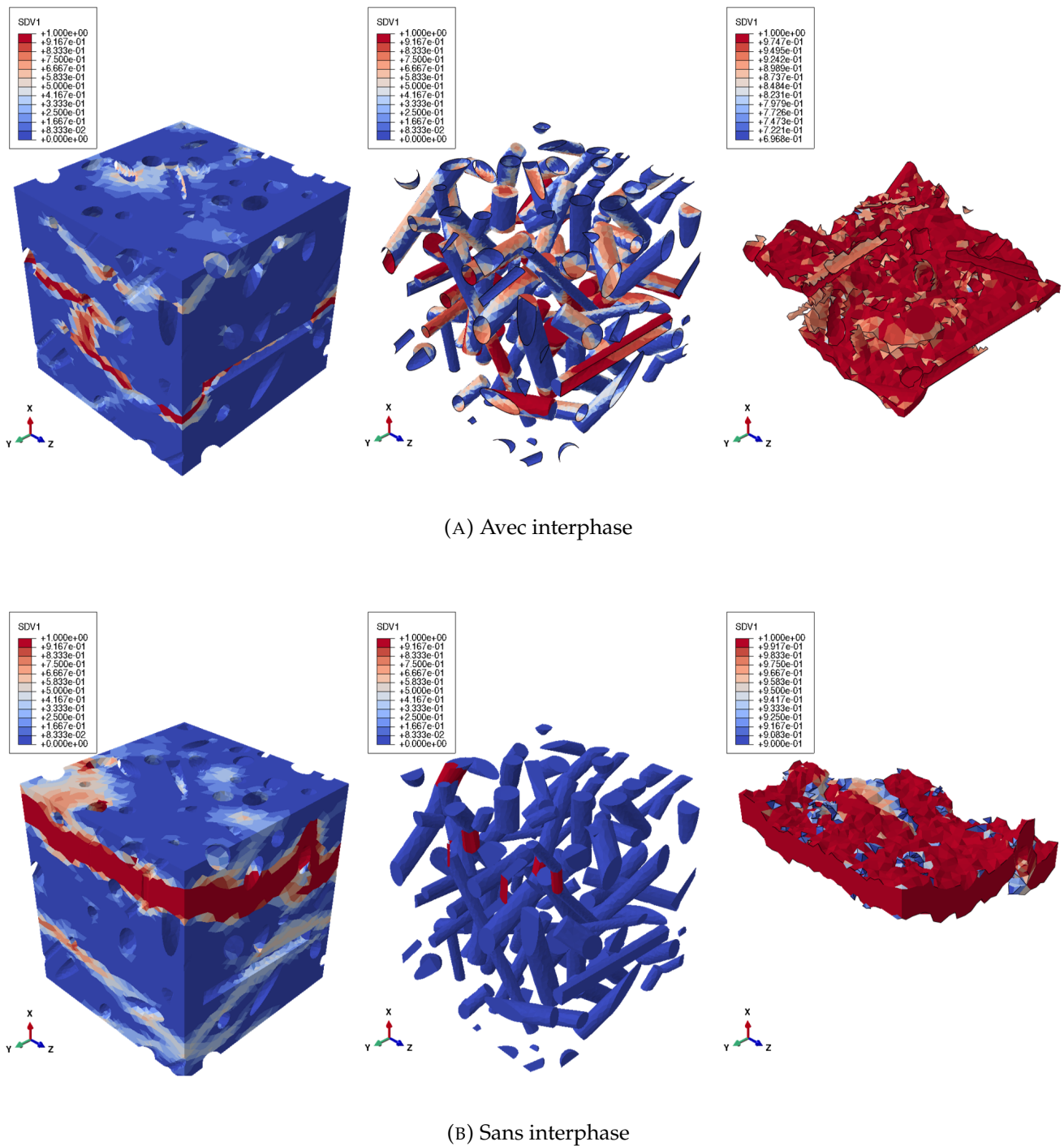


FIGURE 3.11 – Comparaison de l’endommagement d’un VESR avec et sans interphase. Gauche : endommagement matriciel. Centre : endommagement interfacial. Droite : faciès de rupture.

On observe, alors que l’endommagement part dans les deux cas des extrémités des fibres comme décrit dans la section précédente, que le scénario d’endommagement est bien différent dans le cas d’un VESR sans interphase : une fois arrivées au niveau d’une fibre, les fissures matricielles ne sont en aucun cas déviées, mais

les fibres sont rompues, si bien que le matériau CMC-FC, multiphasé par définition, devient équivalent à une céramique monolithique en présentant une rupture catastrophique fragile, comme le montre le faciès de rupture numérique en figure 3.11b. En outre, la présence seule d'une interphase ne suffit pas à assurer la défragilisation optimale d'un CMC-FC, puisque dans le cas de propriétés interfaciales insuffisantes, les simulations numériques montrent que l'interphase s'endommage avant la matrice. Cet endommagement interfacial prématuré est défavorable à la dissipation suffisante de l'énergie de fissuration matricielle aux interphases qui ne peuvent donc pas remplir correctement leur rôle de fusible mécanique.

Par ailleurs, pour assurer la bonne dissipation de l'énergie de fissuration matricielle, la maximisation de la surface « active » d'interphase semble essentielle, tout comme la probabilité qu'une fissure matricielle rencontre une fibre sur son chemin de propagation. Cette optimisation passe notamment par la maximisation de la surface spécifique d'interphase, donc du facteur de forme et du nombre de fibres présentes dans le volume, et de l'homogénéité du matériau dans le cas de la probabilité de trouver une fibre dans le chemin de fissuration. On voit encore ici apparaître le paradoxe des CMC-FC quant au double rôle défaut/renfort des fibres. Une étude combinée des effets de la géométrie des fibres, de la densité de fibres (gérée ici à travers le facteur de forme du minicomposite), et de l'interphase sur l'endommagement, à taux volumique de fibres constant est alors envisagée dans le but de mieux appréhender ce paradoxe. Pour ce faire, la génération de cellules virtuelles à facteur de forme de fibres élevé est nécessaire. Les VESR générés par RSA n'étant pas adaptés, nous générons un ensemble de minicomposites virtuels unitaires, unidirectionnels et périodiques, tels que schématisés par la figure 3.12, soumis à une déformation uniaxiale longitudinale. Ces minicomposites ne sont certes pas statistiquement représentatifs du matériau réel, mais sont un support plus adaptés à l'étude numérique de l'impact de facteurs de forme élevés. Les propriétés matériau utilisées pour ces simulations sont celles indiquées dans le tableau 3.4, en adaptant la valeur de σ_f en fonction de la géométrie des fibres pour chaque minicomposite.

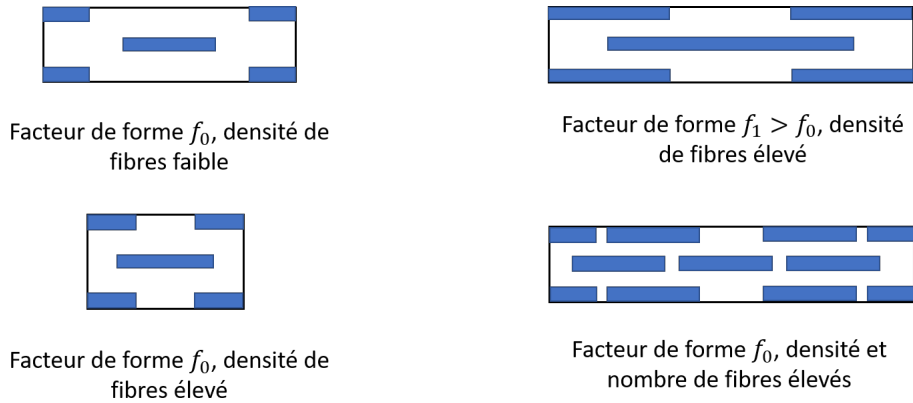
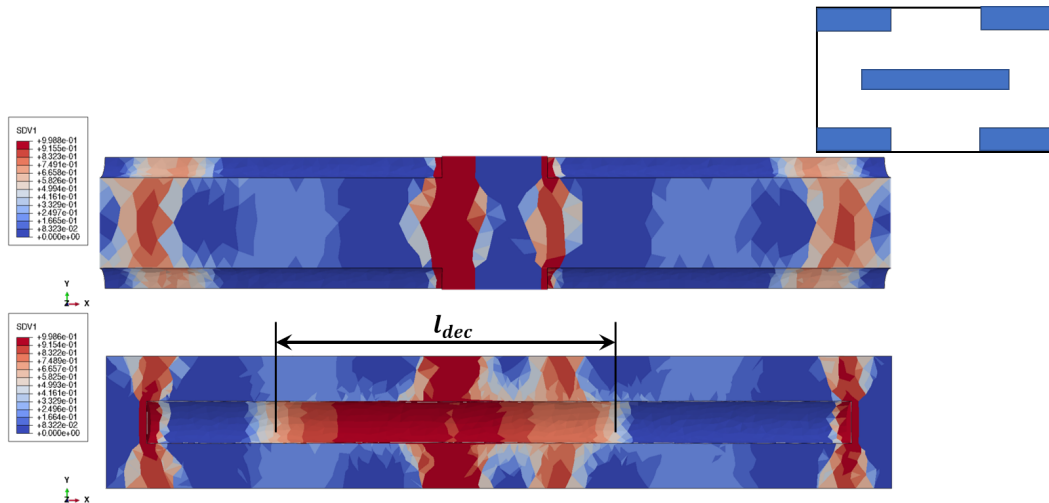
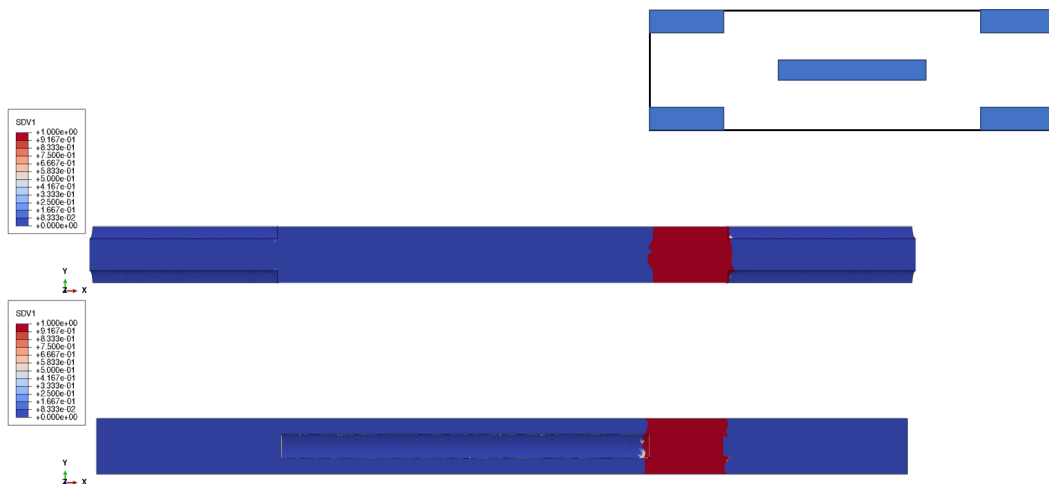


FIGURE 3.12 – Schéma des cellules virtuelles unitaires générées pour l'étude combinée

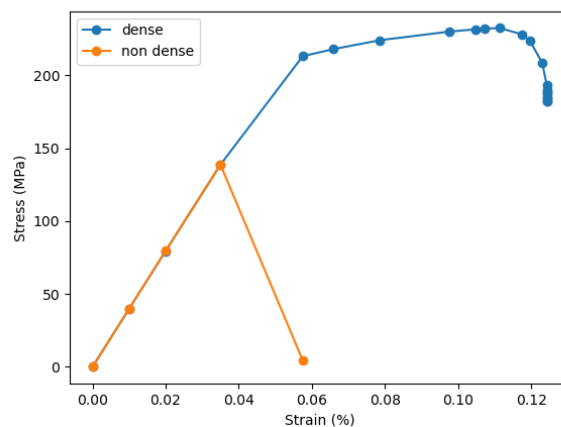
Nous proposons ici une première analyse des scénarii d'endommagement de ces minicomposites virtuels dans le cas où les propriétés interfaciales sont identiques pour toutes les cellules unitaires. L'étude détaillée des effets des propriétés d'interphases combinés au facteur de forme des fibres, pour une densité de fibres élevée uniquement sera explicitée en section 3.3, le cas inverse de cellules à faible densité (c'est-à-dire où la probabilité qu'une fissure rencontre une fibre est faible) n'étant dans ce cas pas pertinent. Les figures 3.13 à 3.15 représentent la valeur de la variable d'endommagement D des éléments matriciels et interfaciaux au moment de la rupture. De plus, afin de faciliter la visualisation des différentes phases du matériau, un schéma du minicomposite est représenté pour chaque cas considéré (cf figure 3.12).



(A) Cartographie des variables d'endommagement matriciel et interfacial pour un mini-composite tel que $f = 15$, pour une densité de fibres élevée. En haut, seule la matrice est représentée. Sur la coupe du bas, les fibres sont retirées permettant de voir l'endommagement de l'interface et d'estimer une longueur de décohésion $l_{dec} \approx 80 \mu\text{m}$

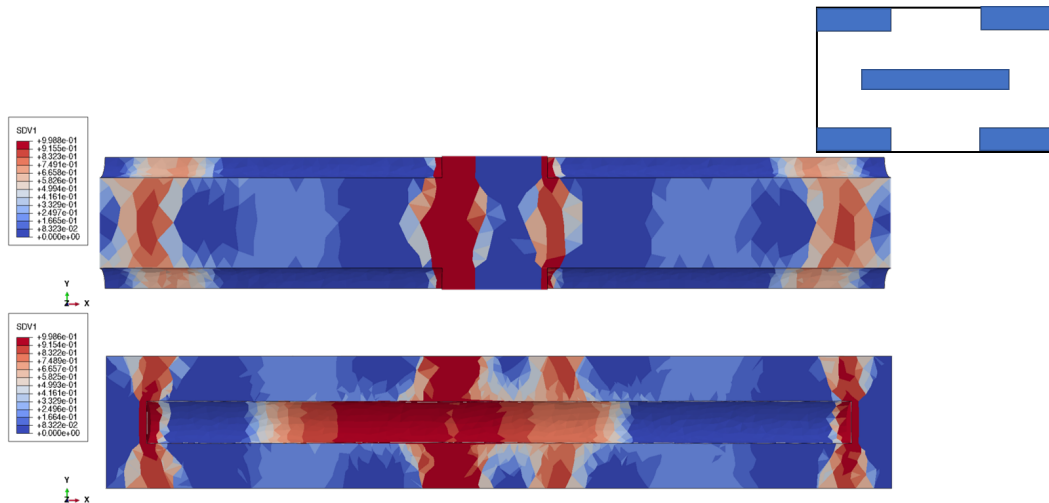


(B) Cartographie des variables d'endommagement matriciel et interfacial pour un mini-composite tel que $f = 15$, pour une densité de fibres faible

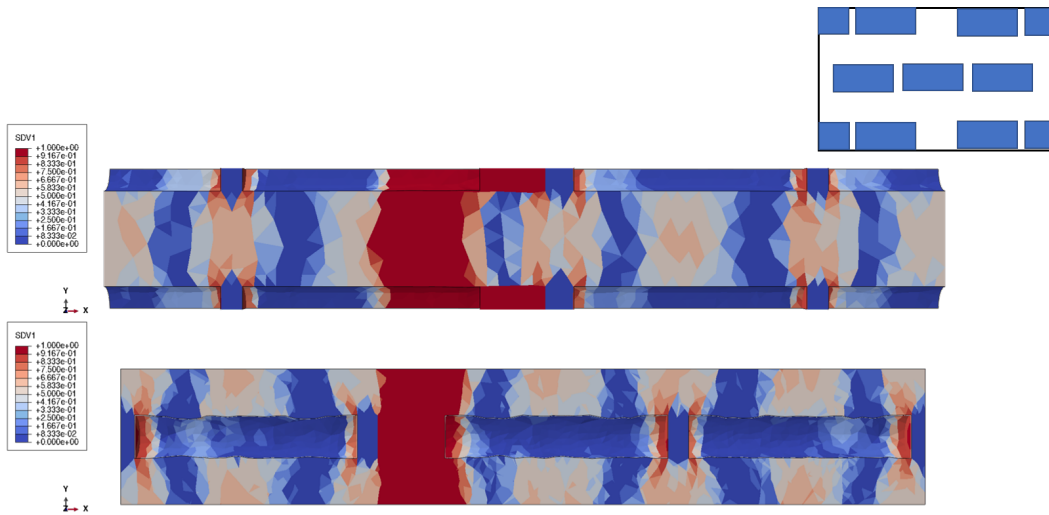


(C) Comparaison des courbes de contrainte/déformation entre deux minicomposites dense et non dense en fibres

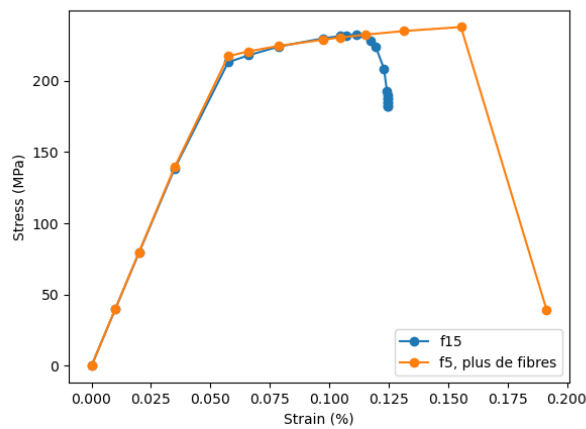
FIGURE 3.13 – Comparaison de l'effet de la densité de fibres sur l'endommagement d'un minicomposite virtuel



(A) Cartographie des variables d'endommagement matriciel et interfacial pour un mini-composite tel que $f = 15$, pour une densité de fibres élevée. $l_{dec} \approx 80 \mu\text{m}$

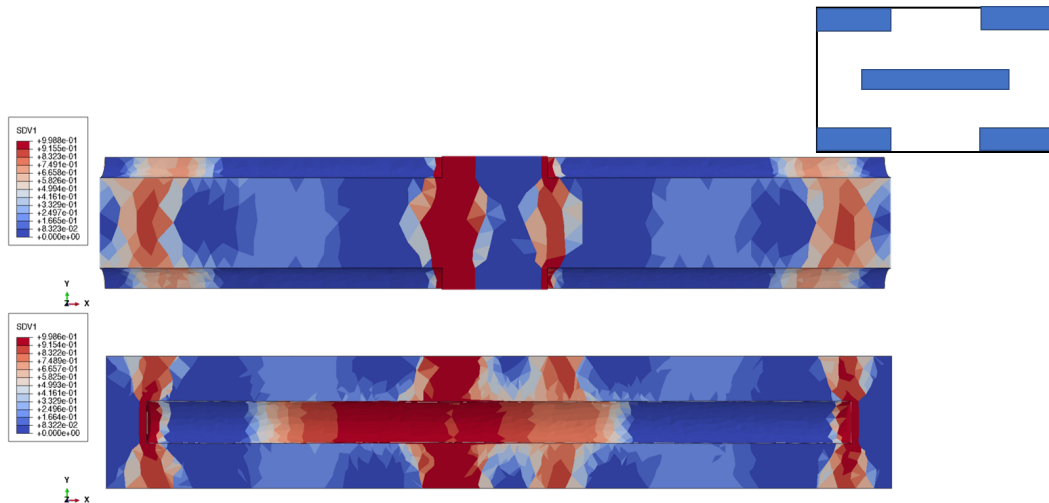


(B) Cartographie des variables d'endommagement matriciel et interfacial pour un mini-composite tel que $f = 5$, pour une densité et un nombre de fibres élevés. $l_{dec} \approx 35 \mu\text{m}$

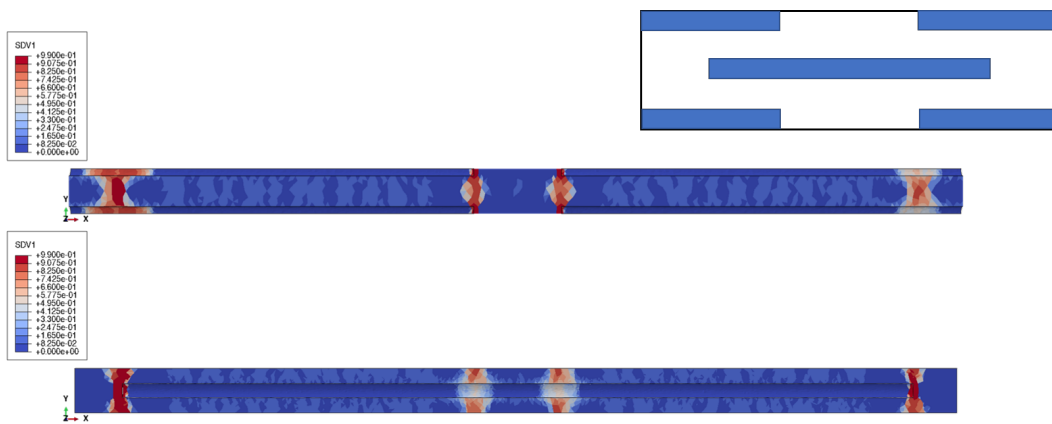


(C) Comparaison des courbes de contrainte/déformation entre un minicomposite tel que $f = 15$ et un minicomposite contenant plus de fibres et tel que $f = 5$

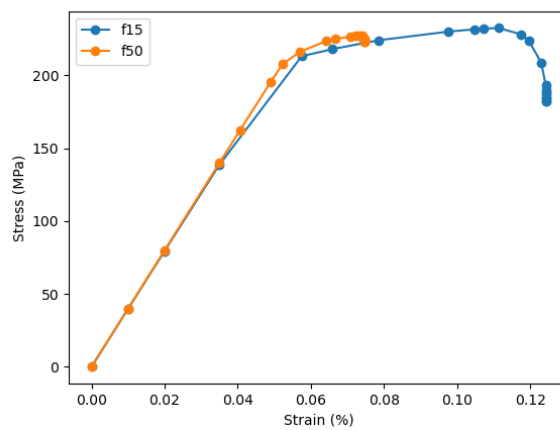
FIGURE 3.14 – Comparaison de l'effet du nombre de fibres sur l'endommagement d'un minicomposite virtuel



(A) Cartographie des variables d'endommagement matriciel et interfacial pour un mini-composite tel que $f = 15$, pour une densité de fibres élevée. $l_{dec} \approx 80 \mu\text{m}$



(B) Cartographie des variables d'endommagement matriciel et interfacial pour un mini-composite tel que $f = 50$, pour une densité de fibres élevée. $l_{dec} \approx 50 \mu\text{m}$



(C) Comparaison des courbes de contrainte/déformation entre deux minicomposites à densité de fibres élevées mais deux facteurs de forme différents (nombre de fibres identique)

FIGURE 3.15 – Comparaison de l'effet du facteur de forme sur l'endommagement d'un minicomposite virtuel

Tout d'abord, la figure 3.13 met en évidence l'importance de la probabilité qu'une fissure matricielle trouve une fibre dans son chemin de propagation : contrairement à la cellule de la figure 3.13a, la fissure principale du minicomposite virtuel, partie d'une extrémité de fibre, n'a pas rencontré de fibre dans son parcours, donc aucune dissipation d'énergie n'a pu avoir lieu. La fissure étant alors purement matricielle, ce minicomposite présente une rupture fragile catastrophique, comme l'indique également la courbe de réponse tracée en figure 3.13c.

Ensuite, le raisonnement derrière la comparaison donnée en figure 3.14 est le suivant : nous avons vu qu'augmenter le nombre de fibres dans un volume fixé augmente à la fois le nombre d'extrémités de fibres initiateurs de l'endommagement, la surface d'interphase disponible pour dissiper l'énergie de fissuration matricielle, et la probabilité que cette fissure rencontre une fibre sur son chemin ; nous avons donc pris un même minicomposite mais avons dans un cas « sectionné » les fibres en trois portions identiques de fibres (figure 3.14b), dans le but de faire varier le nombre de fibres sans en faire varier le volume total. On obtient alors bien plus de sites de départ d'endommagement en figure 3.14b qu'en figure 3.14a, mais l'énergie de la fissuration principale a pu être dissipée au niveau de plus de fibres, donc d'une plus grande surface d'interphase, ce qui se traduit par une petite amélioration de l'endommageabilité du minicomposite, comme le montre la figure 3.14c où l'on relève une légère augmentation de l'allongement et de la contrainte à rupture.

En parallèle, nous avons également comparé les réponses de deux minicomposites présentant la même densité de fibres, les mêmes nombre et taux volumique de fibres, et les mêmes propriétés des constituants, mais un facteur de forme différent (figure 3.15). Il apparaît alors que, même si la surface spécifique d'interphase est bien supérieure, cette dernière n'est pas utilisée de façon optimale si les propriétés d'interphase ne sont pas adaptées. Il semblerait alors qu'à propriétés interfaciales fixées, un facteur de forme plus faible serait plus avantageux, ce que suggèrent les courbes de réponse de la figure 3.15c. Ce phénomène peut sembler contre-intuitif, mais une piste d'explication pourrait se trouver d'un point de vue énergétique. En effet, une fissure interfaciale se propage en mode mixte avec une mixité modale qui augmente : l'énergie de fissuration augmente avec la mixité, ce qui peut être la raison de la bifurcation dans la matrice. [Poi07] a montré, dans le cas d'un minicomposite unidirectionnel à fibres longues, que la ténacité interfaciale maximale nécessaire à la décohésion dépend des propriétés matricielles et interfaciales, notamment du rapport des modules élastiques et du rapport des taux de restitution d'énergie adimensionnés. [Cha11] indique, toujours dans le cas de minicomposites unidirectionnels à fibres longues, que la longueur caractéristique de décohésion l_f dépend de la contrainte maximale de cisaillement τ de l'interphase, la contrainte maximale σ_f de la fibre ainsi que son rayon r_f tel que $l_f = r_f \sigma_f / 2\tau$. [KFP21] fait également mention d'un facteur de forme critique de la fibre permettant de maximiser la reprise du chargement par cette dernière que l'on peut exprimer comme suit : $f_{critique} = \sigma_f / 2\tau$, cette fois dans le cadre de CMC à fibres courtes. On peut également mentionner l'effet Poisson qui, dans le cas d'une cellule UD avec chargement longitudinal, a tendance à refermer les fissures se propageant le long de l'interphase. Des recherches supplémentaires sur ce sujet sont cependant nécessaires afin d'extrapoler ces résultats au cas des fibres courtes, le manque de temps n'ayant pas permis de s'y pencher avec attention durant cette thèse. On peut néanmoins s'assurer que

le facteur de forme des fibres soit au moins égal à $f_{critique}$ pour des propriétés d'interphase données. Cela permet de fixer une longueur minimale de fibre courte pour espérer exploiter au mieux le matériau d'interphase choisi.

Enfin, nous souhaitons également identifier l'effet des propriétés matricielles sur la réponse à l'endommagement. Une étude préliminaire est alors réalisée avant l'étude paramétrique détaillée de la section suivante, notamment dans le but d'analyser la réponse en flexion des échantillons du Lot 3. Pour simuler une matrice initialement endommagée, nous avons diminué ses propriétés élastiques initiales ($E_m = 150$ GPa) et comparé les résultats à ceux d'un VESR à matrice « saine », avec et sans interphase, pour confronter leur influence sur l'endommagement de ces VESR. Les courbes de réponse sont rassemblées en figure 3.16. On trouve alors que le caractère endommageable est plus marqué dans le cas matrice endommagée avec interphase que dans le cas matrice saine avec interphase, ce qui suggère que les propriétés matricielles seraient un levier d'optimisation plus important que l'interphase. Cette simulation donne également une réponse aux questionnements soulevés par les essais de flexion et flexion entaillée sur le Lot 3, à savoir que les différences notables observées par rapport aux échantillons du Lot 2 sont principalement dues à l'endommagement diffus initial de la matrice.

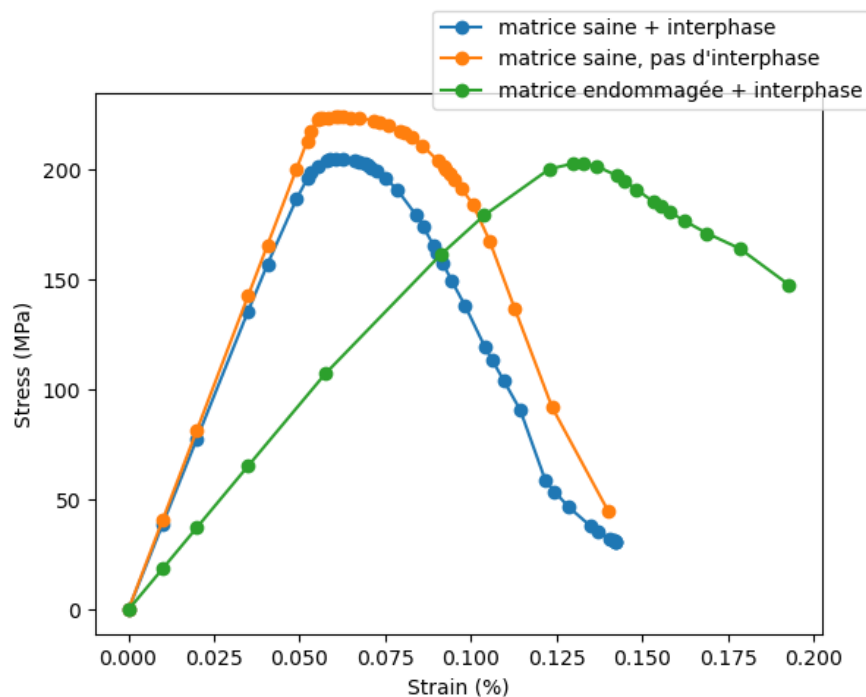


FIGURE 3.16 – Comparaison des effets de l'interphase et de l'endommagement initial de la matrice sur la réponse à l'endommagement d'un VESR soumis à une déformation uniaxiale

Ces études préliminaires ont ainsi permis de mettre en évidence plusieurs leviers d'optimisation qui pourraient jouer sur l'endommagement des CMC-FC, certains liés à la morphologie du matériau, d'autres aux propriétés des constituants. Il apparaît clairement que des compromis seront à réaliser dans ces deux axes, notamment pour tenter de minimiser le rôle de défaut que peuvent jouer les renforts ou

pour pouvoir dissiper l'énergie de fissuration tout en s'assurant que les propriétés nécessaires pour les constituants soient réalistes et industrialisables.

3.3 Etudes de sensibilité : effets des paramètres morphologiques et matériau sur l'endommagement des CMC-FC

Grâce aux études préliminaires décrites précédemment, nous avons identifié les paramètres suivants pour les études de sensibilité :

- le taux volumique de fibres
- le facteur de forme des fibres
- l'orientation des fibres
- les propriétés matricielles
- les propriétés interfaciales

L'objectif est ici de mener des calculs dans une gamme de paramètres accessibles afin d'en identifier le gain sur le comportement du matériau. Les intervalles d'étude des taux volumiques et du facteur de forme dans le cas des VESR est limité (voir section 2.2.2), mais nous utiliserons également les minicomposites virtuels présentés en section 3.2.3 pour étudier en détail les effets d'une plus large gamme de facteurs de forme. Quant aux effets de l'orientation, nous considérerons, comme dans le cas de l'étude dans le domaine élastique linéaire, trois cas distincts : unidirectionnel, isotrope transverse (avec une distribution d'orientation telle que mesurée expérimentalement par analyse de tomographie), et isotrope. Dans le cas unidirectionnel, nous envisagerons plusieurs cas de chargement : l'un dans la direction des fibres, l'autre dans la direction transverse. Il en est de même pour les VESR isotropes transverses, où l'on comparera un chargement dans le plan d'isotropie transverse à un chargement selon l'axe d'isotropie. Ces VESR dédiés à l'étude paramétrique de l'endommagement sont par ailleurs basés sur un matériau virtuel « zéro » constitué d'une matrice type M1, de fibres HNS et d'une interphase type BN (tableau 3.4). Enfin, les intervalles d'étude des propriétés des constituants tiendront compte des propriétés de matériaux typiquement utilisés dans la fabrication des CMC, avec toutefois quelques valeurs plus exploratoires.

Les grandeurs que nous analyserons lors des études de sensibilité doivent d'une part être facilement extraites des résultats de simulations de façon automatisée, d'autre part permettre de proposer une mesure du caractère endommageable du VESR, et ce peu importe l'allure de la courbe de réponse, fortement variable. De plus, nous n'étudierons que la partie de la courbe située avant le point de contrainte maximale car des erreurs de calcul peuvent altérer la fin de courbe, dues notamment aux tentatives du logiciel de calculs éléments finis de continuer à rompre des éléments malgré la ruine du VESR, ce qui l'empêche de converger. La contrainte maximale σ_{max} et la déformation à la contrainte maximale ϵ_{max} , que nous assimilerons ici à une déformation à rupture, semblent alors représenter deux candidats triviaux pour les grandeurs d'intérêt, mais ne permettent pas à eux seuls de quantifier une éventuelle perte de rigidité caractéristique d'un comportement quasi-fragile

de CMC. Un descripteur classique de cette perte de rigidité serait la limite d'élasticité à 0,2%, mais est difficile à appliquer ici, d'une part car la déformation à rupture des VESR étudiés est bien trop faible, d'autre part parce que son calcul n'est pas aisément automatisable, même en adaptant le seuil de la limite d'élasticité. Il a donc fallu créer de nouveaux descripteurs, dont un schéma explicatif est représenté en figure 3.17. Pour mesurer la partie de la courbe correspondant à la perte de rigidité, nous déterminons d'abord l'incrément de calcul à partir duquel apparaissent les premiers endommagements, noté D sur le schéma ci-dessous, qui correspond ici au moment où le VESR subit une perte de rigidité supérieure à 1% de sa rigidité initiale. Ce point permet ensuite de calculer les écarts relatifs de déformation $\Delta\epsilon/\epsilon_{max}$ et de contrainte $\Delta\sigma/\sigma_{max}$ entre l'apparition de l'endommagement et la rupture. Ces descripteurs sont nuls si le VESR rompt de manière fragile, et permettent de donner une estimation de la perte de rigidité subie par le matériau virtuel, tout en étant adaptés à l'étude de réponses d'allures variées. Cependant, ces grandeurs ne sont pas à prendre de façon absolue, et servent principalement à une optique de comparaison.

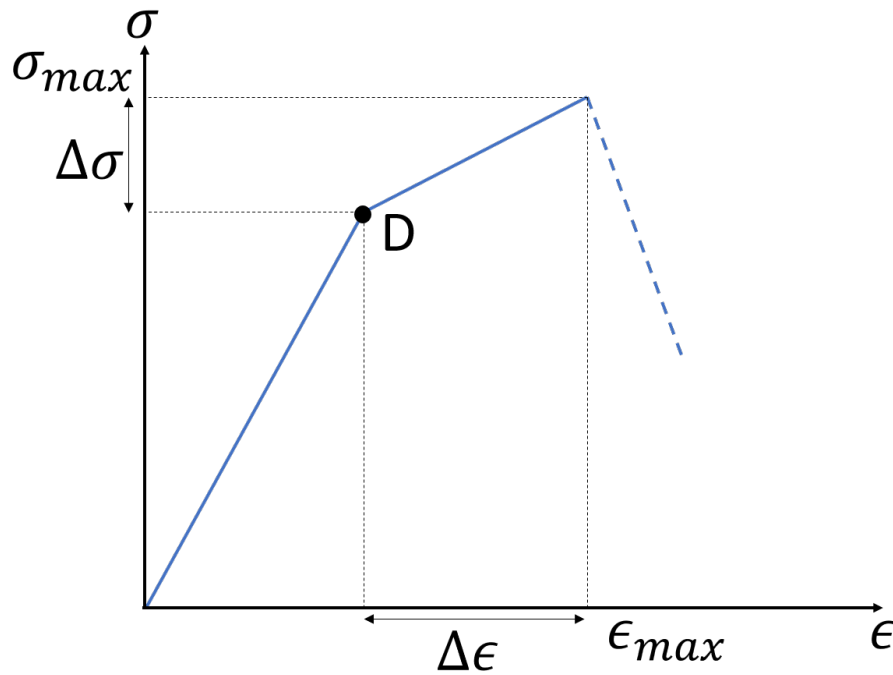


FIGURE 3.17 – Descripteurs de la perte de rigidité

3.3.1 Sensibilité de l'endommagement des CMC-FC aux paramètres morphologiques

Dans cette sous-partie, nous présenterons les résultats d'études de sensibilité de l'endommagement des CMC-FC aux paramètres morphologiques sélectionnés à la section précédente : le taux volumique de fibres, le facteur de forme et l'orientation préférentielle des fibres.

3.3.1.1 Sensibilité au taux volumique de fibres

Dans un premier temps, il paraît intuitif que l'ajout de renforts devrait permettre d'obtenir un matériau plus performant, ce que nous avons notamment pu voir dans le domaine élastique, or nous avons déjà mis en évidence le double rôle des fibres courtes qui sont à la fois des défauts et des renforts. Cette étude de sensibilité au taux volumique de fibres est réalisée dans les limites imposées par l'algorithme RSA, sur une dizaine de VESR pour chaque valeur du taux volumique de renforts considérée pour en déterminer une moyenne statistique. Sur ces calculs, seul le taux volumique de fibres varie, tous les autres paramètres mentionnés au début de la section 3.3 sont fixés. Les propriétés matériau utilisées pour cette étude sont celles présentées dans le tableau 3.4. La figure 3.18 ci-dessous montre les courbes de réponse obtenues, et le tableau 3.5 en résume les principaux résultats, soit les valeurs des grandeurs d'intérêt choisies. A première vue, l'ajout de renforts ne change que très peu la contrainte maximale et la déformation à contrainte maximale. En revanche, il semblerait qu'il y ait une transition au niveau de la perte de rigidité mesurée par les écarts de contrainte et de déformation entre 5% et 10% de renforts, sans pour autant qu'il y ait de différence significative au-delà de 10%. Il se pourrait ainsi qu'il ne soit ni nécessaire ni avantageux d'avoir un taux de renforts plus élevé puisque l'apport sur la tenue à l'endommagement serait minime voire négligeable, mais il faudrait pouvoir générer des cellules aux taux plus élevés pour confirmer cette hypothèse.

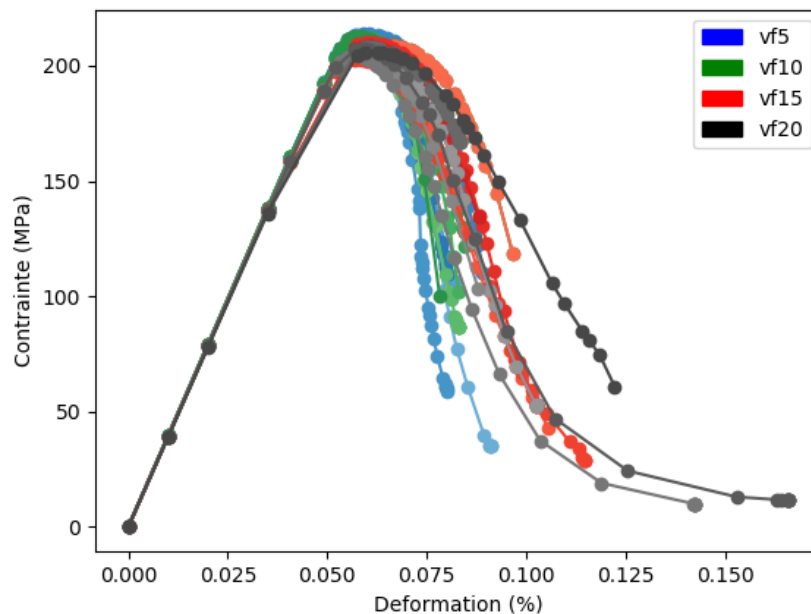


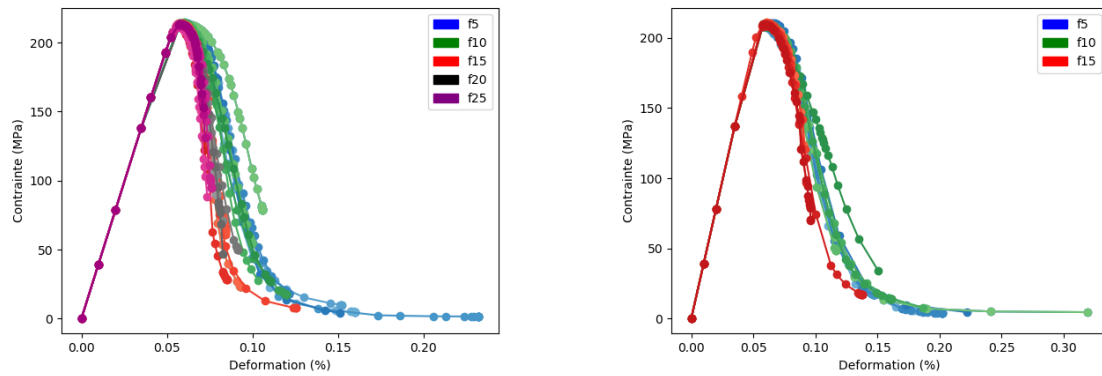
FIGURE 3.18 – Sensibilité au taux volumique de fibres de la réponse à l'endommagement de VESR soumis à une déformation uniaxiale

v_f (%)	5	10	15	20
σ_{max} (MPa)	211 ± 9	207 ± 2	205 ± 2	201 ± 2
ϵ_{max} (%)	$0,058 \pm 0,001$	$0,060 \pm 0,002$	$0,061 \pm 0,002$	$0,062 \pm 0,002$
$\Delta\sigma/\sigma_{max}$ (%)	$9,2 \pm 0,3$	$26,4 \pm 5,2$	$31,4 \pm 4,5$	$29,6 \pm 5,3$
$\Delta\epsilon/\epsilon_{max}$ (%)	$15,3 \pm 0,8$	$34,4 \pm 6,2$	$40,3 \pm 4,4$	$40,2 \pm 6,0$

TABLE 3.5 – Résumé des valeurs calculées des grandeurs d'intérêt choisies en fonction du taux volumique de fibres

3.3.1.2 Sensibilité au facteur de forme des fibres

L'analyse qui suit, portant sur la sensibilité de l'endommagement des CMC-FC au facteur de forme des fibres qui le composent, est ici menée sur des VESR, et non sur les cellules unitaires de la section 3.2.3, car nous avons voulu dans un premier temps réaliser cette étude sur un jumeau numérique du matériau réel pour pouvoir conclure sur les propriétés des CMC-FC réels en limitant les possibles biais introduits par le modèle unitaire. En revanche, cette décision a considérablement amoindri l'amplitude de l'intervalle d'étude, si bien que de faibles taux volumiques de fibres ont dû être considérés pour ne pas réduire l'intérêt de l'analyse. Toutefois, deux familles de VESR ont été étudiées, l'une présentant un taux volumique de fibres inférieur au seuil déterminé lors de l'étude de sensibilité aux taux volumiques ($v_f = 5\%$), l'autre présentant un taux volumique de fibres supérieur à ce seuil ($v_f = 10\%$) pour tenter d'identifier un éventuel effet du passage de ce seuil en combinaison avec une variabilité des facteurs de forme sur l'endommagement du matériau. Pour chaque simulation, seul le facteur de forme varie, tous les autres paramètres sont fixés, et les propriétés matériau sont ceux donnés dans le tableau 3.4. Les résultats de cette étude paramétrique sont représentés en figure 3.19, et résumés dans les tableaux 3.6. Pour les deux familles de VESR, on remarque que l'augmentation du facteur de forme n'a pas d'impact significatif sur l'endommagement. En effet, les contraintes maximales et déformations à contrainte maximale restent inchangées, la seule différence venant de la mesure de la partie de la courbe correspondant à la perte de rigidité, mais cette dernière semble plus impactée par le changement de taux volumique entre les deux familles de VESR considérées. Ces observations semblent suggérer que le taux volumique de fibres serait un facteur plus important à prendre en compte que le facteur de forme, mais d'une part nous avons vu précédemment qu'une fois un certain seuil passé, cette grandeur n'aurait qu'un effet moindre sur l'endommagement des CMC-FC, et d'autre part l'intervalle d'étude des facteurs de forme est restreint. Il faudrait pouvoir étudier l'effet de facteurs de forme bien plus élevés sur ces VESR pour en tirer des conclusions plus pertinentes sur le matériau réel.



(A) Sensibilité au facteur de forme des fibres, pour $v_f = 5\%$, de la réponse à l'endommagement de VESR soumis à une déformation uniaxiale

(B) Sensibilité au facteur de forme des fibres, pour $v_f = 10\%$, de la réponse à l'endommagement de VESR soumis à une déformation uniaxiale

FIGURE 3.19 – Comparaison des courbes contrainte-déformation issues de l'étude de sensibilité au facteur de forme des fibres de l'endommagement de VESR soumis à une déformation uniaxiale

f	5	10	15	20	25
σ_{max} (MPa)	$214 \pm 0,8$	$213 \pm 0,8$	$213 \pm 0,8$	$212 \pm 0,4$	$212 \pm 0,8$
ϵ_{max} (%)	$0,058 \pm 0,001$	$0,058 \pm 0,006$	$0,058 \pm 0,007$	$0,057 \pm 0,003$	$0,057 \pm 0,006$
$\Delta\sigma/\sigma_{max}$ (%)	$27,7 \pm 11,7$	$12,0 \pm 7,6$	$9,4 \pm 0,1$	$9,2 \pm 0,2$	$3,7 \pm 0,3$
$\Delta\epsilon/\epsilon_{max}$ (%)	$32,7 \pm 11,8$	$17,3 \pm 7,3$	$14,8 \pm 1,0$	$14,2 \pm 0,5$	$8,3 \pm 0,9$

(A) Résumé des valeurs calculées des grandeurs d'intérêt choisies en fonction du facteur de forme des fibres pour $v_f = 5\%$

f	5	10	15
σ_{max} (MPa)	$209 \pm 0,9$	$209 \pm 1,1$	$209 \pm 0,8$
ϵ_{max} (%)	$0,060 \pm 0,002$	$0,060 \pm 0,002$	$0,061 \pm 0,001$
$\Delta\sigma/\sigma_{max}$ (%)	$34,7 \pm 2,8$	$32,4 \pm 4,3$	$42,8 \pm 6,1$
$\Delta\epsilon/\epsilon_{max}$ (%)	$43,0 \pm 1,4$	$40,0 \pm 4,9$	$40,8 \pm 4,4$

(B) Résumé des valeurs calculées des grandeurs d'intérêt choisies en fonction du facteur de forme des fibres pour $v_f = 10\%$

TABLE 3.6 – Résumé des valeurs calculées des grandeurs d'intérêt choisies en fonction du facteur de forme des fibres autour du seuil de taux volumique identifié

3.3.1.3 Sensibilité à l'orientation préférentielle des fibres

Enfin, le dernier aspect de cette analyse paramétrique de la morphologie des CMC-FC consiste en l'étude des effets d'une orientation préférentielle des fibres sur l'endommagement du matériau. Dans cette étude, des VESR sont générés avec les propriétés morphologiques et matériau d'une composition type M3 (propriétés matériau du tableau 3.4, distributions morphologiques mesurées au Chapitre 1), mais

les cas d'orientation considérés sont les suivants : isotrope, isotrope transverse (tenseur d'orientation issu de l'analyse de tomographies) avec sollicitation selon l'axe puis dans le plan, et unidirectionnel avec sollicitation longitudinale puis transversale. On remarque alors, sur les courbes représentées en figure 3.20 et résumées par le tableau 3.7, que l'orientation semble avoir un léger effet sur la contrainte maximale mesurée, avec notamment le cas idéal unidirectionnel avec chargement dans le sens des fibres qui permet par ailleurs une petite amélioration de la déformation à contrainte maximale, et le pire cas étant la cellule unidirectionnelle avec chargement transverse. Ces cellules unidirectionnelles sont pour les CMC-FC ce qui se rapproche le plus du cas des fibres longues, ce qui explique que l'on retrouve ces comportements selon la direction du chargement. Cependant, si l'on se concentre sur la mesure de la perte de rigidité, l'impact global de l'orientation préférentielles sur l'endommagement reste tout de même relativement limité, si bien que tenter une optimisation matériau via l'orientation de ses fibres courtes ne permettrait probablement pas d'amélioration significative au niveau de son endommageabilité.

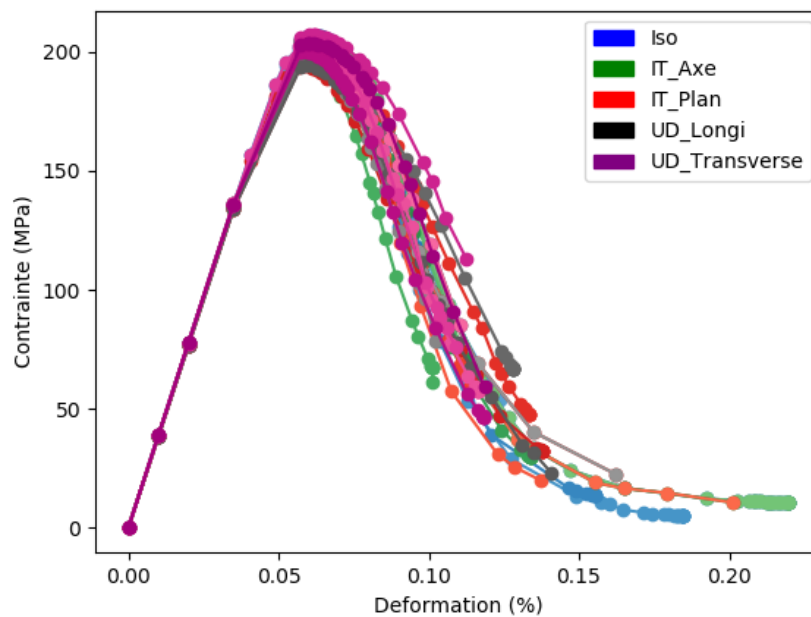


FIGURE 3.20 – Comparaison des courbes contrainte-déformation issues de l'étude de sensibilité à l'orientation préférentielle des fibres de l'endommagement de VESR soumis à une déformation uniaxiale

Orientation	Isotrope	Isotrope transverse (axe)	Isotrope transverse (plan)	UD (longitudinal)	UD (transverse)
σ_{max} (MPa)	203 ± 2	197 ± 2	204 ± 2	222 ± 1	182 ± 3
ϵ_{max} (%)	0,061 ± 0,002	0,060 ± 0,002	0,060 ± 0,002	0,073 ± 0,002	0,056 ± 0,002
$\Delta\sigma/\epsilon_{max}$ (%)	31,2 ± 4,4	31,9 ± 0,6	30,1 ± 4,6	36,8 ± 0,1	27,3 ± 1,1
$\Delta\epsilon/\epsilon_{max}$ (%)	40,3 ± 4,3	42,0 ± 1,1	39,1 ± 4,0	51,9 ± 3,2	38,2 ± 2,2

TABLE 3.7 – Résumé des valeurs calculées des grandeurs d'intérêt choisies en fonction de l'orientation préférentielle des fibres

3.3.2 Sensibilité de l'endommagement des CMC-FC aux propriétés des constituants

L'optimisation des CMC-FC par leurs paramètres morphologiques ne semble pas pouvoir apporter d'amélioration notable, du moins dans les intervalles considérés. L'optimisation des propriétés des constituants paraît être la voie à suivre. Nous avons vu expérimentalement et numériquement que les propriétés des interphases jouent un rôle majeur sur la capacité des fibres de dévier les fissures matricielles, mais aussi que l'état de la matrice contribue au comportement du CMC-FC. Nous allons donc ici nous concentrer sur l'étude des propriétés interfaciales et matricielles, mais aussi proposer une étude combinée détaillée des effets du facteur de forme et des propriétés d'interphase au vu des observations de la section 3.2.3.

3.3.2.1 Sensibilité aux propriétés matricielles

Concernant l'étude paramétrique portant sur les propriétés matricielles, nous analyserons les effets du module de Young de la matrice et de sa contrainte à rupture. Comme indiqué précédemment, les intervalles d'étude sont centrés autour de propriétés typiques de différentes céramiques, avec toutefois quelques valeurs plus exploratoires. Tous les autres paramètres (morphologie et propriétés des fibres et de l'interphase) sont fixés. Pour chaque couple module élastique-contrainte à rupture de la matrice, une dizaine de VESR est générée puis les résultats moyennés. Les cartographies des grandeurs d'intérêt en fonction des propriétés matricielles sont données en figure 3.21.

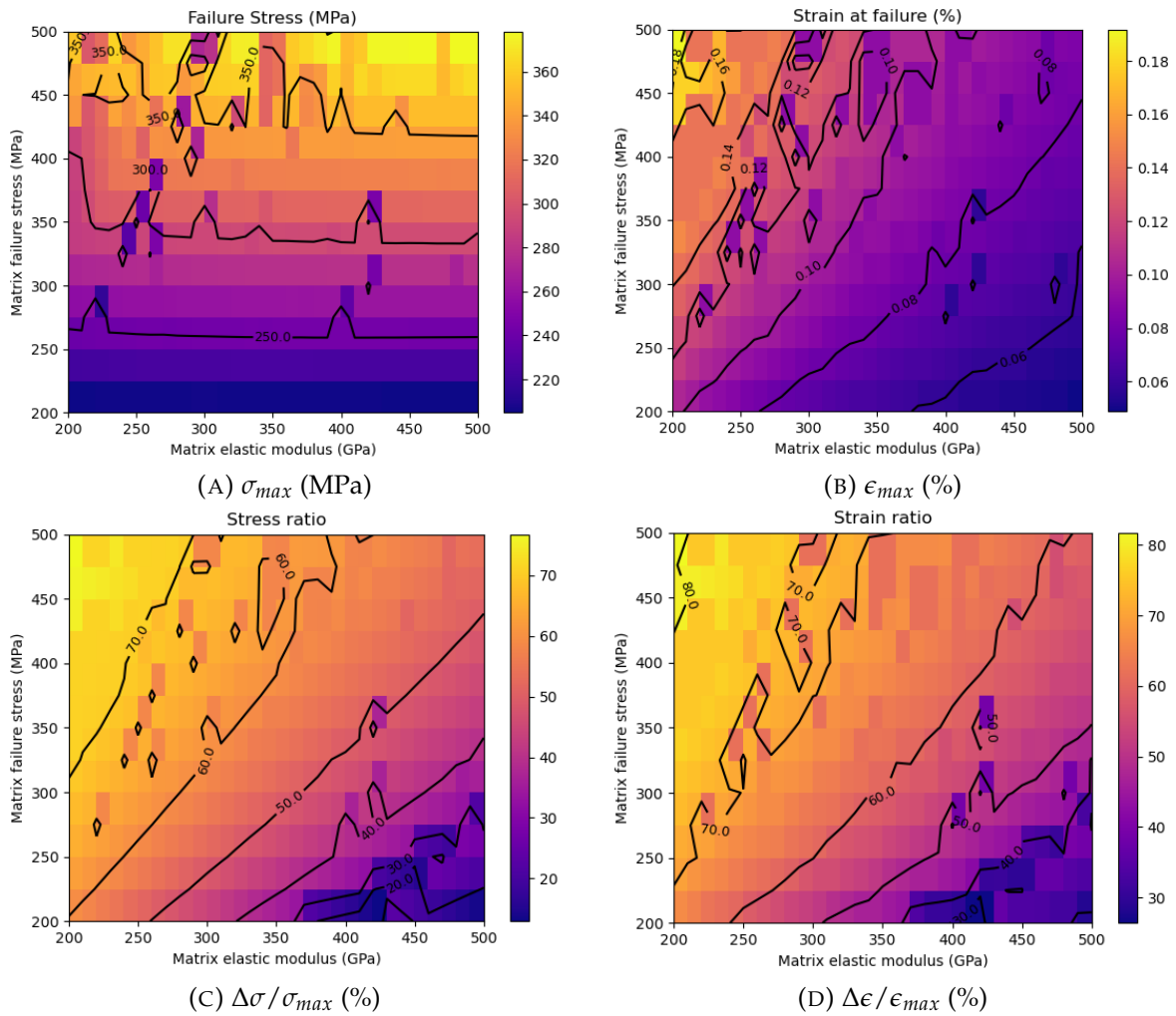


FIGURE 3.21 – Cartes de sensibilité aux propriétés matricielles de l’endommagement de VESR de CMC-FC soumis à une déformation uniaxiale

Il apparaît à première vue que les zones des cartographies où les propriétés seraient plus intéressantes pour l’industriel ne se superposent pas entre les différentes grandeurs considérées. Un compromis est alors clairement nécessaire lors de l’optimisation des matériaux. Ces cartographies confirment que pour favoriser le caractère endommageable des CMC-FC, ces derniers doivent être constitués d’une matrice de faible rigidité, contrairement à ce qui est actuellement envisagé. Comme nous l’avons déjà expliqué plus tôt, ceci est dû au fait qu’une matrice moins rigide stocke une plus petite quantité d’énergie élastique, ce qui fait alors que l’interphase doit dissiper moins d’énergie et remplirait davantage donc son rôle de fusible mécanique. Il semblerait alors qu’une matrice peu rigide, voire préalablement microfissurée ($E \approx 200$ GPa), puisse être un bon compromis. Concernant la contrainte à rupture de la matrice, l’idéal serait une matrice atteignant une contrainte à rupture élevée, ce qui permettrait de se rapprocher des 0,2% de déformation maximale souhaités. Les céramiques monolithiques présentant un allongement à rupture très faible, la difficulté réside alors dans la définition d’une telle matrice.

3.3.2.2 Sensibilité aux propriétés interfaciales

L'étude paramétrique des propriétés d'interphase sur l'endommagement présentée ci-après a pour but de quantifier l'effet du choix du matériau d'interphase sur les propriétés d'un CMC-FC. Nous nous intéressons d'abord aux seuls effets de l'interphase, en analysant l'influence de sa contrainte maximale et son taux de restitution d'énergie sur l'endommagement d'un VESR constitué d'une matrice type M1 et de 15% de fibres HNS, présentant également des distributions morphologiques telles que mesurées expérimentalement. Ici également, pour chaque couple contrainte à rupture-taux de restitution d'énergie de l'interphase, une dizaine de VESR est générée puis les résultats moyennés. Les cartographies ainsi obtenues sont rassemblées dans la figure 3.22 ci-dessous. Ici encore, un compromis sera nécessaire. En effet, si l'on regarde uniquement la contrainte maximale, il faudrait plutôt chercher une interphase dont la contrainte à rupture est élevée, alors que l'inverse permettrait une meilleure déformation à contrainte maximale. En revanche, toutes les cartographies s'accordent sur le fait qu'une interphase au taux de restitution d'énergie trop faible n'est pas efficace, puis qu'elle s'endommage avant même l'arrivée d'une fissure matricielle. Enfin, si l'on se concentre sur la mesure de la perte de rigidité on peut observer trois zones distinctes : l'une correspondant à une interphase de faible contrainte maximale et dont le taux de restitution d'énergie est inférieur à 7 J/m^2 où la perte de rigidité serait plus marquée, indiquant potentiellement un comportement plus endommageable du VESR, une autre pour des taux de restitution d'énergie similaires mais une contrainte maximale supérieure à 110 MPa où, à l'inverse, on se rapprocherait d'un comportement très fragile, et une dernière zone correspondant à des taux de restitution d'énergie plus élevés, difficilement atteignables par des interphases réelles. Les propriétés interfaciales « idéales » semblent alors se situer autour de $G_c \approx 5\text{ J/m}^2$ et $\sigma_{max} \leq 100\text{ MPa}$, mais on voit ici encore que même avec des propriétés interfaciales optimisées, la déformation maximale reste très faible.

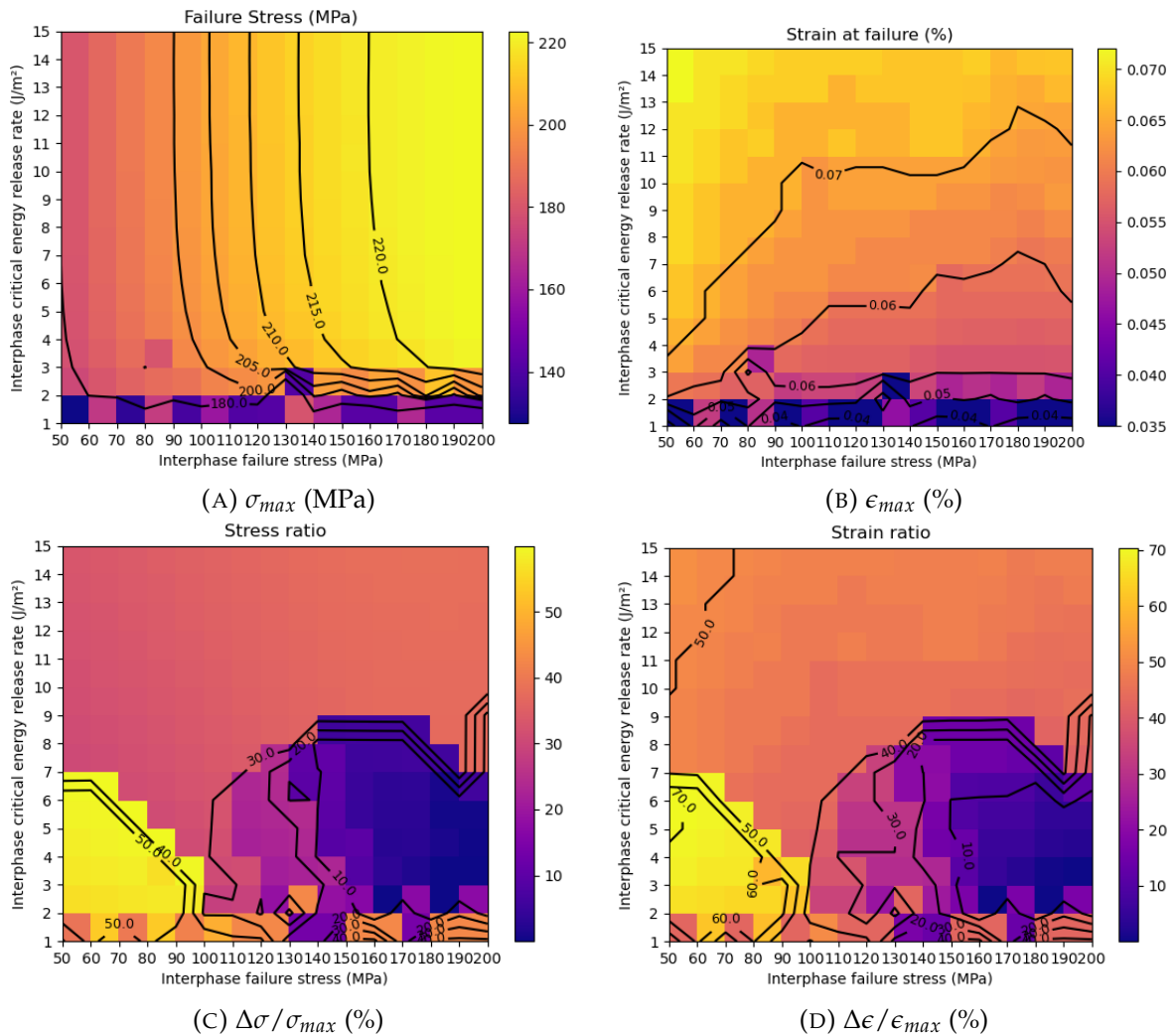


FIGURE 3.22 – Cartes de sensibilité aux propriétés interfaciales de l’endommagement de VESR de CMC-FC soumis à une déformation uniaxiale

Enfin, les figures 3.23 et 3.24 ci-après montrent les cartographies obtenues lors de l’étude combinée des effets du facteur de forme des fibres et des propriétés d’interphase sur des cellules unidirectionnelles (section 3.2.3) soumises à une déformation uniaxiale longitudinale. On peut alors constater en premier lieu et de façon plus visuelle l’importance de l’adaptation des propriétés interfaciales en fonction du facteur de forme des fibres courtes. Il en ressort également qu’un petit facteur de forme apporterait de meilleures propriétés matériau, et qu’à l’inverse un facteur de forme trop élevé (fibres millimétriques ou centimétriques) ne permettrait pas une défragilisation suffisante de la matrice à moins d’utiliser une interphase aux propriétés irréalistes, dans le cas des fibres courtes. Enfin, ces graphes semblent mettre en évidence un facteur de forme critique, comme il été mentionné en section 3.2.3, autour de $f = 10$, qui serait un compromis permettant de maximiser la tenue à l’endommagement du minicomposite unitaire en assurant une quantité suffisante de surface spécifique d’interface pour permettre la bonne dissipation de l’énergie de fissuration. Toutefois, les simulations sur VESR n’ont pas fait ressortir de facteur de

forme critique, mais ont à l'inverse montré que ce paramètre ne semblait pas avoir de grand impact sur les propriétés du matériau. Cette contradiction peut s'expliquer par le fait que les VESR prennent en compte les interactions entre fibres de façon plus exacte. Les minicomposites unitaires sont une très forte simplification du problème, ils ont été générés dans le but d'isoler certains mécanismes et omettent de nombreux paramètres, ce qui explique d'ailleurs pourquoi ils n'ont pas été utilisés tout au long de ces travaux de thèse. En revanche, les questionnements soulevés par ces simulations sur minicomposite mériteraient plus de temps de réflexion et pourraient faire l'objet de recherches ultérieures, tant numériquement qu'expérimentalement, pour par exemple quantifier précisément la relation propriétés interfaciales/facteur de forme dans le cas des fibres courtes.

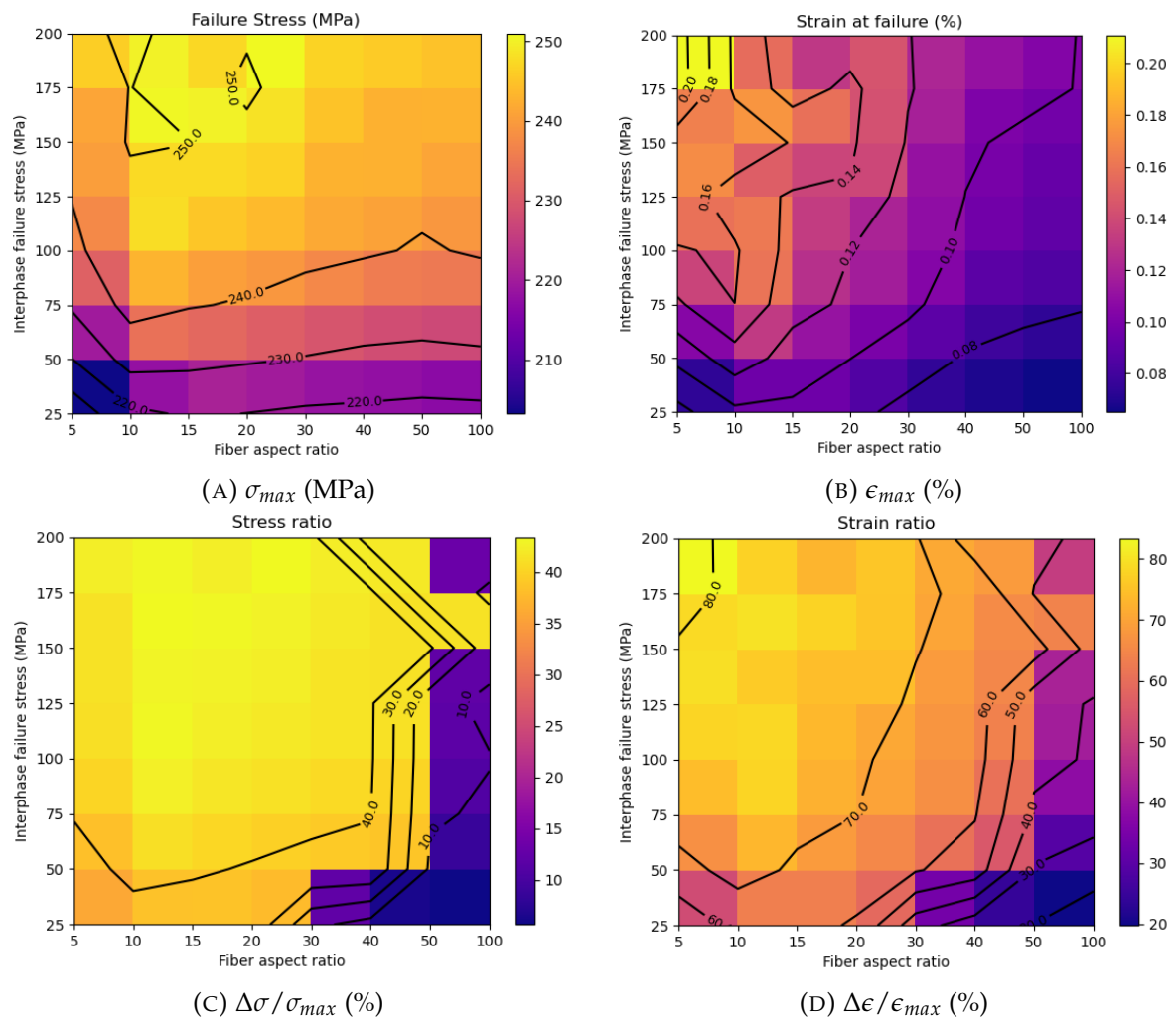


FIGURE 3.23 – Cartes de sensibilité au facteur de forme et à la contrainte maximale de l'interphase de l'endommagement de minicomposites CMC-FC unitaires soumis à une déformation uniaxiale longitudinale

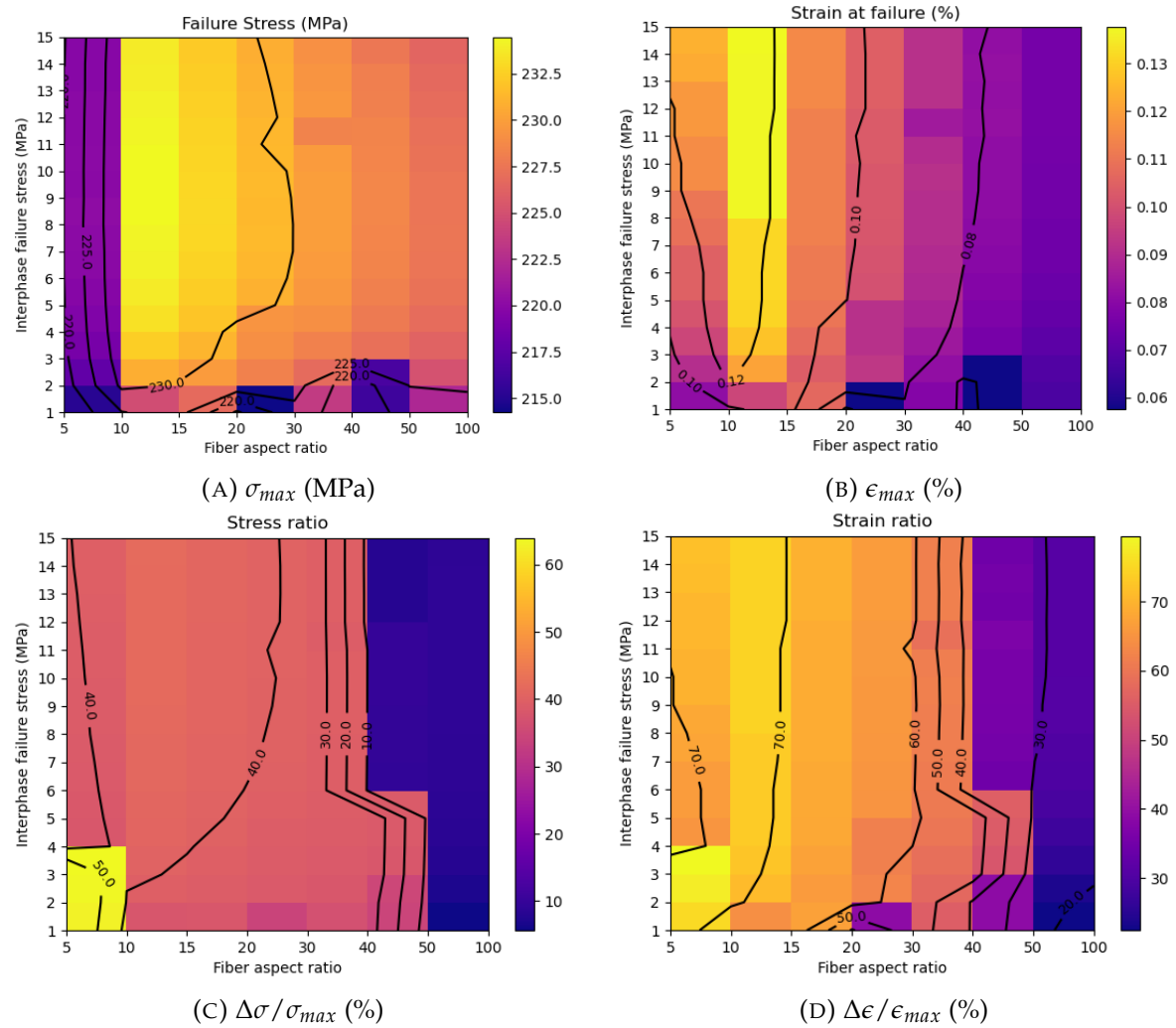


FIGURE 3.24 – Cartes de sensibilité au facteur de forme et au taux de restitution d'énergie de l'endommagement de minicomposites CMC-FC unitaires soumis à une déformation uniaxiale longitudinale

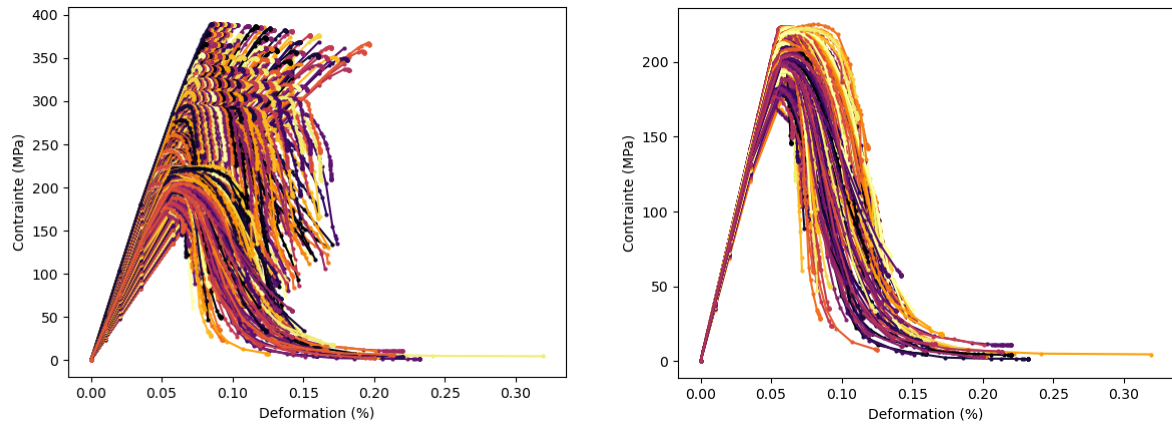
3.4 Conclusions sur l'analyse numérique des propriétés mécaniques des CMC-FC

Les simulations numériques réalisées dans le cadre de ce travail de thèse ont permis de mettre en évidence quelques pistes pour une optimisation matériau. Dans le domaine élastique, il est apparu que le taux volumique de fibres et les propriétés matricielles étaient les deux principaux paramètres permettant d'améliorer les propriétés élastiques des CMC-FC. Cependant, dans le cadre des simulations de l'endommagement, l'analyse numérique du scénario d'endommagement a mis en évidence plus de paramètres qui semblaient pouvoir impacter la tenue à l'endommagement, outre les deux facteurs sus-mentionnés : l'orientation préférentielle des fibres, le facteur de forme et les propriétés interfaciales. En revanche, il est apparu que, toujours dans le domaine non linéaire, les paramètres morphologiques auraient une influence moindre sur l'endommagement dans les intervalles considérés, là où les

propriétés matricielles représentent encore un important levier d'optimisation. Toutefois, il apparaît plutôt qu'une matrice de faible rigidité, mais dont la contrainte à rupture est élevée, serait plus profitable à l'endommageabilité des CMC-FC. Néanmoins, il ne faut pas pour autant négliger l'importance de l'interphase dont l'absence mène à un comportement matériau fortement fragile, tout comme l'inadéquation de ses propriétés avec le facteur de forme des fibres, mais surtout avec leur rôle de fusible mécanique.

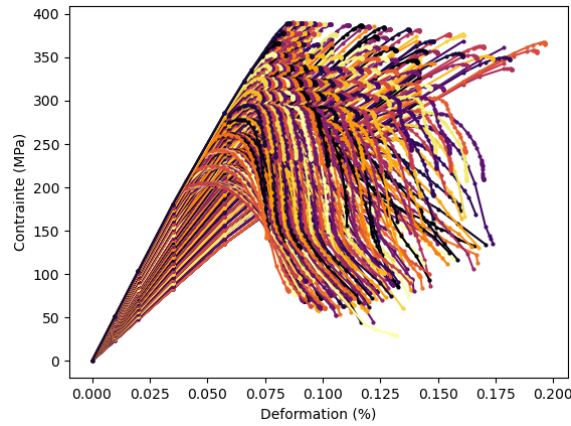
Toutes les courbes de réponse issues des simulations d'endommagement sur VESR sont représentées sur la figure 3.25. Le graphe de la figure 3.25b rassemble toutes les simulations menées sur un VESR à matrice rigide type M1. On peut alors aisément en déduire qu'aucune modification des paramètres morphologiques ou interfaciaux ne permet de défragilisation suffisante des CMC-FC, suggérant que la voie matrice rigide ne peut mener qu'à des matériaux fragiles, ou du moins très insuffisamment endommageables, ne permettant pas de satisfaire le cahier des charges. En effet, une matrice rigide stocke par conséquent beaucoup d'énergie qui doit être dissipée aux interphases, or nous avons vu que seuls 10% de toute la surface disponible d'interphase intervient dans la dissipation de cette énergie de fissuration par les fibres courtes, qui en plus jouent également le rôle de défauts, rendant d'autant plus complexe l'action du mécanisme de décohésion fibre/matrice dans la défragilisation déjà peu efficace des CMC-FC. Cependant, la figure 3.25c montre qu'il serait possible d'obtenir un comportement matériau plus proche des exigences du cahier des charges à condition d'optimiser la matrice, ce qui est d'autant plus flagrant si l'on compare ces courbes avec celles obtenues dans le cas d'une matrice rigide (figure 3.25a).

S'il faut alors émettre une recommandation basée sur ces résultats, il conviendrait davantage de s'orienter vers des CMC-FC à matrice peu rigide et à contrainte à rupture aussi élevée que possible pour des matériaux céramiques, le tout avec une interphase adéquate. Par ailleurs, les caractéristiques morphologiques ne semblent pas affecter significativement la tenue à l'endommagement ou les propriétés élastiques. D'une part, cela peut représenter un frein à la définition d'un matériau idéal en fonction de la sollicitation de la pièce. D'autre part, cela signifie également qu'il ne serait pas nécessaire de chercher à optimiser ces facteurs lors de la fabrication. Toutefois, quelques réserves subsistent quant à l'emploi de fibres discontinues dont le facteur de forme est élevé tant que les questions soulevées par l'étude des minicomposites unitaires virtuels n'ont pas été intégralement répondues par des recherches plus poussées. De plus, rappelons que les contraintes résiduelles n'ont pas été prises en compte dans cette étude, alors que leur impact sur l'endommagement des CMC-FC peut difficilement être ignoré (pré-fissuration diffuse de la matrice, phénomène dissipatif supplémentaire aux interphases dû aux frottements, ...), et devront alors faire l'objet d'études ultérieures.



(A) Ensemble des courbes contrainte/déformation issues des simulations d'endommagement

(B) Courbes contrainte/déformation issues des simulations d'endommagement, sans les courbes issues de l'étude paramétrique sur les propriétés matricielles



(C) Courbes contrainte/déformation issues de l'étude paramétrique sur les propriétés matricielles

FIGURE 3.25 – Comparaison des courbes de réponse obtenues lors des campagnes de simulations paramétriques de l'endommagement

Conclusion

Rappel des objectifs

L'emploi de pièces fabriquées à partir de composites à matrice céramique dans les moteurs aéronautiques a pour but de permettre l'augmentation de la température de fonctionnement du moteur et, par conséquent, d'en améliorer le rendement, ce qui revient à faire des économies de carburant et contribue à la réduction des émissions de gaz polluants. Toutefois, la fabrication de pièces de petite taille et de géométrie particulière comme des aubes de turbine à haute pression à partir de CMC textiles classiques s'avère complexe, d'où la formulation de CMC à fibres courtes.

L'objectif de ces travaux de thèse était de proposer une méthodologie permettant de comprendre et prédire le comportement thermomécanique de ces CMC-FC à travers des études expérimentales sur plusieurs lots d'échantillons, ainsi que la modélisation et la simulation numérique. L'avantage de cette démarche repose sur la réduction des coûts de développements qui auraient été nécessaires dans le cas d'une étude purement expérimentale, si tant est que les modèles développés soient capables de rendre compte de la physique des différents mécanismes en jeu, ce qui représente la principale difficulté de cette approche numérique. Le but est alors de créer une boucle de rétroaction, où l'étude expérimentale permet de mettre en place des modèles, dont l'exploitation fournirait ensuite une compréhension suffisante des mécanismes d'endommagement en jeu pour conclure de la capacité du matériau envisagé à satisfaire les exigences du cahier des charges et éventuellement proposer des pistes d'optimisation.

Discussion sur la méthodologie proposée et les résultats obtenus

Caractérisation expérimentale des CMC-FC

Le premier axe d'étude de ces travaux est l'analyse expérimentale des CMC-FC, dans le but de comprendre le comportement de ces matériaux et d'en établir notamment le scénario d'endommagement. On cherche alors à décrire précisément leur morphologie et les hétérogénéités du matériau en termes de taux volumique ou d'orientation des fibres dans le but de créer un jumeau numérique statistiquement représentatif du matériau réel. Ce VESR doit ensuite servir de base à l'étude numérique de ces matériaux à travers des modèles alimentés par les données expérimentales obtenues.

L'étude de la morphologie des CMC-FC, plus spécifiquement l'orientation et le facteur de forme des fibres courtes qui les constituent ainsi que le taux volumique de renforts, mais également l'analyse des hétérogénéités morphologiques nécessitent un degré de précision relativement élevé si l'on souhaite construire un jumeau numérique aussi fidèle que possible au matériau réel, et statistiquement représentatif. L'examen numérique d'images de tomographies a alors paru comme la solution la plus adaptée, mais nécessite une résolution suffisamment élevée pour limiter la perte d'informations, d'où l'utilisation du synchrotron de l'ESRF Grenoble. Deux outils d'analyse ont ainsi été développés dans le but d'extraire de ces images tridimensionnelles un tenseur d'orientation d'ordre 4, nécessaires et suffisants au vu de l'ordre des tenseurs de rigidité. Le premier outil se base sur le calcul des gradients de niveaux de gris pour déterminer un tenseur de structure à partir duquel est déduit le tenseur d'orientation, l'autre sur la corrélation d'images croisées entre des familles de motifs représentant les fibres dans plusieurs directions et la tomographie, l'orientation des fibres correspondant alors à l'orientation de la famille de motif au coefficient de corrélation le plus élevé. Ces deux méthodes donnent des résultats similaires, mais la méthode tenseur de structure a été retenue par préférence de l'auteur. Concernant l'étude des taux volumiques, une simple binarisation des images de tomographie suffit. Les hétérogénéités morphologiques ont été mesurées grâce à une technique d'échantillonnage statistique, qui a permis d'obtenir les distributions de propriétés morphologiques en fonction de la taille de cellule considérée. Quant à l'étude de la géométrie des fibres, il existe des méthodes basées sur l'analyse de tomographies, mais nécessitant la segmentation des fibres ou le développement d'outils supplémentaires et donc du temps que nous avons préféré allouer au développement des modèles. Des méthodes de comptage ont donc été employées, sans perte de précision. Ces informations détaillées sont à la base de la génération de matériaux virtuels statistiquement représentatifs des matériaux réels qui seront utilisés lors des simulations et permettent de tenir compte de leurs effets dans les simulations élastiques ou d'endommagement.

Les essais mécaniques ont permis de caractériser le comportement des CMC-FC et de mesurer expérimentalement l'influence des constituants sur leurs propriétés. Dans un premier temps, des essais d'indentation Vickers ont donné une mesure de la rigidité de la matrice seule. Ensuite, les essais de push-out ont souligné l'importance de la présence d'une interphase pour défragiliser les CMC-FC au travers de la décohésion fibre/matrice, sans pour autant permettre de mesurer précisément les propriétés d'interface à cause de l'endommagement de la matrice lors de l'essai et de l'importante variabilité des résultats qui s'en est suivie. Toutefois, des propriétés interfaciales permettant la décohésion, basées sur une interphase BN, ont tout de même pu être estimées à partir des travaux de [Del19] et de l'abaque de [Pom03]. Enfin, les essais de flexion quatre points et de flexion entaillée ont été réalisés dans le but d'étudier le comportement mécanique des CMC-FC, ainsi que leur ténacité dans le cas des essais de flexion entaillée pour lesquels une machine entailleuse a été conçue afin de réaliser des entailles répétables et aussi fines que possibles pour ne pas surestimer les résultats. Les essais sont instrumentés par de la corrélation d'images numériques intégrée, où l'hypothèse d'une cinématique de poutre rendent possible une réduction du bruit de mesure des champs de déplacement sans perte de précision. La ténacité est ensuite estimée par MLER dans un premier temps puis

par corrélation d'images grâce à des projections du champ de déplacement sur les séries de Williams. Pour des matériaux endommageables, la définition des facteurs d'intensité de contrainte n'est pas unique. Les valeurs estimées par MLER et par CIN intégrée sont différentes et correspondent respectivement au facteur d'intensité « statique » et « cinématique ». Toutefois, les ordres de grandeurs obtenus dans le cas des échantillons multifissurés ont tout de même permis de conclure sur la faible défragilisation des CMC-FC étudiés. Il a également été observé lors des essais de caractérisation que l'interphase joue un rôle majeur dans le ralentissement de propagation de fissures. Ces essais ont également soulevé la question du rôle de la matrice, ou plus précisément de sa rigidité voire d'un endommagement initial diffus, sur l'endommagement des CMC-FC, où seule la simulation peut apporter un élément de réponse au vu des échantillons de matériau disponibles. Par ailleurs, ces essais suggèrent que pour des CMC-FC denses mais sans interphase, l'ajout seul de fibres courtes ne permet pas une défragilisation suffisante de la matrice. Le potentiel effet bénéfique d'une interphase ne pourra être vérifié expérimentalement que lorsqu'un matériau sans endommagement initial sera disponible.

Mise en place des modèles numériques

La deuxième partie de ce mémoire a traité de la mise en place des modèles numériques, tant dans le domaine élastique linéaire que dans le domaine plus complexe de l'endommagement, dans le but de simuler le comportement des CMC-FC selon des paramètres variés. Cette thèse s'est concentrée sur la modélisation à l'échelle microscopique, étant donné la précision nécessaire à la connaissance complète des mécanismes d'endommagement propres aux CMC-FC.

Les choix de modélisation retenus pour ces travaux se basent en très grande majorité sur la construction de jumeaux numériques statistiquement représentatifs du matériau réel, ou VESR. La génération de ces cellules de matériau virtuel repose sur l'algorithme RSA, modifié par la suite pour assurer la périodicité des cellules générées, puis pour intégrer les différentes distributions mesurées dans la partie expérimentale. Cet algorithme est toutefois sujet à une limitation géométrique du taux de remplissage maximal en fonction du facteur de forme des fibres dans le cas d'une orientation aléatoire des fibres, ce qui réduit alors l'intervalle d'étude des taux volumiques mais également des facteurs de forme. Cependant, les cellules virtuelles ainsi générées tiennent compte de nombreux paramètres morphologiques (taux volumique de renforts, géométrie des fibres, facteur de forme des fibres, orientation préférentielle) et de leurs distributions statistiques, et peuvent alors être considérées comme statistiquement représentatives des CMC-FC réels.

Dans le domaine élastique linéaire, ces VESR sont utilisés dans le cadre de l'étude des propriétés élastiques par homogénéisation en champ complet. Le champ local est ici déterminé à l'aide de calculs éléments finis, avec des conditions aux limites PMUBC afin de garantir le respect des conditions de Hill. Six cas de chargement unitaires linéairement indépendants sont alors considérés, ce qui permet ensuite de remonter au tenseur de rigidité du VESR et d'en déduire les propriétés élastiques. En parallèle, un modèle analytique basé sur la théorie d'Eshelby est également mis en place, rentrant dans la catégorie des méthodes d'homogénéisation en champ moyen. A travers différentes approximations des champs effectifs, ces méthodes donnent

une estimation des propriétés élastiques des CMC-FC, en tenant compte des paramètres morphologiques de façon approchée. De plus, l'orientation des fibres peut être intégrée au modèle analytique grâce à la technique d'*orientation averaging*. Ces deux modèles ont ensuite été comparés et ont montré des résultats similaires, tout en s'inscrivant dans les limites des bornes énergétiques de Voigt et Reuss, ce qui illustre à travers un cas représentatif la validité de l'approche choisie de modélisation des propriétés élastiques par homogénéisation en champ complet sur VESR.

La démarche de modélisation de l'endommagement s'inscrit quant à elle dans la continuité des travaux de [Maz18] et [Bén19] sur des CMC tissés, qui ont été adaptés aux CMC-FC. C'est alors le choix pragmatique des lois d'endommagement continues qui a été retenu pour ces travaux. Nous représentons l'endommagement matriciel par une loi d'endommagement quasi-fragile bilinéaire continue avec un critère en contrainte maximale. Ce modèle est par ailleurs régularisé en déplacement équivalent par la taille de l'élément pour dissiper la bonne quantité d'énergie. On introduit la variable d'endommagement D , initialement nulle, qui ne peut que croître au cours du chargement, ce qui représente le caractère irréversible de l'endommagement. Cette variable d'endommagement est évaluée à chaque incrément, et la rigidité de l'élément dégradée en fonction de la valeur de cette variable. Cette loi d'endommagement est reprise pour modéliser l'endommagement des fibres, avec cependant une étape supplémentaire de correction Weibull (*Weibull scaling*) pour adapter les propriétés des fibres à leur géométrie. Enfin, nous avons sélectionné une approche CZM pour modéliser l'endommagement des éléments d'interface. Des éléments d'épaisseur nulle sont insérés entre les éléments volumiques des fibres et ceux de la matrice, et la loi de vecteur contrainte/séparation retenue est une loi bilinéaire découplée. Une prise en compte des effets de frottement est proposée en se basant sur le modèle Alfano avec une loi de frottement de Coulomb. Afin de valider ces modèles, des résultats de simulation ont été comparés à l'expérimental. La physique de l'endommagement des CMC-FC numérique et réel ainsi que les faciès de rupture étant très proches, il est alors apparu que ces modèles sont bien capables de rendre compte de l'endommagement des matériaux réels.

Campagnes de simulations numériques dans les domaines élastique linéaire et endommageable

Les modèles construits ayant été validés, des campagnes de simulations peuvent alors être réalisées pour connaître l'influence des paramètres morphologiques et des propriétés des constituants sur le comportement thermomécanique des CMC-FC. Ces simulations ont fait l'objet de la troisième et dernière partie de ce manuscrit.

Les simulations dans le domaine élastique linéaire ont confirmé le rôle attendu des propriétés matricielles et du taux volumique de fibres sur les propriétés élastiques des CMC-FC. En revanche, il apparaît que les propriétés interfaciales, ainsi que le facteur de forme des fibres et leur orientation préférentielle ont un effet négligeable. Cependant, l'étude préliminaire du scénario d'endommagement numérique indique que ces facteurs joueraient tous une rôle potentiellement capital dans la tenue à l'endommagement des CMC-FC. En effet, nous avons d'abord mis la lumière sur une particularité des CMC-FC qu'est le rôle dual des fibres courtes qui sont à la

fois des défauts et des renforts, puisque l'endommagement matriciel s'initie en bout de fibre pour ensuite se propager vers d'autres fibres. On voit également l'importance d'une bonne homogénéité dans la répartition des fibres, puisque la déviation efficace d'une fissure dépend de si une fibre se trouve dans son chemin de propagation. La balance défaut/renfort, ainsi que la probabilité qu'une fibre se trouve sur le chemin de fissuration, sont contrôlés notamment par le taux volumique et le facteur de forme des fibres. De plus, l'endommagement des éléments d'interface semble dépendre de leur orientation par rapport à la direction du chargement. Ensuite, bien que l'on ait confirmé numériquement la nécessité d'une interphase pour la défragilisation, dont seulement 10% environ de la surface totale disponible est utilisée d'après les simulations, les propriétés matricielles semblent avoir un effet plus important sur l'endommageabilité des CMC-FC. En effet, une matrice plus souple peut stocker moins d'énergie, qui est alors plus aisément dissipée aux interphases. Enfin, la problématique de l'adaptation des propriétés d'interphase au facteur de forme des fibres courtes a été soulevée lors de l'étude de minicomposites unitaires virtuels, tout comme l'existence d'une longueur critique de décohésion en fonction de ces paramètres d'où découlerait le fait qu'un facteur de forme trop élevé ne serait pas bénéfique à la tenue à l'endommagement des CMC-FC car il serait plus simple de dissiper l'énergie dans la matrice que de continuer à décohéner la fibre au-delà de cette longueur. Cette observation va à l'encontre de ce qui est attendu en se basant par exemple sur le cas des CMC tissés. Des approfondissements futurs seront nécessaires pour comprendre ou invalider ces observations.

Les campagnes de simulation de l'endommagement ont cependant montré que, dans les intervalles d'étude considérés, les paramètres morphologiques n'avaient que très peu d'influence sur l'endommagement des CMC-FC. Les propriétés d'interphase auraient un rôle plus important, mais le principal levier d'optimisation serait les propriétés matricielles. Le développement d'une matrice moins rigide, mais dont la contrainte à rupture serait aussi élevée que possible, pourrait ainsi être la voie à suivre pour concevoir des matériaux CMC-FC endommageables, s'approchant des exigences du cahier des charges. Toutefois, développer une telle matrice céramique s'avère complexe voire impossible vu le faible allongement à rupture propre aux céramiques monolithiques, si bien que l'on peut envisager un compromis en acceptant une préfissuration diffuse de la matrice. Il apparaît également clair au vu des résultats, et d'après les hypothèses de modélisation choisies, qu'une matrice rigide ne peut être suffisamment défragilisée par des fibres courtes, malgré l'optimisation des propriétés interfaciales ou de la morphologie des renforts, bien que ce dernier point ne semble pouvoir apporter que des améliorations négligeables.

Perspectives

Suggestions d'approfondissements de la démarche proposée

La méthodologie décrite dans ce manuscrit peut tout à fait être reproduite pour l'étude d'autres matériaux multiphasés à fibres courtes, moyennant les adaptations aux modèles nécessaires pour tenir compte des spécificités de l'endommagement

des différents matériaux. Toutefois, quelques pistes d'améliorations peuvent être envisagées.

Tout d'abord, on peut considérer d'élargir l'intervalle d'étude du taux volumique de fibres en reprenant l'algorithme de compression-relaxation mentionné à la section 2.2.2.2. [TBH15] compare plusieurs algorithmes de génération de VER et les taux de remplissage maximaux atteignables, et indique qu'une modification de l'algorithme RSA où les fibres les plus longues de la distribution de longueur sont placées en premier. La combinaison de ces deux moyens pourrait permettre d'étudier les effets de taux volumiques bien plus élevés qu'actuellement, ce qui pourrait potentiellement permettre d'observer un plus grand impact sur l'endommagement des CMC-FC. En revanche, la génération de VESR à fibres millimétriques voire centimétriques à partir de l'algorithme RSA semble complexe. On pourrait alors envisager l'implémentation d'un algorithme de type Monte Carlo, mais les temps de calcul nécessaires à la génération de multiples VESR pour une étude statistique s'en retrouveraient fortement augmentés. Enfin, l'analyse des effets d'hétérogénéités locales telles que des paquets de fibres pourrait également être intéressant, notamment parce qu'à taux volumique élevé, des paquets de fibres ont tendance à se former dans une distribution isotrope des renforts.

Les simulations sur minicomposites unitaires unidirectionnels à fibres courtes ont suscité quelques interrogations auxquelles il serait judicieux de répondre, le temps n'ayant pas permis une telle entreprise lors de ces travaux. En effet, les observations effectuées semblent indiquer qu'un facteur de forme élevé serait préjudiciable dans le cadre des fibres courtes, ce qui irait à l'encontre de ce que l'on pourrait attendre connaissant les caractéristiques des CMC tissés pour lesquels la littérature est bien plus fournie. On peut ainsi envisager, une fois le procédé de fabrication des CMC-FC parfaitement maîtrisé, de former de tels minicomposites pour une étude expérimentale. De futurs travaux pourraient alors s'intéresser à la mesure expérimentale et numérique de cette longueur critique de décohésion et en proposer une définition à partir des propriétés de l'interphase et d'autres paramètres qui pourront être identifiés de cette façon, en reprenant par exemple les travaux de [Poi07], [Cha11] et [Cor14].

Ensuite, comme évoqué en section 3.2.3, il serait pertinent d'étudier les effets des contraintes résiduelles sur l'endommagement des CMC-FC. Cette démarche dont le principe est, pour rappel, de simuler le refroidissement d'un VESR à partir de la température de SPS, a été initiée durant la thèse mais n'a malheureusement pas abouti. A terme, l'intégration de cette information aux modèles pourrait permettre d'analyser l'influence d'un endommagement matriciel diffus initial sur l'endommagement, mais aussi modifier le comportement des interphases via une augmentation de la dissipation d'énergie par frottement grâce aux contraintes radiales ainsi introduites dans les fibres. Par ailleurs, ces travaux se sont concentrés sur les propriétés à l'ambiante des CMC-FC, destinés à un usage à très haute température. La simulation du comportement des CMC-FC dans ce domaine de température nécessite d'adapter les modèles actuels, notamment pour prendre en compte la transition fragile-ductile de la matrice intermétallique ou pour étudier la tenue au fluage de ces matériaux. Des études supplémentaires en ce sens sont envisageables dans un

futur proche, basées sur les outils de création de jumeaux numériques développés au cours de cette thèse.

Enfin, nous n'avons traité ici que de modélisation à l'échelle microscopique qui, comme évoqué en section 2.1.2, n'est pas adaptée à l'étude d'une éprouvette ou d'une pièce complète. Des recherches supplémentaires devront donc se pencher sur la construction de ponts micro-méso voire aussi méso-macro idoines, dans la lignée des travaux de [Maz18] et [Bén19]. Une fois validés, ces modèles mésoscopique et macroscopique, si nécessaire au vu de la taille des pièces, permettront par exemple de simuler des essais de flexion sur éprouvette et, à terme, de proposer une optimisation du dimensionnement de la pièce selon plusieurs critères sélectionnés au préalable. Toutefois, cet approfondissement n'aurait de sens qu'une fois conçue une nouvelle matrice plus adaptée à un comportement quasi-fragile des CMC-FC tel qu'exigé par le cahier des charges actuel.

Perspectives matériau

Considérant les hypothèses de modélisation choisies, la conclusion principale de cette étude pour l'industriel serait qu'une matrice trop rigide ne peut pas être suffisamment défragilisée par un CMC-FC tel que défini dans le cadre de ces travaux, peu importe les propriétés des autres constituants et la morphologie du CMC-FC. En revanche, une matrice moins rigide et à contrainte maximale élevée semble être nécessaire à un comportement matériau plus proche des exigences de SAFRAN Ceramics. Plusieurs pistes peuvent alors être considérées. La première serait d'accepter la présence d'un endommagement diffus initial dans la matrice, ce qui la rendrait plus souple mais rendrait complexe un contrôle qualité indispensable à l'industriel lors de la fabrication de ses pièces, et demanderait une étude minutieuse des conséquences de cette décision sur la durée de vie (tenue à l'endommagement, au fluage, à l'oxydation, à la fatigue, etc). La seconde piste serait de développer une matrice céramique moins rigide que celle envisagée actuellement, mais en cherchant à maximiser sa contrainte à rupture tout en assurant l'adéquation des coefficients de dilatation thermiques et des propriétés chimiques des différents constituants. Cette solution paraît être la plus plausible, de futurs travaux de thèse étant d'ailleurs envisagés en ce sens au moment de la rédaction de ce mémoire.

Pour aller plus loin, une modification radicale de l'architecture du matériau peut également être envisagée. Le but serait alors de reprendre des mécanismes présents dans les CMC tissés grâce à des orientations préférentielles qui permettent la reprise du chargement par une famille de renforts donnée après l'endommagement autour d'une autre famille de renforts : les fils transverses et longitudinaux en tissage 2D assurent en effet qu'il y ait toujours une surface dissipative non endommagée dans le chemin de fissure. De tels développements se baseraient sur la fabrication additive, qui présente l'avantage d'être toujours adaptée aux petites pièces de géométrie particulière, contrairement aux CMC tissés. On peut ainsi imaginer l'impression 3D de renforts robocastés (figure C.1) voire sous forme de gyroïdes, dont la surface minimale triple périodique infiniment connectée permettrait de minimiser les concentrations de contraintes (figure C.2). La matrice peut alors ensuite être ajoutée par différents procédés tels que l'infiltration (MI) ou le dépôt chimique (CVD/CVI). La méthodologie proposée dans cette thèse pourrait s'appliquer à l'étude de tels

matériaux architecturés après adaptation. Pour rester dans la thématique des fibres courtes, le *feedstock* de la machine de fabrication additive pourrait tout à fait être constitué de CMC-FC, comme on peut voir des pièces robocastées à partir de CMO à fibres courtes (figure C.3). La recherche sur l'impression 3D de CMC, basée sur l'impression 3D de céramiques, est relativement jeune. On peut par exemple citer les travaux de [Zhu+18], [Bou+18] ou encore [Moh+20] sur le sujet. Toutefois, cette solution soulève de nombreuses nouvelles problématiques telles que la formulation d'une matière première adaptée ou les effets du rétrécissement de la lattice imprimée 3D sur le comportement de la pièce, dont la résolution pourrait représenter une évolution majeure dans l'industrie des composites à matrice céramique de demain.

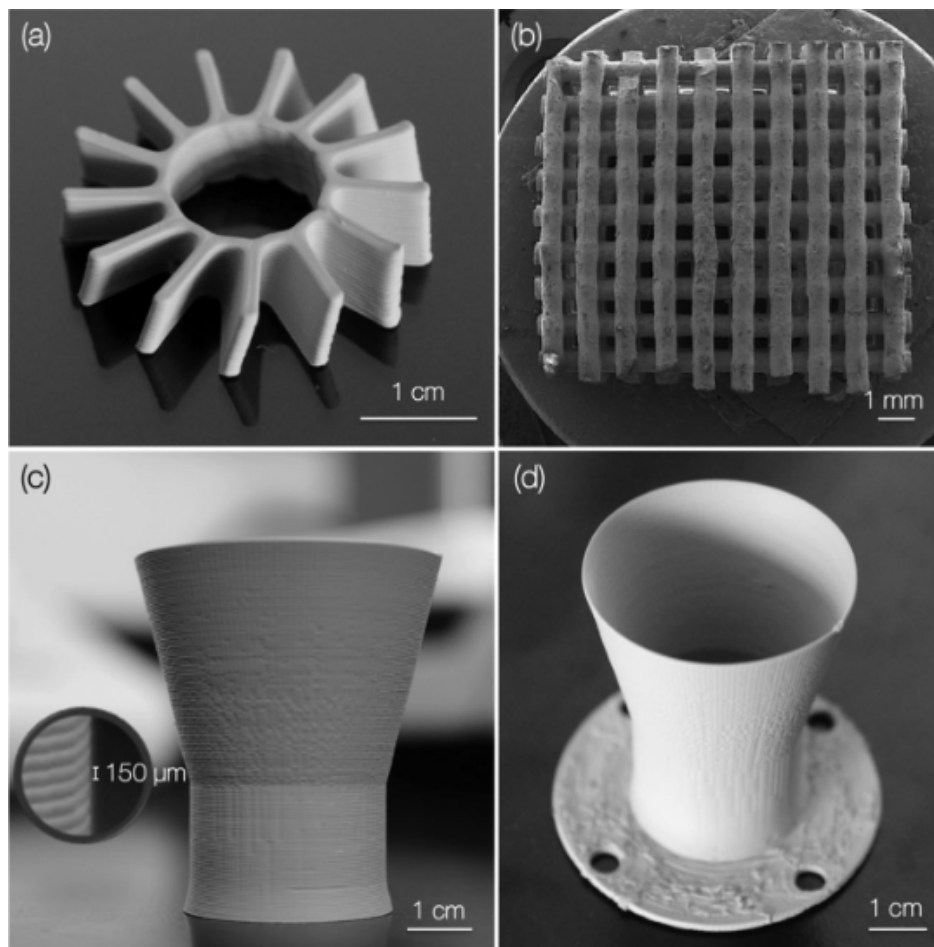
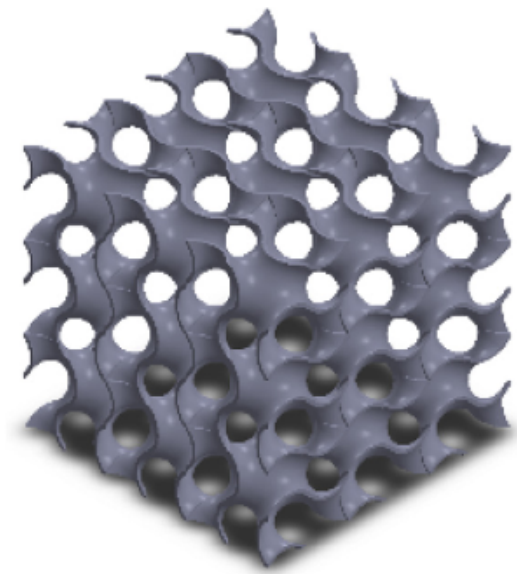
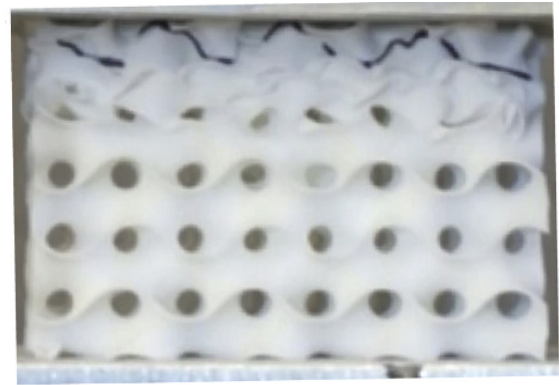


FIGURE C.1 – Exemples de pièces céramiques robocastées ([Lar+16])



(A) Exemple de gyroïde



(B) Exemple de pièce imprimée 3D basée sur une gyroïde

FIGURE C.2 – Impression 3D par SLS de pièces en Nylon basées sur une gyroïde ([Abu+19])

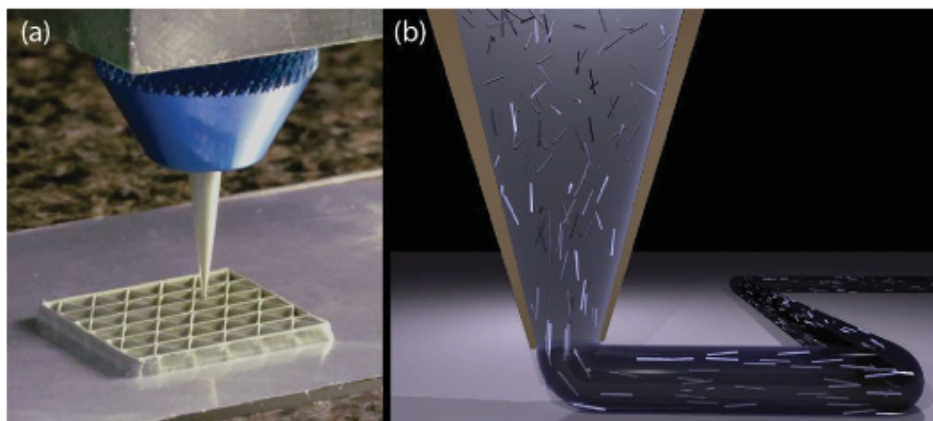


FIGURE C.3 – Impression 3D de CMO à fibres courtes ([CL14])

Annexe A

Composantes du tenseur d'Eshelby dans des cas simples

On supposera ici que le tenseur de rigidité C_0 est isotrope. Toutes les formules qui suivent sont tirées du livre de T. Mura [Mur82]. Cette annexe fournit l'expression des composantes du tenseur d'Eshelby pour des inclusions sphériques, cylindriques, sphéroïde prolate et *penny-shape*, (figure A1). On note ν_0 le coefficient de Poisson de la matrice et f le facteur de forme de l'inclusion.

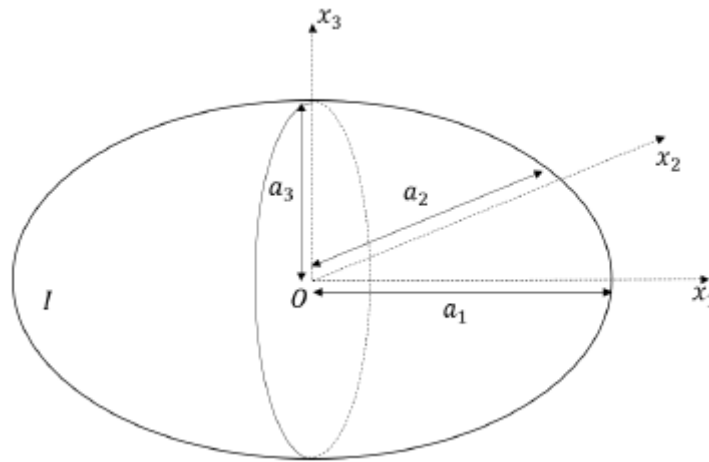


FIGURE A1 – Inclusion ellipsoïdale de demi-axes a_1 , a_2 et a_3

Inclusion sphérique ($a_1 = a_2 = a_3 = a$)

$$\begin{aligned}
 E_{1111} = E_{2222} = E_{3333} &= \frac{7 - 5\nu_0}{15(1 - \nu_0)} \\
 E_{1122} = E_{2233} = E_{3311} = E_{1133} = E_{2211} = E_{3322} &= \frac{5\nu_0 - 1}{15(1 - \nu_0)} \\
 E_{1212} = E_{2323} = E_{1313} &= \frac{4 - 5\nu_0}{15(1 - \nu_0)}
 \end{aligned} \tag{A.1}$$

Inclusion cylindrique ($a_3 \rightarrow \infty, a_1 = a_2 = a$)

$$\begin{aligned}
E_{1111} &= E_{2222} = \frac{1}{2(1-\nu_0)} \left(\frac{3}{4} + \frac{1-2\nu_0}{2} \right) \\
E_{3333} &= 0 \\
E_{1122} &= E_{2211} = \frac{1}{2(1-\nu_0)} \left(\frac{1}{4} - \frac{1-2\nu_0}{2} \right) \\
E_{2233} &= E_{1133} = \frac{\nu_0}{2(1-\nu_0)} \\
E_{3311} &= E_{3322} = 0 \\
E_{1212} &= \frac{1}{2(1-\nu_0)} \left(\frac{1}{4} + \frac{1-2\nu_0}{2} \right) \\
E_{2323} &= E_{3131} = \frac{1}{4}
\end{aligned} \tag{A.2}$$

Inclusion "penny shape" ($a_1 = a = 2 = a \gg a_3$)

$$\begin{aligned}
E_{1111} &= E_{2222} = \frac{13-8\nu}{32(1-\nu)} \pi \frac{a_3}{a} \\
E_{3333} &= 1 - \frac{1-2\nu}{1-\nu} \frac{\pi a_3}{4a} \\
E_{1122} &= E_{2211} = \frac{8\nu-1}{32(1-\nu)} \pi \frac{a_3}{a} \\
E_{1133} &= E_{2233} = \frac{2\nu-1}{8(1-\nu)} \pi \frac{a_3}{a} \\
E_{3311} &= E_{3322} = \frac{\nu}{1-\nu} \left(1 - \frac{4\nu+1}{8\nu} \pi \frac{a_3}{a} \right) \\
E_{1212} &= \frac{7-8\nu}{32(1-\nu)} \pi \frac{a_3}{a} \\
E_{1313} &= E_{2323} = \frac{1}{2} \left(1 + \frac{\nu-2}{1-\nu} \frac{\pi a_3}{4a} \right) \\
E_{kk11} &= E_{kk22} = \frac{1-2\nu}{1-\nu} \frac{\pi a_3}{4a} \\
E_{kk33} &= 1 - \frac{1-2\nu}{1-\nu} \frac{\pi a_3}{2a}
\end{aligned} \tag{A.3}$$

Inclusion sphéroïde prolatae ($a_1 > a_2 = a_3$)

$$\begin{aligned}
I_2 = I_3 &= \frac{2\pi a_1 a_3^2}{(a_1^2 - a_3^2)^{\frac{3}{2}}} \left(\frac{a_1}{a_3} \left(\frac{a_1^2}{a_3^2} - 1 \right)^{\frac{1}{2}} - \cosh^{-1} \frac{a_1}{a_3} \right) \\
I_1 &= 4\pi - 2I_2 \\
I_{12} &= \frac{I_2 - I_1}{a_1^2 - a_2^2} \\
3I_{11} &= \frac{4\pi}{a_1^2} - 2I_{12} \\
I_{22} = I_{33} &= I_{23} \\
3I_{22} &= \frac{4\pi}{a_2^2} - I_{23} - \frac{I_2 - I_1}{a_1^2 - a_2^2} \\
I_{23} &= \frac{\pi}{a_2^2} - \frac{I_2 - I_1}{4(a_1^2 - a_2^2)} \\
E_{1111} &= \frac{3}{8\pi(1 - \nu_0)} a_1^2 I_{11} + \frac{1 - 2\nu_0}{8\pi(1 - \nu_0)} I_1 \\
E_{1122} &= \frac{1}{8\pi(1 - \nu_0)} a_2^2 I_{12} - \frac{1 - 2\nu_0}{8\pi(1 - \nu_0)} I_1 \\
E_{1133} &= \frac{1}{8\pi(1 - \nu_0)} a_3^2 I_{13} - \frac{1 - 2\nu_0}{8\pi(1 - \nu_0)} I_1 \\
E_{1212} &= \frac{a_1^2 + a_2^2}{16\pi(1 - \nu_0)} I_{12} + \frac{1 - 2\nu_0}{16\pi(1 - \nu_0)} (I_1 + I_2)
\end{aligned} \tag{A.4}$$

Toutes les autres composantes non nulles s'obtiennent par permutation circulaire des indices et application des symétries mineures ($E_{ijkl} = E_{jikl} = E_{ijlk}$). Les autres composantes, qui ne peuvent pas s'obtenir des équations A.4 par permutation circulaire des indices, sont nulles (par exemple : $E_{1112} = E_{1223} = E_{1232} = 0$)

Annexe B

Représentation des conditions PMUBC

Cette annexe a pour but d'expliciter l'implémentation des conditions PMUBC utilisées pour tous les calculs éléments finis réalisés au cours de cette thèse, d'après les travaux de [PZ08].

Notations :

$\mathbf{t} = (t_1, t_2, t_3)$ le vecteur contrainte

$\mathbf{u} = (u_1, u_2, u_3)$ le vecteur déplacement

$\epsilon = (\epsilon_{ij})$ le tenseur de déformation

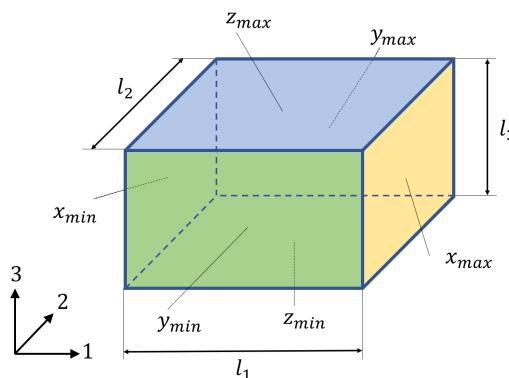


FIGURE B1 – Notation des faces du VER

	x_{max}	x_{min}	y_{max}	y_{min}	z_{max}	z_{min}
DU_1	$u_1 = \epsilon_{11} \frac{l_1}{2}$ $t_2 = t_3 = 0$	$u_1 = -\epsilon_{11} \frac{l_1}{2}$ $t_2 = t_3 = 0$	$u_2 = 0$ $t_1 = t_3 = 0$	$u_2 = 0$ $t_1 = t_3 = 0$	$u_3 = 0$ $t_1 = t_2 = 0$	$u_3 = 0$ $t_1 = t_2 = 0$
DU_2	$u_1 = 0$ $t_2 = t_3 = 0$	$u_1 = 0$ $t_2 = t_3 = 0$	$u_2 = \epsilon_{22} \frac{l_2}{2}$ $t_1 = t_3 = 0$	$u_2 = -\epsilon_{22} \frac{l_2}{2}$ $t_1 = t_3 = 0$	$u_3 = 0$ $t_1 = t_2 = 0$	$u_1 = 0$ $t_1 = t_2 = 0$
DU_3	$u_1 = 0$ $t_2 = t_3 = 0$	$u_1 = 0$ $t_2 = t_3 = 0$	$u_2 = 0$ $t_1 = t_3 = 0$	$u_2 = 0$ $t_1 = t_3 = 0$	$u_3 = \epsilon_{33} \frac{l_3}{2}$ $t_1 = t_2 = 0$	$u_3 = -\epsilon_{33} \frac{l_3}{2}$ $t_1 = t_2 = 0$
Cisaillement $_{12}$	$u_2 = \epsilon_{21} \frac{l_1}{2}$ $u_3 = 0, t_1 = 0$	$u_2 = -\epsilon_{21} \frac{l_1}{2}$ $u_3 = 0, t_1 = 0$	$u_1 = \epsilon_{12} \frac{l_2}{2}$ $u_3 = 0, t_2 = 0$	$u_1 = -\epsilon_{12} \frac{l_2}{2}$ $u_3 = 0, t_2 = 0$	$u_3 = 0$ $t_1 = t_2 = 0$	$u_3 = 0$ $t_1 = t_2 = 0$
Cisaillement $_{13}$	$u_3 = \epsilon_{31} \frac{l_1}{2}$ $u_2 = 0, t_1 = 0$	$u_3 = -\epsilon_{31} \frac{l_1}{2}$ $u_2 = 0, t_1 = 0$	$u_2 = 0$ $t_1 = t_3 = 0$	$u_2 = 0$ $t_1 = t_3 = 0$	$u_1 = \epsilon_{13} \frac{l_3}{2}$ $u_2 = 0, t_3 = 0$	$u_1 = -\epsilon_{13} \frac{l_3}{2}$ $u_2 = 0, t_3 = 0$
Cisaillement $_{23}$	$u_1 = 0$ $t_2 = t_3 = 0$	$u_1 = 0$ $t_2 = t_3 = 0$	$u_3 = \epsilon_{32} \frac{l_2}{2}$ $u_1 = 0, t_2 = 0$	$u_3 = -\epsilon_{32} \frac{l_2}{2}$ $u_1 = 0, t_2 = 0$	$u_2 = \epsilon_{23} \frac{l_3}{2}$ $u_1 = 0, t_3 = 0$	$u_2 = -\epsilon_{23} \frac{l_3}{2}$ $u_1 = 0, t_3 = 0$

TABLE B.1 – Conditions PMUBC appliquées sur les faces d'un VER pour six cas de chargement linéairement indépendants, d'après [PZ08].

DU : Déformation Uniaxiale

Bibliographie

- [Abu+19] Diab W. ABUEIDDA et al. « Mechanical Properties of 3D Printed Polymeric Gyroid Cellular Structures : Experimental and Finite Element Study ». In : *Materials & Design* 165 (mars 2019), p. 107597. ISSN : 02641275. DOI : 10.1016/j.matdes.2019.107597.
- [Ans+81] G.R. ANSTIS et al. « A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness : I, Direct Crack Measurements ». In : *Journal of the American Ceramic Society* 64.9 (sept. 1981), p. 533-538. ISSN : 0002-7820, 1551-2916. DOI : 10.1111/j.1151-2916.1981.tb10320.x.
- [Ant95] A. ANTHOINE. « Derivation of the In-Plane Elastic Characteristics of Masonry through Homogenization Theory ». In : *International Journal of Solids and Structures* 32.2 (jan. 1995), p. 137-163. ISSN : 00207683. DOI : 10.1016/0020-7683(94)00140-R.
- [AS06] Giulio ALFANO et Elio SACCO. « Combining Interface Damage and Friction in a Cohesive-Zone Model : COMBINING INTERFACE DAMAGE AND FRICTION IN A COHESIVE-ZONE MODEL ». In : *International Journal for Numerical Methods in Engineering* 68.5 (29 oct. 2006), p. 542-582. ISSN : 00295981. DOI : 10.1002/nme.1728.
- [AT87] Suresh G. ADVANI et Charles L. TUCKER. « The Use of Tensors to Describe and Predict Fiber Orientation in Short Fiber Composites ». In : *Journal of Rheology* 31.8 (nov. 1987), p. 751-784. ISSN : 0148-6055, 1520-8516. DOI : 10.1122/1.549945.
- [Baz04] Z. P. BAZANT. « Scaling Theory for Quasibrittle Structural Failure ». In : *Proceedings of the National Academy of Sciences* 101.37 (14 sept. 2004), p. 13400-13407. ISSN : 0027-8424, 1091-6490. DOI : 10.1073/pnas.0404096101.
- [Baz83] Z. P. BAZANT. « Crack Band Theory for Fracture of Concrete ». In : *Matériaux et Construction* 16.96 (1983), p. 155-177.
- [BBC03] P.O. BOUCHARD, F. BAY et Y. CHASTEL. « Numerical Modelling of Crack Propagation : Automatic Remeshing and Comparison of Different Criteria ». In : *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 192.35-36 (août 2003), p. 3887-3908. ISSN : 00457825. DOI : 10.1016/S0045-7825(03)00391-8.
- [BBG01] Michel BORNERT, Thierry BRETHERAU et Pierre GILORMINI. *Homogénéisation En Mécanique Des Matériaux 1*. HERMES Science Publications, 2001. ISBN : 2-7462-0199-2.

- [BEH02] H.J BÖHM, A ECKSCHLAGER et W HAN. « Multi-Inclusion Unit Cell Models for Metal Matrix Composites with Randomly Oriented Discontinuous Reinforcements ». In : *Computational Materials Science* 25.1-2 (sept. 2002), p. 42-53. ISSN : 09270256. DOI : 10.1016/S0927-0256(02)00248-3.
- [Bén19] Jean BÉNÉZECH. « Modélisation aux échelles méso- et macroscopique du comportement mécanique de zones singulières de pièces de structure en CMC ». Université de Bordeaux, 2019. 183 p.
- [Ber+07] Harald BERGER et al. « Evaluation of Effective Material Properties of Randomly Distributed Short Cylindrical Fiber Composites Using a Numerical Homogenization Technique ». In : *Journal of Mechanics of Materials and Structures* 2.8 (1^{er} oct. 2007), p. 1561-1570. ISSN : 1559-3959. DOI : 10.2140/jomms.2007.2.1561.
- [Ber98] Sébastien BERTRAND. « Amélioration de La Durée de Vie de Composites SiC/SiC à Interphases Nanoséquencées (PyC/SiC)_n et (BN/SiC)_n ». Université de Bordeaux, 1998.
- [BH01] Kai BRIECHLE et Uwe D. HANEBECK. « Template Matching Using Fast Normalized Cross Correlation ». In : *Aerospace/Defense Sensing, Simulation, and Controls*. Sous la dir. de David P. CASASANT et Tien-Hsin CHAO. Orlando, FL, 20 mars 2001, p. 95-102. DOI : 10.1117/12.421129.
- [Bou+18] J. BOURRET et al. « Micro Extrusion of Innovative Alumina Pastes Based on Aqueous Solvent and Eco-Friendly Binder ». In : *Journal of the European Ceramic Society* 38.7 (juill. 2018), p. 2802-2807. ISSN : 09552219. DOI : 10.1016/j.jeurceramsoc.2018.02.018.
- [BS22] Antonio BALDI et Pietro Maria SANTUCCI. « Kinematic Estimation of Fracture Mechanics Parameter with Automatic Crack-Tip Identification ». In : *Engineering Fracture Mechanics* 259 (jan. 2022), p. 108082. ISSN : 00137944. DOI : 10.1016/j.engfracmech.2021.108082.
- [Bue+14] E. BUET et al. « Influence of Surface Fibre Properties and Textural Organization of a Pyrocarbon Interphase on the Interfacial Shear Stress of SiC/SiC Minicomposites Reinforced with Hi-Nicalon S and Tyranno SA3 Fibres ». In : *Journal of the European Ceramic Society* 34.2 (fév. 2014), p. 179-188. ISSN : 09552219. DOI : 10.1016/j.jeurceramsoc.2013.08.027.
- [BW17] Remi BLANC et Peter WESTENBERGER. « Comparison of Fiber Orientation Analysis Methods in Avizo ». In : *7th Conference on Industrial Computed Tomography*. Louvain, Belgique, 2017, p. 5.
- [CG01] N CHANDRA et H GHONEM. « Interfacial Mechanics of Push-out Tests : Theory and Experiments ». In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 32.3-4 (mars 2001), p. 575-584. ISSN : 1359835X. DOI : 10.1016/S1359-835X(00)00051-8.
- [CGS97] J. L. CHABOCHE, R. GIRARD et A. SCHAFF. « Numerical Analysis of Composite Systems by Using Interphase/Interface Models ». In : *Computational Mechanics* 20.1-2 (juill. 1997), p. 3-11. ISSN : 0178-7675, 1432-0924. DOI : 10.1007/s004660050209.

- [Cha11] Camille CHATEAU. « Analyse expérimentale et modélisation micromécaniques du comportement élastique et de l'endommagement de composites SiC/SiC unidirectionnels ». Ecole Polytechnique, 2011.
- [Cha98] Krishan K. CHAWLA. « Ceramic Matrix Composites ». In : *Composite Materials*. New York, NY : Springer New York, 1998, p. 212-251. ISBN : 978-1-4419-3124-5 978-1-4757-2966-5. DOI : 10.1007/978-1-4757-2966-5_7.
- [CL14] Brett G. COMPTON et Jennifer A. LEWIS. « 3D-Printing of Lightweight Cellular Composites ». In : *Advanced Materials* 26.34 (sept. 2014), p. 5930-5935. ISSN : 09359648. DOI : 10.1002/adma.201401804.
- [CN93] T.C. CHOU et T.G. NIEH. « Mechanism of MoSi₂ Pest during Low Temperature Oxidation ». In : *Journal of Materials Research* 8.1 (jan. 1993), p. 214-226. ISSN : 0884-2914. DOI : 10.1557/JMR.1993.0214.
- [Cor14] Audrey CORADI. « Modélisation du comportement mécanique des composites a matrice céramique : développement du réseau de fissures ». Université de Bordeaux, 2014.
- [Cou+12] G. COUÉGNAT et al. « An Integrated Virtual Material Approach for Ceramic Matrix Composites ». In : *Ceramic Engineering and Science Proceedings*. Sous la dir. de Waltraud M. KRIVEN et al. Hoboken, NJ, USA : John Wiley & Sons, Inc., 3 déc. 2012, p. 83-91. ISBN : 978-1-118-21754-2 978-1-118-20600-3. DOI : 10.1002/9781118217542.ch8.
- [Cou+13] Guillaume COUÉGNAT et al. « Towards Realistic Geometric Modeling of Woven Fabrics ». In : THE 19TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON COMPOSITE MATERIALS. Montreal, Canada, 2013, p. 9.
- [Cou08] Guillaume COUÉGNAT. « Approche multiéchelle du comportement mécanique de matériaux composites à renfort tissé ». Université de Bordeaux, 2008.
- [CRF13] Vincent CHIARUTTINI, Vincent RIOLO et Frederic FEYEL. « Advanced Remeshing Techniques for Complex 3D Crack Propagation ». In : ICF-13. Beijing, China, 2013.
- [Del19] Heloïse DELPOUVE. « Relation microstructure et épaisseur d'une interface BN et ses propriétés mécaniques ». Université de Bordeaux, 2019.
- [DGD96] R. DAMANI, R. GSTREIN et R. DANZER. « Critical Notch-Root Radius Effect in SENB-S Fracture Toughness Testing ». In : *Journal of the European Ceramic Society* 16.7 (jan. 1996), p. 695-702. ISSN : 09552219. DOI : 10.1016/0955-2219(95)00197-2.
- [DL96] Christine DROILLARD et Jacques LAMON. « Fracture Toughness of 2-D Woven SiC/SiC CVI-Composites with Multilayered Interphases ». In : *Journal of the American Ceramic Society* 79.4 (avr. 1996), p. 849-858. ISSN : 0002-7820, 1551-2916. DOI : 10.1111/j.1151-2916.1996.tb08516.x.
- [DM16] DIRECTION GÉNÉRALE DE L'AVIATION CIVILE et MINISTÈRE DE LA TRANSITION ÉCOLOGIQUE ET SOLIDAIRE. *Aviation et Changement Climatique*. 2016. URL : https://www.ecologie.gouv.fr/sites/default/files/Aviation_et_changement_climatique.pdf.

- [Dob12] Cécile DOBRZYNSKI. *TECHNICAL REPORT N° 422*. 2012, p. 37.
- [DOL18] I. F. DIAS, J. OLIVER et O. LLOBERAS-VALLS. « Strain-Injection and Crack-Path Field Techniques for 3D Crack-Propagation Modelling in Quasi-Brittle Materials ». In : *International Journal of Fracture* 212.1 (juill. 2018), p. 67-87. ISSN : 0376-9429, 1573-2673. DOI : 10.1007/s10704-018-0293-8.
- [DSD97] R.J. DAMANI, Ch. SCHUSTER et R. DANZER. « Polished Notch Modification of SENB-S Fracture Toughness Testing ». In : *Journal of the European Ceramic Society* 17.14 (jan. 1997), p. 1685-1689. ISSN : 09552219. DOI : 10.1016/S0955-2219(97)00024-1.
- [Duo77] Bui Huy DUONG. *Mécanique de la rupture fragile / par H.D. Bui,...* fre. Paris New York Barcelone : Masson, 1977. ISBN : 2-225-48312-4.
- [Dup13] Christophe DUPIN. « Etude du comportement mécanique des matériaux composites à matrice céramique de faible épaisseur ». Université de Bordeaux, 2013. 137 p.
- [EG86] K.E. EVANS et A.G. GIBSON. « Prediction of the Maximum Packing Fraction Achievable in Randomly Oriented Short-Fibre Composites ». In : *Composites Science and Technology* 25.2 (jan. 1986), p. 149-162. ISSN : 02663538. DOI : 10.1016/0266-3538(86)90040-0.
- [EPS19] Dolores ELICHE-QUESADA, Luis PÉREZ-VILLAREJO et Pedro José SÁNCHEZ-SOTO. « Introductory Chapter : Ceramic Materials - Synthesis, Characterization, Applications and Recycling ». In : *Ceramic Materials*. Sous la dir. de Dolores Eliche QUESADA, Luis Perez VILLAREJO et Pedro Sánchez SOTO. Rijeka : IntechOpen, 2019. DOI : 10.5772/intechopen.84710.
- [Esh57] J. D. 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*. T. 241. 1957, p. 376-396. JSTOR : 100095.
- [Ess17] Simon ESSONGUE-BOUSSOUGOU. « Méthode des éléments finis augmentés pour la rupture quasi-fragile : application aux composites tissés à matrice céramique ». Université de Bordeaux, 2017.
- [FK10] Jacob FISH et Sergey KUZNETSOV. « Computational Continua ». In : *International Journal for Numerical Methods in Engineering* 84.7 (12 nov. 2010), p. 774-802. ISSN : 00295981. DOI : 10.1002/nme.2918.
- [FLM09] Shao-Yun FU, Bernd LAUKE et Y. W. MAI. *Science and Engineering of Short Fibre Reinforced Polymer Composites*. Woodhead Publishing in Materials. Cambridge, UK : Boca Raton, FL : Woodhead Publishing ; CRC Press, 2009. 338 p. ISBN : 978-1-84569-269-8 978-1-84569-649-8 978-1-4398-1099-6.

- [FR04] G. FROMMEYER et R. ROSENKRANZ. « Structures and Properties of the Refractory Silicides Ti₅Si₃ and TiSi₂ and Ti-Si-(Al) Eutectic Alloys ». In : *Metallic Materials with High Structural Efficiency*. Sous la dir. d'Oleg N. SENKOV, Daniel B. MIRACLE et Sergey A. FIRSTOV. T. 146. NATO Science Series II : Mathematics, Physics and Chemistry. Dordrecht : Kluwer Academic Publishers, 2004, p. 287-308. ISBN : 978-1-4020-2060-5. DOI : 10.1007/1-4020-2112-7_30.
- [Fu96] S FU. « Effects of Fiber Length and Fiber Orientation Distributions on the Tensile Strength of Short-Fiber-Reinforced Polymers ». In : *Composites Science and Technology* 56.10 (1996), p. 1179-1190. ISSN : 02663538. DOI : 10.1016/S0266-3538(96)00072-3.
- [FWT08] H. FISCHER, A. WAINDICH et R. TELLE. « Influence of Preparation of Ceramic SEVNB Specimens on Fracture Toughness Testing Results ». In : *Dental Materials* 24.5 (mai 2008), p. 618-622. ISSN : 01095641. DOI : 10.1016/j.dental.2007.06.021.
- [Gar12] Elisabetta GARIBOLDI. « Metal Matrix Composites : Discontinuously Reinforced, Microstructure and Mechanical Property Correlations ». In : Luigi NICOLAIS. *Wiley Encyclopedia of Composites*. Hoboken, NJ, USA : John Wiley & Sons, Inc., 20 juill. 2012, weoc142. ISBN : 978-1-118-09729-8. DOI : 10.1002/9781118097298.weoc142.
- [Gar15] Ginger GARDINER. *Aeroengine Composites, Part 1 : The CMC Invasion*. Composites World. 2015. URL : <https://www.compositesworld.com/articles/aeroengine-composites-part-1-the-cmc-invasion>.
- [GCB09] Lionel GELEBART, Camille CHATEAU et Michel BORNERT. « Normal Mixed Uniform Boundary Conditions for mechanical homogenization ». In : 19^e Congrès Français de Mécanique. Marseille, 2009, p. 7.
- [Gen+13] Martin GENET et al. « A Two-Scale Weibull Approach to the Failure of Porous Ceramic Structures Made by Robocasting : Possibilities and Limits ». In : *Journal of the European Ceramic Society* 33.4 (avr. 2013), p. 679-688. ISSN : 09552219. DOI : 10.1016/j.jeurceramsoc.2012.11.001.
- [Gen+14] Martin GENET et al. « Scaling Strength Distributions in Quasi-Brittle Materials from Micro- to Macro-Scales : A Computational Approach to Modeling Nature-inspired Structural Ceramics ». In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 68 (août 2014), p. 93-106. ISSN : 00225096. DOI : 10.1016/j.jmps.2014.03.011.
- [GR09] Christophe GEUZAIN et Jean-François REMACLE. « Gmsh : A 3-D Finite Element Mesh Generator with Built-in Pre- and Post-Processing Facilities : THE GMSH PAPER ». In : *International Journal for Numerical Methods in Engineering* 79.11 (10 sept. 2009), p. 1309-1331. ISSN : 00295981. DOI : 10.1002/nme.2579.
- [Gra13] Joseph E GRADY. « CMC Technology Advancements for Gas Turbine Engine Applications ». In : American Ceramic Society's 10th Pacific Rim Conference on Ceramic and Glass Technology (San Diego, California). 2013.

- [HA95] S. HAZANOV et M. AMIEUR. « On Overall Properties of Elastic Heterogeneous Bodies Smaller than the Representative Volume ». In : *International Journal of Engineering Science* 33.9 (juill. 1995), p. 1289-1301. ISSN : 00207225. DOI : 10.1016/0020-7225(94)00129-8.
- [Haz99] S. HAZANOV. « On Apparent Properties of Nonlinear Heterogeneous Bodies Smaller than the Representative Volume ». In : *Acta Mechanica* 134.3-4 (sept. 1999), p. 123-134. ISSN : 0001-5970, 1619-6937. DOI : 10.1007/BF01312651.
- [HB19] Stefan HACKEMANN et Marion BARTSCH. « Crack Growth Tests in Air Plasma-Sprayed Yttria Coatings for Alumina Ceramic Matrix Composites ». In : *Ceramics* 2.3 (19 août 2019), p. 514-524. ISSN : 2571-6131. DOI : 10.3390/ceramics2030039.
- [Her+16] Heiko HERRMANN et al. « Methods for Fibre Orientation Analysis of X-ray Tomography Images of Steel Fibre Reinforced Concrete (SFRC) ». In : *Journal of Materials Science* 51.8 (avr. 2016), p. 3772-3783. ISSN : 0022-2461, 1573-4803. DOI : 10.1007/s10853-015-9695-4.
- [HH94] S. HAZANOV et C. HUET. « Order Relationships for Boundary Conditions Effect in Heterogeneous Bodies Smaller than the Representative Volume ». In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 42.12 (déc. 1994), p. 1995-2011. ISSN : 00225096. DOI : 10.1016/0022-5096(94)90022-1.
- [Hil63] R. HILL. « Elastic Properties of Reinforced Solids : Some Theoretical Principles ». In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 11.5 (sept. 1963), p. 357-372. ISSN : 00225096. DOI : 10.1016/0022-5096(63)90036-X.
- [HK76] J. C. HALPIN et J. L. KARDOS. « The Halpin-Tsai Equations : A Review ». In : *Polymer Engineering and Science* 16.5 (mai 1976), p. 344-352. ISSN : 0032-3888, 1548-2634. DOI : 10.1002/pen.760160512.
- [HMP76] A. HILLERBORG, M. MODÉER et P.-E. PETERSSON. « Analysis of Crack Formation and Crack Growth in Concrete by Means of Fracture Mechanics and Finite Elements ». In : *Cement and Concrete Research* 6.6 (nov. 1976), p. 773-781. ISSN : 00088846. DOI : 10.1016/0008-8846(76)90007-7.
- [HS62] Z. HASHIN et S. SHTRIKMAN. « A Variational Approach to the Theory of the Elastic Behaviour of Polycrystals ». In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 10.4 (oct. 1962), p. 343-352. ISSN : 00225096. DOI : 10.1016/0022-5096(62)90005-4.
- [HS63] Z. HASHIN et S. SHTRIKMAN. « A Variational Approach to the Theory of the Elastic Behaviour of Multiphase Materials ». In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 11.2 (mars 1963), p. 127-140. ISSN : 00225096. DOI : 10.1016/0022-5096(63)90060-7.
- [Hwa96] L HWANG. « Interface Compatibility in Ceramic-Matrix Composites ». In : *Composites Science and Technology* 56.12 (1996), p. 1341-1348. ISSN : 02663538. DOI : 10.1016/S0266-3538(96)00008-5.

- [Ich00] H ICHIKAWA. « Recent Advances in Nicalon Ceramic Fibres Including Hi-Nicalon Type S ». In : *Annales de Chimie Science des Matériaux* 25.7 (nov. 2000), p. 523-528. ISSN : 01519107. DOI : 10.1016/S0151-9107(01)80004-0.
- [IPP08] Lucian IORGA, Yi PAN et Assimina PELEGRI. « Numerical Characterization of Material Elastic Properties for Random Fiber Composites ». In : *Journal of Mechanics of Materials and Structures* 3.7 (1^{er} sept. 2008), p. 1279-1298. ISSN : 1559-3959. DOI : 10.2140/jomms.2008.3.1279.
- [Kar+20] Radmir KARAMOV et al. « Micro-CT Based Structure Tensor Analysis of Fibre Orientation in Random Fibre Composites versus High-Fidelity Fibre Identification Methods ». In : *Composite Structures* 235 (mars 2020), p. 111818. ISSN : 02638223. DOI : 10.1016/j.compstruct.2019.111818.
- [Ken10] Driss KENFAOUI. « Etude Des Propriétés Mécaniques et Thermoélectriques Des Matériaux Ca₃Co₄O₉ Texturés Pour La Conversion d'énergie ». Université de Caen, 2010.
- [KFP21] Walter KRENKEL, Stefan FLAUDER et Georg PUCHAS. « Short Fiber Ceramic Matrix Composites (SF-CMCs) ». In : *Encyclopedia of Materials : Technical Ceramics and Glasses*. Elsevier, 2021, p. 260-276. ISBN : 978-0-12-822233-1. DOI : 10.1016/B978-0-12-818542-1.00071-0.
- [Kra+10] M. KRAUSE et al. « Determination of the Fibre Orientation in Composites Using the Structure Tensor and Local X-ray Transform ». In : *Journal of Materials Science* 45.4 (fév. 2010), p. 888-896. ISSN : 0022-2461, 1573-4803. DOI : 10.1007/s10853-009-4016-4.
- [Kre08] Walter KRENKEL, éd. *Ceramic Matrix Composites : Fiber Reinforced Ceramics and Their Applications*. 1^{re} éd. Wiley, 21 mai 2008. ISBN : 978-3-527-31361-7 978-3-527-62241-2. DOI : 10.1002/9783527622412.
- [Küb99] Jakob KÜBLER. *Fracture Toughness of Ceramics Using the SEVNB Method; Round Robin*. 37. EMPA, Swiss Federal Laboratories for Materials Testing and Research, Department High Performance Ceramics, 1999.
- [Lar+16] Chris M. LARSON et al. « Direct Ink Writing of Silicon Carbide for Microwave Optics : Direct Ink Writing of Silicon Carbide for Microwave ». In : *Advanced Engineering Materials* 18.1 (jan. 2016), p. 39-45. ISSN : 14381656. DOI : 10.1002/adem.201500298.
- [LB12] Jia-Liang LE et Zdeněk P. BAŽANT. « Scaling of Static Fracture of Quasi-Brittle Structures : Strength, Lifetime, and Fracture Kinetics ». In : *Journal of Applied Mechanics* 79.3 (1^{er} mai 2012), p. 031006. ISSN : 0021-8936, 1528-9036. DOI : 10.1115/1.4005881.
- [LC78] Jean LEMAÎTRE et Jean Louis CHABOCHE. « ASPECT PHENOMENOLOGIQUE DE LA RUPTURE PAR ENDOMMAGEMENT ». In : *Journal de mécanique appliquée* 2.3 (1978). ISSN : 0399-0842.
- [Lee+02] Yong Hoon LEE et al. « Characterization of Fiber Orientation in Short Fiber Reinforced Composites with an Image Processing Technique ». In : *Materials Research Innovations* 6.2 (sept. 2002), p. 65-72. ISSN : 1432-8917, 1433-075X. DOI : 10.1007/s10019-002-0180-8.

- [Leg02] Dominique LEGUILLON. « Strength or Toughness ? A Criterion for Crack Onset at a Notch ». In : *European Journal of Mechanics - A/Solids* 21.1 (jan. 2002), p. 61-72. ISSN : 09977538. DOI : 10.1016/S0997-7538(01)01184-6.
- [Lep11] Paul LEPLAY. « Identification de comportements mécaniques et à rupture par corrélation d'images 2D et 3D - Application aux filtres à particules Diesel à base de titanate d'aluminium ». INSA de Lyon, 2011. 205 p.
- [Lew95] J P LEWIS. « Fast Normalized Cross-Correlation ». In : *Vision Interface*. Canadian Image Processing and Pattern Recognition Society (1995), p. 7.
- [Li+16] Yi LI et al. « 3D Representative Volume Element Reconstruction of Fiber Composites via Orientation Tensor and Substructure Features ». In : *Proceedings of the American Society for Composites : Thirty-First Technical Conference*. Williamsburg, VA, 2016.
- [Li+18] J. LI et al. « A Finite Fracture Model for the Analysis of Multi-Cracking in Woven Ceramic Matrix Composites ». In : *Composites Part B : Engineering* 139 (avr. 2018), p. 75-83. ISSN : 13598368. DOI : 10.1016/j.compositesb.2017.11.050.
- [Llo+16] O. LLOBERAS-VALLS et al. « Strain Injection Techniques in Dynamic Fracture Modeling ». In : *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 308 (août 2016), p. 499-534. ISSN : 00457825. DOI : 10.1016/j.cma.2016.05.023.
- [LR11] Fredrik LARSSON et Kenneth RUNESSON. « On Two-Scale Adaptive FE Analysis of Micro-Heterogeneous Media with Seamless Scale-Bridging ». In : *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 200.37-40 (sept. 2011), p. 2662-2674. ISSN : 00457825. DOI : 10.1016/j.cma.2010.10.012.
- [LS91] Javier LLORCA et Raj N. SINGH. « Influence of Fiber and Interfacial Properties on Fracture Behavior of Fiber-Reinforced Ceramic Composites ». In : *Journal of the American Ceramic Society* 74.11 (nov. 1991), p. 2882-2890. ISSN : 0002-7820, 1551-2916. DOI : 10.1111/j.1151-2916.1991.tb06858.x.
- [Ma+00] Zhenhua MA et al. « New Developments in Particle Characterization by Laser Diffraction : Size and Shape ». In : *Powder Technology* 111.1-2 (août 2000), p. 66-78. ISSN : 00325910. DOI : 10.1016/S0032-5910(00)00242-4.
- [Mam02] V. MAMEDOV. « Spark Plasma Sintering as Advanced PM Sintering Method ». In : *Powder Metallurgy* 45.4 (déc. 2002), p. 322-328. ISSN : 0032-5899, 1743-2901. DOI : 10.1179/003258902225007041.
- [Man21] Amine El MANSOURI. « Développement de la technologie CVD à lit fluidisé pour l'enrobage de poudres céramiques par du pyrocarbone. » Université de Bordeaux, 2021.
- [Maz18] Vincent MAZARS. « Etude Des Endommagements Sur CMC Par Une Approche de Modelisation Micro-Méso Alimentée Par Des Essais in Situ ». Université de Bordeaux, 2018.

- [MB02] Nicolas MOËS et Ted BELYTSCHKO. « Extended Finite Element Method for Cohesive Crack Growth ». In : *Engineering Fracture Mechanics* 69.7 (mai 2002), p. 813-833. ISSN : 00137944. DOI : 10.1016/S0013-7944(01)00128-X.
- [MB96] J.M. MELENK et I. BABUŠKA. « The Partition of Unity Finite Element Method : Basic Theory and Applications ». In : *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 139.1-4 (déc. 1996), p. 289-314. ISSN : 00457825. DOI : 10.1016/S0045-7825(96)01087-0.
- [MF99] Dietrich MUNZ et Theo FETT, éd. *Ceramics : Mechanical Properties, Failure Behaviour, Materials Selection*. Réd. par Alex ZUNGER et al. T. 36. Springer Series in Materials Science. Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 1999. ISBN : 978-3-642-63580-9 978-3-642-58407-7. DOI : 10.1007/978-3-642-58407-7.
- [MO06] Tetsuya MORIMOTO et Toshio OGASAWARA. « Potential Strength of Nicalon™, Hi Nicalon™, and Hi Nicalon Type S™ Monofilaments of Variable Diameters ». In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 37.3 (mars 2006), p. 405-412. ISSN : 1359835X. DOI : 10.1016/j.compositesa.2005.05.046.
- [Moh+20] Mehdi MOHAMMADI et al. « Robocasting of Single and Multi-Functional Calcium Phosphate Scaffolds and Its Hybridization with Conventional Techniques : Design, Fabrication and Characterization ». In : *Applied Sciences* 10.23 (4 déc. 2020), p. 8677. ISSN : 2076-3417. DOI : 10.3390/app10238677.
- [Moh13] Seyedreza MOHAMMADIZADEH. « A Novel Augmented Finite Element Method for Modeling Arbitrary Cracking in Solids ». Floride, USA : Université de Miami, 2013.
- [MS98] H. MOULINEC et P. SUQUET. « A Numerical Method for Computing the Overall Response of Nonlinear Composites with Complex Microstructure ». In : *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 157.1-2 (avr. 1998), p. 69-94. ISSN : 00457825. DOI : 10.1016/S0045-7825(97)00218-1.
- [MT73] T MORI et K TANAKA. « Average Stress in Matrix and Average Elastic Energy of Materials with Misfitting Inclusions ». In : *Acta Metallurgica* 21.5 (mai 1973), p. 571-574. ISSN : 00016160. DOI : 10.1016/0001-6160(73)90064-3.
- [Mül15] Viktor MÜLLER. « Micromechanical modeling of short-fiber reinforced composites ». Allemagne : Institut de technologie de Karlsruhe, 2015.
- [Mur82] Toshio MURA. *Micromechanics of Defects in Solids*. Dordrecht : Springer Netherlands, 1982. ISBN : 978-94-011-8548-6 978-94-011-9306-1. DOI : 10.1007/978-94-011-9306-1.
- [Mur88] S MURAKAMI. « Mechanical Modeling of Material Damage ». In : *Journal of Applied Mechanics* 55 (1988), p. 7. DOI : 10.1115/1.3173673.

- [NS03] Mats NYGREN et Zhijian SHEN. « On the Preparation of Bio-, Nano- and Structural Ceramics and Composites by Spark Plasma Sintering ». In : *Solid State Sciences* 5.1 (jan. 2003), p. 125-131. ISSN : 12932558. DOI : 10.1016/S1293-2558(02)00086-9.
- [Oka95] Kiyohito OKAMURA. « Ceramic Matrix Composites (CMC) ». In : *Advanced Composite Materials* 4.3 (jan. 1995), p. 247-259. ISSN : 0924-3046, 1568-5519. DOI : 10.1163/156855195X00050.
- [OP92] W.C. OLIVER et G.M. PHARR. « An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments ». In : *Journal of Materials Research* 7.6 (juin 1992), p. 1564-1583. ISSN : 0884-2914, 2044-5326. DOI : 10.1557/JMR.1992.1564.
- [Ort+22] L. ORTIZ-MEMBRADO et al. « Assessment of Fracture Toughness of Cemented Carbides by Using a Shallow Notch Produced by Ultrashort Pulsed Laser Ablation, and a Comparative Study with Tests Employing Precracked Specimens ». In : *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 108 (2022), p. 105949. ISSN : 0263-4368. DOI : 10.1016/j.ijrmhm.2022.105949.
- [Ots79] Nobuyuki OTSU. « A Threshold Selection Method from Gray-Level Histograms ». In : *IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics* 9.1 (jan. 1979), p. 62-66. ISSN : 0018-9472, 2168-2909. DOI : 10.1109/TSMC.1979.4310076.
- [Pad12] D. PADFIELD. « Masked Object Registration in the Fourier Domain ». In : *IEEE Transactions on Image Processing* 21.5 (mai 2012), p. 2706-2718. ISSN : 1057-7149, 1941-0042. DOI : 10.1109/TIP.2011.2181402.
- [PCL11] Pierre PINEAU, Guillaume COUÉGNAT et Jacques LAMON. « Virtual Testing Applied to Transverse Multiple Cracking of Tows in Woven Ceramic Composites ». In : *Mechanics Research Communications* 38.8 (déc. 2011), p. 579-585. ISSN : 00936413. DOI : 10.1016/j.mechrescom.2011.08.001.
- [PDW15] Pascal PINTER, Stefan DIETRICH et Kay André WEIDENMANN. « ALGORITHMS FOR THE DETERMINATION OF ORIENTATION-TENSORS FROM THREE DIMENSIONAL μ -CT IMAGES WITH VARIOUS MICROSTRUCTURES ». In : 20th International Conference on Composite Materials. Copenhagen, Danemark, 2015, p. 8.
- [Pet95] John J. PETROVIC. « Mechanical Behavior of MoSi₂ and MoSi₂ Composites ». In : *Materials Science and Engineering : A* 192-193 (fév. 1995), p. 31-37. ISSN : 09215093. DOI : 10.1016/0921-5093(94)03246-7.
- [Pin+18] P. PINTER et al. « Comparison and Error Estimation of 3D Fibre Orientation Analysis of Computed Tomography Image Data for Fibre Reinforced Composites ». In : *NDT & E International* 95 (avr. 2018), p. 26-35. ISSN : 09638695. DOI : 10.1016/j.ndteint.2018.01.001.

- [Poi07] Benoît POITOU. « Analyse de La Fissuration Au Voisinage d'une Interface Dans Les Matériaux Fragiles. Applications Aux Composites à Matrice Céramique et Aux Combustibles Nucléaires. » Université de Bordeaux, 2007.
- [Pom03] Stéphane POMPIDOU. « Déviation Des Fissures Par Une Interface Ou Une Interphase Dans Les Composites et Les Multicouches ». Université de Bordeaux, 2003.
- [PZ08] Dieter H. PAHR et Philippe K. ZYSSET. « Influence of Boundary Conditions on Computed Apparent Elastic Properties of Cancellous Bone ». In : *Biomechanics and Modeling in Mechanobiology* 7.6 (déc. 2008), p. 463-476. ISSN : 1617-7959, 1617-7940. DOI : 10.1007/s10237-007-0109-7.
- [Rib+13] S. RIBEIRO et al. « Entalhamento de cerâmicas para medida de tenacidade à fratura pelo método SEVNB ». In : *Cerâmica* 59.350 (juin 2013), p. 285-292. ISSN : 0366-6913. DOI : 10.1590/S0366-69132013000200014.
- [Rig+12] Alexander RIGORT et al. « Automated Segmentation of Electron Tomograms for a Quantitative Description of Actin Filament Networks ». In : *Journal of Structural Biology* 177.1 (jan. 2012), p. 135-144. ISSN : 10478477. DOI : 10.1016/j.jsb.2011.08.012.
- [RRH09a] Julien RÉTHORÉ, Stéphane ROUX et François HILD. « An Extended and Integrated Digital Image Correlation Technique Applied to the Analysis of Fractured Samples : The Equilibrium Gap Method as a Mechanical Filter ». In : *European Journal of Computational Mechanics* 18.3-4 (jan. 2009), p. 285-306. ISSN : 1779-7179, 1958-5829. DOI : 10.3166/ejcm.18.285-306.
- [RRH09b] S ROUX, J RÉTHORÉ et F HILD. « Digital Image Correlation and Fracture : An Advanced Technique for Estimating Stress Intensity Factors of 2D and 3D Cracks ». In : *Journal of Physics D : Applied Physics* 42.21 (7 nov. 2009), p. 214004. ISSN : 0022-3727, 1361-6463. DOI : 10.1088/0022-3727/42/21/214004.
- [Sad+92] K. SADANANDA et al. « Creep of Molybdenum Disilicide Composites ». In : *Materials Science and Engineering : A* 155.1-2 (juin 1992), p. 227-239. ISSN : 09215093. DOI : 10.1016/0921-5093(92)90329-Y.
- [Sau95] Gerhard SAUTHOFF. *Intermetallics*. VCH, 1995. ISBN : 3-527-29320-5.
- [SCB01] T STROUBOULIS, K COPPS et I BABU. « The Generalized Finite Element Method ». In : *Comput. Methods Appl. Mech. Engrg.* (2001), p. 113.
- [Sch+12] Johannes SCHINDELIN et al. « Fiji : An Open-Source Platform for Biological-Image Analysis ». In : *Nature Methods* 9.7 (1^{er} juill. 2012), p. 676-682. ISSN : 1548-7105. DOI : 10.1038/nmeth.2019.
- [SCK15] Vladimir SALNIKOV, Daniel CHOÏ et Philippe KARAMIAN-SURVILLE. « On Efficient and Reliable Stochastic Generation of RVEs for Analysis of Composites within the Framework of Homogenization ». In : *Computational Mechanics* 55.1 (jan. 2015), p. 127-144. ISSN : 0178-7675, 1432-0924. DOI : 10.1007/s00466-014-1086-1.

- [Sem+20] Federico SEMERARO et al. « Anisotropic Analysis of Fibrous and Woven Materials Part 1 : Estimation of Local Orientation ». In : *Computational Materials Science* 178 (juin 2020), p. 109631. ISSN : 09270256. DOI : 10 . 1016/j . commatsci . 2020 . 109631.
- [Sha+06] J. J. SHA et al. « Strength and Fracture Properties of Advanced SiC-based Fibers ». In : *Mechanics of Composite Materials* 42.6 (nov. 2006), p. 527-534. ISSN : 0191-5665, 1573-8922. DOI : 10 . 1007/s11029-006-0063-y.
- [Sha92] D.M. SHAH. « MoSi₂ and Other Silicides as High Temperature Structural Materials ». In : *Superalloys 1992 (Seventh International Symposium)*. Superalloys. TMS, 1992, p. 409-422. ISBN : 978-0-87339-189-4. DOI : 10 . 7449/1992/Superalloys_1992_409_422.
- [Shi+02] Hiroyuki SHIMIZU et al. « Fabrication and Mechanical Properties of Monolithic MoSi₂ by Spark Plasma Sintering ». In : *Materials Research Bulletin* 37.9 (août 2002), p. 1557-1563. ISSN : 00255408. DOI : 10 . 1016/S0025-5408(02)00852-8.
- [SLW14] Ilya STRAUMIT, Stepan V. LOMOV et Martine WEVERS. « Analysis and Segmentation of a Three-Dimensional X-ray Computed Tomography Image of a Textile Composite ». In : *Computational Modeling of Objects Presented in Images. Fundamentals, Methods, and Applications*. Sous la dir. d'Yongjie Jessica ZHANG et João Manuel R. S. TAVARES. Réd. par David HUTCHISON et al. T. 8641. Lecture Notes in Computer Science. Cham : Springer International Publishing, 2014, p. 133-142. ISBN : 978-3-319-09993-4 978-3-319-09994-1. DOI : 10 . 1007/978-3-319-09994-1_12.
- [SRH05] Kurt STRECKER, Sebastião RIBEIRO et Michael-Johannes HOFFMANN. « Fracture Toughness Measurements of LPS-SiC : A Comparison of the Indentation Technique and the SEVNB Method ». In : *Materials Research* 8.2 (juin 2005), p. 121-124. ISSN : 1516-1439. DOI : 10 . 1590 / S1516 - 14392005000200004.
- [Suq87] Pierre M. SUQUET. « Averages, Boundary Conditions ». In : *Homogenization Techniques for Composite Media*. Sous la dir. d'Enrique SANCHEZ-PALENCIA et André ZAOUI. T. 272. Lecture Notes in Physics. Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 1987, p. 199-208. ISBN : 978-3-540-17616-9 978-3-540-47720-4. DOI : 10 . 1007/3-540-17616-0_16.
- [TA14] Miquel TURON-VINAS et Marc ANGLADA. « Fracture Toughness of Zirconia from a Shallow Notch Produced by Ultra-Short Pulsed Laser Ablation ». In : *Journal of the European Ceramic Society* 34.15 (déc. 2014), p. 3865-3870. ISSN : 09552219. DOI : 10 . 1016/j . jeurceramsoc . 2014 . 05 . 009.
- [TBH15] Kelli THOMAS, Holly C. A. BRYCE et Michael HEITZMANN. « Generation of a Short Fibre Biocomposite Representative Volume Element ». In : *Proceedings of the Second International Conference on Performance-based and Life-cycle Structural Engineering (PLSE 2015)*. International Conference on Performance-based and Life-cycle Structural Engineering. Brisbane, QLD, Australia : School of Civil Engineering, The University of Queensland, 1^{er} jan. 2015, p. 121-132. ISBN : 978-1-74272-147-7. DOI : 10 . 14264/uq1 . 2016 . 500.

- [Tor02] Salvatore TORQUATO. *Random Heterogeneous Materials*. Réd. par S. S. ANTMAN et al. T. 16. Interdisciplinary Applied Mathematics. New York, NY : Springer New York, 2002. ISBN : 978-1-4757-6357-7 978-1-4757-6355-3. DOI : 10.1007/978-1-4757-6355-3.
- [Tou+75] Y. S. TOULOUKIAN et al. *Thermal Expansion*. Boston, MA : Springer US, 1975. ISBN : 978-1-4757-1624-5 978-1-4757-1622-1. DOI : 10.1007/978-1-4757-1622-1.
- [Tve90] Viggo TVERGAARD. « Effect of Fibre Debonding in a Whisker-Reinforced Metal ». In : *Materials Science and Engineering : A* 125.2 (juin 1990), p. 203-213. ISSN : 09215093. DOI : 10.1016/0921-5093(90)90170-8.
- [TW92] D. R. S. TALBOT et J. R. WILLIS. « Some Simple Explicit Bounds for the Overall Behavior of Nonlinear Composites ». In : 29.14-15 (1992), p. 7. DOI : 10.1016/0020-7683(92)90188-y.
- [Web+12] Britta WEBER et al. « Automated Tracing of Microtubules in Electron Tomograms of Plastic Embedded Samples of *Caenorhabditis Elegans* Embryos ». In : *Journal of Structural Biology* 178.2 (mai 2012), p. 129-138. ISSN : 10478477. DOI : 10.1016/j.jsb.2011.12.004.
- [Wes39] H. M WESTERGAARD. « Bearing Pressure and Cracks ». In : *Journal of Applied Mechanics* 49 (1939).
- [Wil08] Ulf WILLEN. « Automation in Image Analysis for Particle Size and Shape Measurement ». In : *G.I.T. Lab. J.* 7 (1^{er} jan. 2008), p. 34-36.
- [Wil57] M. L. WILLIAMS. « On the Stress Distribution at the Base of a Stationary Crack ». In : *Journal of Applied Mechanics* 24.1 (1^{er} mars 1957), p. 109-114. ISSN : 0021-8936, 1528-9036. DOI : 10.1115/1.4011454.
- [Wom18] Robert S. WOMERSLEY. « Efficient Spherical Designs with Good Geometric Properties ». In : *Contemporary Computational Mathematics - A Celebration of the 80th Birthday of Ian Sloan*. Sous la dir. de Josef DICK, Frances Y. KUO et Henryk WOŹNIAKOWSKI. Cham : Springer International Publishing, 2018, p. 1243-1285. ISBN : 978-3-319-72455-3 978-3-319-72456-0. DOI : 10.1007/978-3-319-72456-0_57.
- [YB14] J. YVONNET et G. BONNET. « A Consistent Nonlocal Scheme Based on Filters for the Homogenization of Heterogeneous Linear Materials with Non-Separated Scales ». In : *International Journal of Solids and Structures* 51.1 (jan. 2014), p. 196-209. ISSN : 00207683. DOI : 10.1016/j.ijsolstr.2013.09.023.
- [YC05] Qingda YANG et Brian COX. « Cohesive Models for Damage Evolution in Laminated Composites ». In : *International Journal of Fracture* 133.2 (mai 2005), p. 107-137. ISSN : 0376-9429, 1573-2673. DOI : 10.1007/s10704-005-4729-6.
- [YLH08] Feng YE, Limeng LIU et Liangjun HUANG. « Fabrication and Mechanical Properties of Carbon Short Fiber Reinforced Barium Aluminosilicate Glass-Ceramic Matrix Composites ». In : *Composites Science and Technology* 68.7-8 (juin 2008), p. 1710-1717. ISSN : 02663538. DOI : 10.1016/j.compscitech.2008.02.004.

- [YN15] Q. YANG et M. NADERI. « A New Augmented Finite Element Method (A-FEM) for Progressive Failure Analysis of Advanced Composite Materials ». In : *Numerical Modelling of Failure in Advanced Composite Materials*. Elsevier, 2015, p. 265-308. ISBN : 978-0-08-100332-9. DOI : 10.1016/B978-0-08-100332-9.00010-4.
- [ZH06] Ch. ZUBER et B. HEIDENREICH. « Development of a Net Shape Manufacturing Method for Ventilated Brake Discs in Single Piece Design ». In : *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* 37.4 (avr. 2006), p. 301-308. ISSN : 0933-5137, 1521-4052. DOI : 10.1002/mawe.200600996.
- [Zhu+18] Wei ZHU et al. « Fabrication and Characterization of Carbon Fiber Reinforced SiC Ceramic Matrix Composites Based on 3D Printing Technology ». In : *Journal of the European Ceramic Society* 38.14 (nov. 2018), p. 4604-4613. ISSN : 09552219. DOI : 10.1016/j.jeurceramsoc.2018.06.022.
- [ZQG16] Jiming ZHOU, Lehua QI et Arun M. GOKHALE. « Generation of Three-Dimensional Microstructure Model for Discontinuously Reinforced Composite by Modified Random Sequential Absorption Method ». In : *Journal of Engineering Materials and Technology* 138.2 (1^{er} avr. 2016), p. 021001. ISSN : 0094-4289, 1528-8889. DOI : 10.1115/1.4032152.